



Artigo Original

# Caracterização estrutural e físico-química de biodiesel produzido a partir de óleo residual do refeitório do IF Goiano – Campus Urutaí

Sílvia Vaz Fernandes de Castro<sup>1</sup>, Cintia Viegas Silva<sup>1</sup>, Daniel Previdi<sup>2</sup>, Flaysner Magayver Portela<sup>3</sup>, Miquéias Ferreira Gomes<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Núcleo de Química, Instituto Federal Goiano – Campus Urutaí, Rodovia Prof. Geraldo Silva Nascimento, Km 2,5, Urutaí – GO – Brasil. \*Autor para correspondência: [miqueiasquimica@hotmail.com](mailto:miqueiasquimica@hotmail.com)

<sup>2</sup>Departamento de Química, Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo – SP – Brasil

<sup>3</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Av. João Naves de Ávila, 2121 – Uberlândia – MG – Brasil.

## INFO ARTICLE

Histórico do artigo  
Recebido: 07 março 2018.  
Aceito: 03 abril 2018

### Palavras-chaves:

*Biodiesel,  
Óleo Residual,  
Transesterificação Alcalina.*

## RESUMO

O descarte inadequado de óleo residual de fritura provoca sérios problemas ambientais, como o entupimento de tubulações, a impermeabilização do solo e a contaminação da água. A cada ano, novas formas de reutilização deste resíduo têm sido amplamente estudadas e aplicadas, dentre as quais tem se destacado a produção de biodiesel. No presente trabalho o óleo residual gerado a partir do preparo de frituras no refeitório do Instituto Federal Goiano – Campus Urutaí, foi utilizado para produzir biodiesel por transesterificação alcalina com etanol. O biodiesel obtido foi caracterizado de acordo com as especificações da ANP e apenas a estabilidade oxidativa não ficou dentro dos limites estabelecidos, podendo ser corrigida com a adição de antioxidantes. A caracterização estrutural do óleo e do biodiesel foi realizada por Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier, Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio-1 e de Carbono-13 e Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas, e os resultados mostraram a grande semelhança estrutural do biodiesel com a sua matéria prima e a sua composição em ésteres etílicos de ácidos graxos saturados e insaturados, com predominância para os ácidos linoléico e oléico. A produção de biodiesel proposta neste trabalho apresentou uma economia aproximada de R\$ 1,17 por litro do combustível e comprovou que, além dos benefícios para o meio ambiente, o reaproveitamento do óleo residual para este fim também é economicamente viável para a instituição

## 1. Introdução

A produção de biocombustível a partir de óleos vegetais brutos tem sido alvo de diversos estudos nas últimas décadas. Muitos países, inclusive o Brasil, têm criado programas com o objetivo de estimular a utilização de biocombustíveis (Ramos, et al., 2011), com destaque para o biodiesel que, por apresentar propriedades físico-químicas semelhantes ao diesel, pode ser utilizado em qualquer concentração na mistura com o óleo diesel. Quimicamente, o biodiesel pode ser definido como um éster monoalquílico obtido por meio da reação de transesterificação catalisada dos triacilglicerídeos presentes em óleos e gorduras. Esta reação é caracterizada pela utilização de um álcool de cadeia pequena (geralmente metanol ou etanol) e formação de glicerina como subproduto (Ramos, et al., 2003), (Ferrari, Oliveira, & Scabio, 2005).

Dentre as matérias-primas utilizadas na produção de diesel estão os óleos e gorduras residuais (Ramos, et al., 2017), que se destacam como alternativas viáveis ambientalmente e financeiramente, uma vez que a matéria-prima consiste em um resíduo produzido em diversos tipos de estabelecimentos,

como restaurantes e lanchonetes, diminuindo os gastos, além de fornecer um destino adequado para um resíduo que, quando descartado de maneira inadequada, pode trazer sérios impactos ao meio ambiente (Busato, Stumm & Novello, 2014).

Segundo Santos (2009), no Brasil, são descartados cerca de 9,0 bilhões de litros de óleo residual por ano, sendo reciclados apenas 2,5%. Desta porcentagem, a maior é destinada à fabricação de sabões, seguida pela produção de biocombustível (Miyashiro, et al., 2013). O grande problema está no descarte que ainda ocorre em esgotos, que podem gerar sérios problemas ambientais, principalmente devido à baixa solubilidade do óleo em água. De acordo com a Resolução nº 430/11 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA, 2011), a concentração de óleo vegetal lançado em corpos de água não deve ultrapassar 50 mg L<sup>-1</sup>. Sabendo que a densidade do óleo vegetal é, aproximadamente, 0,891 g cm<sup>-3</sup>, têm-se que 1,0 mL deste óleo é suficiente para contaminar quase 18,0 litros de água potável. Em decorrência da pequena quantidade de água potável no planeta, observa-se a importância de preservá-la e evitar o descarte errôneo de óleos em fontes hídricas, o que, além de torná-la imprópria

para uso e consumo, dificulta o tratamento quando presentes em mananciais utilizados para abastecimento público (CETESB, 2009). Estima-se que o tratamento de água e esgoto contaminados com óleo se torna, em média, 45% mais dispendioso, por conta da necessidade do aumento de produtos químicos e processos físicos utilizados no processo de purificação da água (Gomes, et al., 2013).

Nos últimos anos, algumas pesquisas têm sido realizadas com foco na produção de biodiesel. Felizardo, et al. (2006) investigaram as melhores condições experimentais para a reação de transesterificação de óleos residuais de fritura na produção de biodiesel, obtendo maior eficiência na purificação e diminuição da viscosidade do produto. Moraes, et al. (2013) estudaram a influência da qualidade da matéria-prima (óleo vegetal e residual obtido de estabelecimentos comerciais) na qualidade do biodiesel obtido por transesterificação metílica através de parâmetros como densidade, viscosidade, índice de acidez e teste de cor, um teste simples e rápido que permitiu fazer previsões acerca da qualidade da matéria-prima. Canesin, et al. (2014) investigaram a viabilidade de utilização de óleos residuais de origem bovina, frango e soja para a produção de biodiesel através de caracterizações físico-químicas e estrutural por espectroscopia no infravermelho, observando que os óleos residuais de origem animal, embora apresentem composições diferentes do óleo de soja, podem atender as especificações da ANP. Pereira, et al. (2016) investigaram o grande potencial do óleo residual reutilizado na produção de biodiesel como recurso energético por meio de simples transesterificação metílica em meio alcalino, obtendo um rendimento bruto de 82%. Todos estes resultados reforçam a importância da reutilização de óleo residual, enaltecendo seu potencial na produção de biocombustível e explorando os benefícios econômicos e ambientais envolvidos no processo.

Na cidade de Urutaí, estado de Goiás, está localizado um dos 13 campus do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano (IFGoiano). O campus, que atualmente possui cerca de 2000 alunos matriculados, oferece três cursos de nível técnico, dez cursos de nível superior e três cursos de pós-graduação, além de possuir ampla estrutura física, com laboratórios, complexo esportivo, setores de cultura de bovinos, suínos, peixes, ovinos e aves e o complexo agroindustrial. No refeitório do campus são servidas cerca de 1.200 refeições diárias, e essa quantidade aumentará para 3.000 com a inauguração do novo refeitório. Assim, grandes quantidades de óleo são necessárias para o preparo das refeições, especialmente quando são feitas frituras por imersão. Novas alternativas podem ser propostas para reutilização deste resíduo e, dentre elas, está a produção de biodiesel.

Neste contexto, o presente trabalho teve como principal objetivo promover a reutilização do óleo residual do refeitório do IFGoiano – Campus Urutaí para a produção de biodiesel através da transesterificação com etanol em meio alcalino. O biodiesel obtido foi caracterizado estruturalmente por meio das técnicas de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR, do inglês, Fourier-Transform Infrared Spectroscopy), Ressonância Magnética Nuclear (NMR, do inglês, Nuclear Magnetic Resonance) e Cromatografia em fase gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS, do inglês, Gas Chromatography Mass Spectrometry). Os parâmetros físico-químicos do biodiesel obtido foram analisados de acordo com as especificações da ANP. A caracterização físico-química do óleo residual também foi realizada, visto que a qualidade do produto final está diretamente relacionada com a qualidade da matéria prima utilizada. Todas as etapas realizadas estão representadas na Figura 1.



Figura 1. Fluxograma para as diferentes etapas de desenvolvimento do trabalho

## 2. Material e métodos

### 2.1. Materiais

Álcool Etilico Absoluto P.A./ACS, Ácido Acético Glacial P.A. 99,8% e Hidróxido de Potássio P.A. 85% foram obtidos da Neon. Ácido Clorídrico P.A./ACS 37%, Clorofórmio P.A. 98,5% e Éter etílico P.A./ACS 99,5% foram obtidos da Dinâmica. Tiosulfato de Sódio P.A. 98%, obtido da Sigma-Aldrich.

### 2.2. Informações referentes ao uso de óleo vegetal no IF Goiano – Campus Urutaí e coleta.

Para obter informações a respeito do tipo de óleo vegetal utilizado, a quantidade média, a frequência de utilização e o destino do óleo residual gerado, foi realizada uma entrevista com a nutricionista responsável pelo refeitório.

Garrafas PET descartadas no próprio campus foram utilizadas para coleta e armazenamento do óleo residual. Antes disso, as garrafas foram lavadas com água corrente e detergente neutro e, posteriormente, foram colocadas para secar a temperatura ambiente. As coletas foram realizadas do mês de março até o mês de junho de 2016, e cada amostra foi devidamente rotulada com as seguintes informações: nome dos responsáveis pelo projeto, data da coleta, tipo de utilização que foi do óleo e o volume da amostra.

### 2.2. Pré-tratamento do óleo coletado

O óleo residual foi aquecido a, aproximadamente, 40 °C (Christoff, 2006). Em seguida, foi filtrado com filtro de papel, comumente utilizado para o preparo de café, que posteriormente foi descartado com as impurezas.

### 2.3. Parâmetros físico-químicos do óleo residual

Os seguintes parâmetros foram analisados para o óleo residual: índice de acidez, índice de peróxidos, densidade do óleo a 20 °C, índice de saponificação e viscosidade cinemática a 40°C (ver Material Suplementar).

### 2.4. Caracterização Estrutural do Óleo Residual e do Biodiesel através da Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho

Os espectros de infravermelho médio (MIR, do inglês *Middle Infrared*) foram adquiridos em um Espectrômetro PerkinElmer Spectrum Two equipado com Refletância Total Atenuada (ATR, do inglês, *Attenuated Total Reflectance*) de cristal de ZnSe. Os espectros foram adquiridos na região de 4000 – 600  $\text{cm}^{-1}$ , com 4  $\text{cm}^{-1}$  de resolução utilizando 16 varreduras.

### 2.5. Ressonância Magnética Nuclear (NMR)

A amostra foi diluída em Clorofórmio Deuterado ( $\text{CDCl}_3$ ) e levada para análise. O espectrômetro de NMR utilizado foi um Ascend 440 MHz, com console Avance III, equipado com uma sonda BBO 400 MHz.

### 2.6. Cromatografia em fase gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS)

A análise por cromatografia em fase gasosa acoplada a espectrometria de massas foi realizada em um cromatógrafo à gás Shimadzu QP2010Plus (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão), equipado com injetor automático AOC-20i, fonte de

ionização por elétrons (IE-EM) e analisador quadrupolar do tipo filtro de massas. Para a dissolução da amostra foi utilizado acetato de etila grau espectroscópico. A separação cromatográfica foi realizada em coluna capilar Rtx5-MS (Restek), utilizando hélio (99,999%) como gás de arraste, a uma velocidade linear de 36,8 cm s<sup>-1</sup> a uma temperatura constante de 150 °C. A amostra eluída da coluna cromatográfica foi direcionada pelo divisor de fluxo para a fonte de ionização, na razão de 1:20. A temperatura da fonte foi ajustada em 300 °C e a energia do feixe de elétrons foi de 70 eV. O analisador foi ajustado para separar íons de m/z entre 45 e 600.

### 2.7. Reação de transesterificação: catálise básica por rota etílica

Para realizar a reação, foram pesados 37 g de etanol para 100 g de óleo residual, correspondendo a uma razão 1:7 óleo/álcool (mol/mol), e 2 g do catalisador KOH. Inicialmente, o catalisador foi misturado ao etanol até se tornar homogêneo e adicionado ao óleo residual, mantendo sob agitação durante 1,5 horas em frasco de vidro tampado e, em seguida, a amostra foi mantida sob baixa pressão a 80 °C por um período de 20 minutos. Transferiu-se a mistura para um funil de decantação, sendo deixada em repouso por 1 hora até a separação das fases. A fase inferior foi retirada do funil em um béquer e realizou-se seis lavagens da fase restante com água destilada quente (85 °C). A água resultante do processo de lavagem, assim como os resíduos presentes, foi armazenada em um frasco, enquanto os ésteres etílicos foram armazenados em um balão de fundo redondo e levados novamente à rota- evaporação a 100 mmHg, 80 rpm e 80 °C por um período de 1 hora. Após a secagem, o produto foi transferido para um frasco de vidro envolto em papel alumínio e mantido ao abrigo da luz e temperatura ambiente (Silva, 2011).

### 2.8. Parâmetros físico-químicos do biodiesel

Todos os parâmetros físico-químicos analisados para o óleo residual também foram analisados para o biodiesel obtido. A metodologia foi a mesma, apenas substituiu-se o óleo residual pelo biodiesel. Além destes, foram analisados os parâmetros físico-químicos a seguir que são exclusivos para o estudo do biodiesel: ponto de fulgor, estabilidade à oxidação a 110 °C e resíduo de carbono.

## 3. Resultados

### 3.1. Levantamento de informações do refeitório do Instituto

De acordo com a nutricionista responsável pelo refeitório, somente óleo de soja é utilizado para o preparo dos alimentos, e não há uma quantidade média estimada uma vez que o preparo de alimentos está diretamente relacionado aos tipos de carnes disponíveis. No período de realização deste trabalho apenas carnes suína e de peixe foram preparadas. O total de óleo utilizado neste período foi 716,5 L, que gerou 577,5 L de óleo residual, aproximadamente. Logo, 80,6% do total de óleo utilizado no preparo de alimentos por fritura são descartados como resíduo. Deste montante foram coletados 138 L para o desenvolvimento deste trabalho.

### 3.2. Determinação dos parâmetros físico-químicos do óleo residual

Segundo Ramalho & Suarez (2013), óleos e gorduras são compostos por ácidos graxos, que podem estar livres ou combinados (monoacilglicerídeos, diacilglicerídeos e triacilglicerídeos). Dentre estes, comumente estão presentes os ácidos palmítico, esteárico, oleico, linoleico e linolênico, que são os principais componentes do óleo de soja.

**Tabela 1.** Caracterização físico-química do óleo residual e comparativo com os parâmetros do óleo de soja comercial

| Análises  | Resultados | Óleo de soja* | Máximos** |
|---|------------|---------------|-----------|
| Índice de acidez (mg KOH g <sup>-1</sup> )                        | 1,45       | 0,33          | 0,6       |
| % AGL   | 7,27       | 0,09          | -         |
| Índice de Peróxidos (meq Kg <sup>-1</sup> )                       | 25,98      | 3,21          | 10        |
| Índice de Saponificação (mg KOH g <sup>-1</sup> )                 | 172,77     | 183,75        | -         |
| Densidade a 20 °C (g cm <sup>-3</sup> )                           | 0,9221     | 0,92          | -         |
| Viscosidade Cinemática a 40 °C (mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ) | 33,37      | 32,13         | -         |

\*Jorge, et al. (2005). Morais, et al. (2013) e Vineyard e Freitas (2014)

\*\*ANVISA

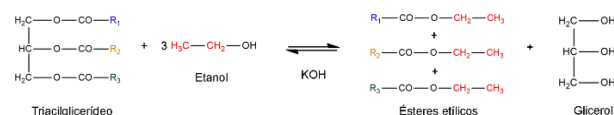
De acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2005), existem parâmetros que são utilizados com o objetivo de garantir a caracterização e qualidade de óleos vegetais. As análises realizadas com o óleo residual coletado (Tabela 1) mostraram altos valores para os índices de acidez e peróxidos. Esses resultados indicam uma degradação térmica e oxidativa do óleo provocada pela alta temperatura do processo de fritura em contato com oxigênio atmosférico. Já o baixo índice de saponificação encontrado é um indicativo que o óleo possa ter sofrido hidrólise e liberado impurezas não saponificáveis durante o processo de fritura (Cunha, 2016).

A densidade apresentou valor próximo ao óleo de soja comercial, o que pode ser um indicativo de que não há quantidades significativas de água ou impurezas que alterem a densidade da matéria-prima (Almeida, et al. 2011). Já a alta viscosidade é a principal razão pela qual os óleos vegetais são pouco utilizados como alternativa direta para produção de diesel (Garcia, 2006).

Os parâmetros demonstraram que a reutilização do óleo analisado no preparo de alimentos é inviável, visto que os produtos formados nas degradações sofridas, como os ácidos graxos livres, impurezas não saponificáveis e os produtos gerados a partir dos peróxidos (aldeídos, cetonas e radicais livres), são prejudiciais ao organismo humano (Araújo, 2009). Assim, a reutilização do óleo na produção de biodiesel se mostra uma boa alternativa, visto que suas altas densidade e viscosidade podem ser minimizadas através pela reação de transesterificação.

### 3.3. Produção de biodiesel por transesterificação alcalina

A reação de transesterificação alcalina por rota etílica é bastante conhecida para preparação de ésteres etílicos e, conseqüentemente, de glicerol (Figura 2).



**Figura 2.** Transesterificação etílica em meio básico do óleo de soja residual (triacilglicerídeos) para a formação de biodiesel (ésteres etílicos) e glicerol. Os radicais R1, R2 e R3 correspondem às moléculas de ácidos graxos que compõe o óleo de soja. Fonte: Adaptado de Felizardo, et al. 2006

Após a reação foi possível verificar a presença de duas fases: uma de coloração mais clara, que corresponde ao biodiesel etílico e uma com coloração mais escura, a glicerina.

Durante a limpeza do biodiesel verificou-se a formação uma pequena quantidade de emulsão decorrente da presença de impurezas como resíduos de glicerina, sabões, ácidos graxos e álcoois, que são consideradas seus principais contaminantes (Grangeiro, 2009). O rendimento médio foi de 83,3%, que está dentro do esperado para reações que utilização o etanol, que é um álcool menos reativo que o metanol (Rodelli, 2016). No total, foram produzidas 25 amostras de biodiesel em três lotes distintos, e as amostras foram escolhidas de forma aleatória para a análise de cada parâmetro físico-químico.

### 3.4. Determinação dos parâmetros físico-químicos do biodiesel

A Tabela 2 apresenta alguns dos parâmetros físico-químicos do biodiesel, sendo apresentados com seus respectivos valores limites estabelecidos pela ANP (ANP, 2014) e os valores encontrados para o biodiesel etílico produzido.

**Tabela 2.** Caracterização físico-química do biodiesel etílico

| Parâmetros  | Máximo*    | Biodiesel |
|---|------------|-----------|
| Viscosidade Cinemática (mm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ) | 3,0 – 6,0  | 4,76      |
| Densidade a 20 °C (g cm <sup>-3</sup> )                   | 0,85 – 0,9 | 0,882     |
| Resíduo de Carbono (% <sub>massa</sub> )                  | Máx. 0,05  | 0,01      |
| Ponto de fulgor (°C)                                      | Mín. 100   | 187       |
| Índice de acidez (mg KOH g <sup>-1</sup> )                | Máx. 0,5   | 0,48      |
| Índice de saponificação (mg KOH g <sup>-1</sup> )         | -          | 199,45    |
| Índice de Peróxidos (meq Kg <sup>-1</sup> )               | -          | 21,89     |
| Estabilidade Oxidativa a 110 °C (h)                       | Mín. 8     | 7,79      |

\* Segundo a Agência Nacional de Petróleo – ANP.

A análise da viscosidade cinemática, densidade, resíduo de carbono, ponto de fulgor e índice de acidez, todos especificados pela ANP, encontram-se dentro dos limites estabelecidos. Todos estão relacionados com o bom funcionamento do motor. Valores elevados de viscosidade e a densidade, consideradas propriedades fluidodinâmicas, isto é, diretamente relacionadas à circulação e injeção do combustível (Dib, 2010), podem levar à formação de fumaça negra e emissão de material particulado. Elevado resíduo de carbono resulta em depósitos na câmara de combustão do motor e no injetor, podendo provocar entupimento. Ponto de fulgor, que mede a temperatura na qual um líquido se torna inflamável na presença de uma chama ou faísca, garante segurança no transporte, manuseio e armazenamento. Alto índice de acidez resulta na deposição de partículas no sistema de distribuição de combustível.

Os índices de saponificação e peróxidos, embora não sejam especificados pela ANP, fornecem informações importantes a respeito das impurezas presentes no biodiesel e seu estado de oxidação. Como o índice de saponificação para o biodiesel foi maior do que para o óleo residual, pode-se concluir que as impurezas insaponificáveis foram reduzidas no processo de transesterificação e purificação. Já o elevado índice de peróxidos, que também é influenciado pelo tempo de estocagem (Silva, 2011), pode ser consequência do período em que a amostra de biodiesel ficou armazenada anteriormente a análise, o que pode ter acelerado o processo de formação dos peróxidos.

A estabilidade oxidativa a 110 °C foi o único parâmetro que não atendeu às especificações da ANP. Em função da presença de insaturações nas cadeias carbônicas do biodiesel, o mesmo está propenso a oxidação quando exposto

ao ar e armazenado por longos períodos (Dib, 2010). Uma das consequências desta degradação oxidativa para o motor é a formação de produtos insolúveis, o que faz com que sejam formados depósitos no sistema de injeção de combustível do motor, podendo provocar entupimento (Lôbo & Cruz, 2009). Embora o valor encontrado esteja abaixo do limite estabelecido pela ANP, um procedimento possível e comumente realizado é a adição de antioxidantes para corrigir a estabilidade oxidativa, como terc-butil-hidroquinona (TBHQ), butil-hidroxi-anisol (BHA) ou butil-hidróxi-tolueno (BHT).

### 3.5. Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier - FTIR

Os espectros de FTIR (ver Material Suplementar) confirmaram os principais grupos funcionais presentes no óleo residual e no biodiesel (Tabela 3). Após a transesterificação as longas cadeias carbônicas presentes no óleo, caracterizadas pelas deformações (CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>, e os grupos ésteres, caracterizados pelas deformações C=O e C-O-C, foram preservados como o esperado. Porém, pequenos deslocamentos das bandas nas regiões entre 1200 a 800 cm<sup>-1</sup> indicaram que as cadeias laterais do grupo éster foram alteradas, conforme esperado após a reação com etanol. Silva, Quintella e Meira (2017) encontraram resultados semelhantes tanto para o óleo de soja quanto para o biodiesel comercial.

**Tabela 3.** Principais absorções e seus respectivos comprimentos de onda

| Tipo de absorção  | Número de onda (cm <sup>-1</sup> ) |
|---|------------------------------------|
| Deformação axial de C-H (C sp <sup>3</sup> )                | 2960                               |
| Deformação axial de C-H (C sp <sup>2</sup> )                | 2850                               |
| Deformação axial de C=O                                     | 1740                               |
| Deformação angular do grupo CH <sub>2</sub>                 | 1470 – 1430                        |
| Deformação angular de C-O-C                                 | 1200                               |
| Deformações fora plano para (CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> | 720                                |

### 3.6. Ressonância Magnética Nuclear

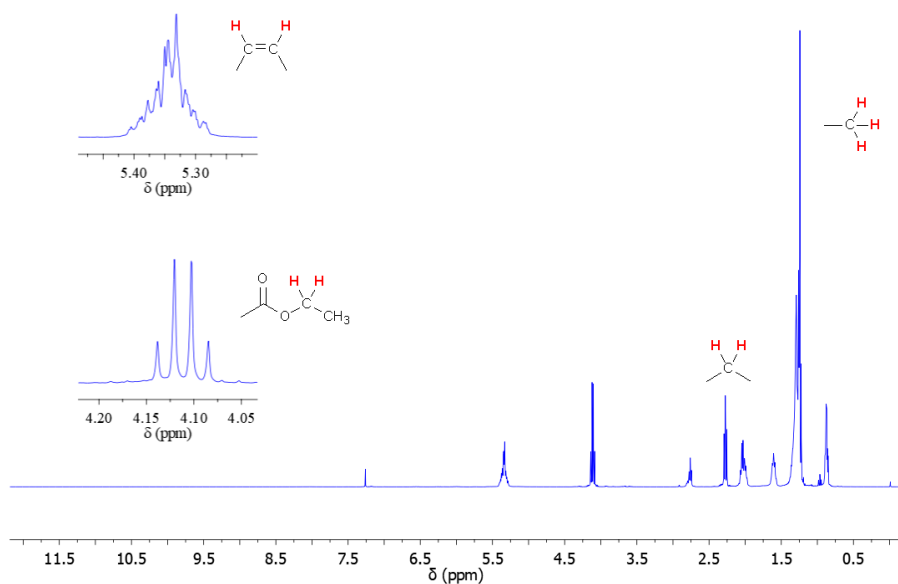
As figuras 3 e 4 mostram os espectros de ressonância magnética nuclear de <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C. Através dessas análises foi possível observar que o biodiesel produzido é composto por ésteres etílicos de ácidos graxos saturados e insaturados.

A presença de ésteres etílicos é comprovada pelos sinais em, aproximadamente, 175 ppm e 60 ppm no espectro de <sup>13</sup>C NMR referentes ao carbono carbonílico e ao carbono CH<sub>2</sub> ligado ao oxigênio, respectivamente, e pelo sinal em 4,10 ppm no espectro de <sup>1</sup>H NMR, com multiplicidade de quadrupeto, referente aos hidrogênios do carbono CH<sub>2</sub> ligado ao oxigênio. Já as cadeias alquílicas insaturadas são comprovadas pelos sinais entre 125 e 135 ppm no espectro de <sup>13</sup>C NMR referentes aos carbonos das duplas ligações e pelos sinais entre 5,0 e 5,5 ppm no espectro <sup>1</sup>H NMR referente aos hidrogênios vinílicos.

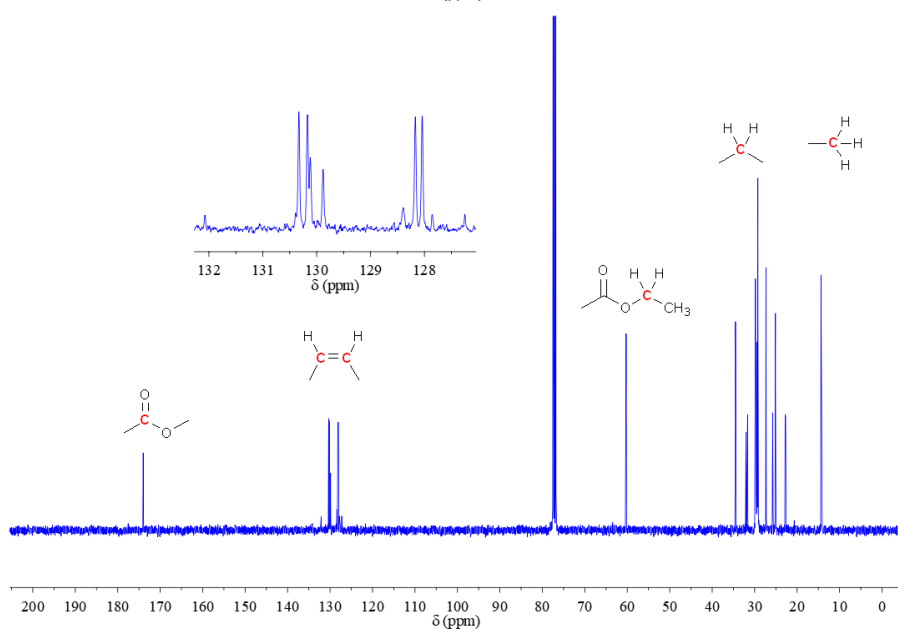
### 3.7. Cromatografia em fase gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS)

Para identificar os ésteres etílicos de ácidos graxos e a proporção em que estão presentes no biodiesel obtido foi realizada uma análise de cromatografia em fase gasosa acoplada a um detector por espectrometria de massas (Figura 5). Através dessa análise foi possível verificar que o biodiesel obtido é composto principalmente pelos ésteres etílicos dos ácidos graxos: linoléico (47,6%), oléico (33,4%), palmítico (13,7%) e esteárico (5,3%). A composição do biodiesel e a proporção entre os ésteres etílicos dos ácidos graxos estão de

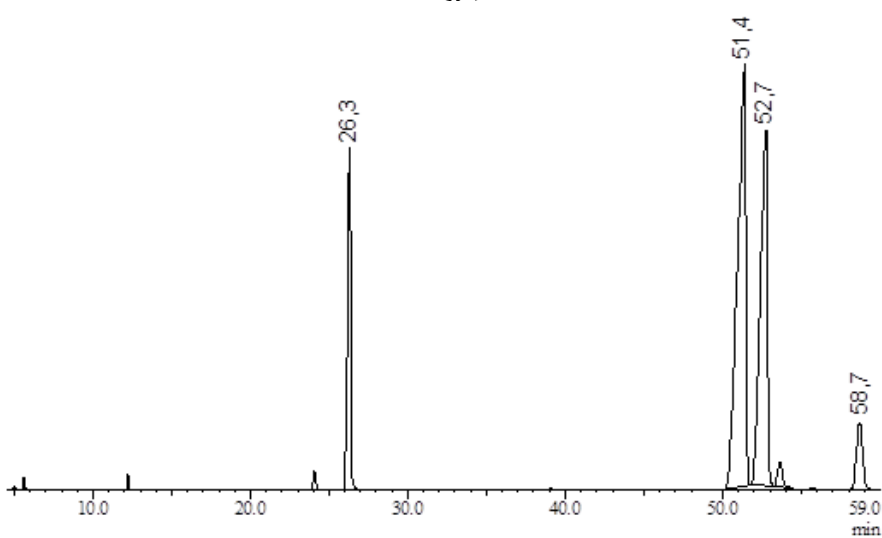
acordo com a composição dos ácidos graxos característica dos óleos de soja (Tabela 4) (Rinaldi, et al. 2007).



**Figura 3.** Espectro de <sup>1</sup>H NMR do biodiesel (400 MHz; CDCl<sub>3</sub>). Os hidrogênios destacados em vermelho correspondem ao sinal atribuído no <sup>1</sup>H NMR bem como seu respectivo deslocamento e ambiente químico



**Figura 4.** Espectro de <sup>13</sup>C NMR do biodiesel (100 MHz; CDCl<sub>3</sub>). Os carbonos destacados em vermelho correspondem ao sinal atribuído no <sup>13</sup>C NMR bem como seu respectivo deslocamento e ambiente químico.



**Figura 5.** Cromatograma da análise por GC-MS do biodiesel produzido. Os correspondentes espectros de massa podem ser vistos no Material Suplementar.

**Tabela 4.** Composição do biodiesel e proporção entre ésteres etílicos dos ácidos graxos.

| Éster              | Formula Molecular                              | Tempo de retenção (min) | Biodiesel(%) | % em massa (óleo de soja)* |
|--------------------|--|-------------------------|--------------|----------------------------|
| Palmitato de Etila | C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 26,3                    | 13,7         | 2,3 - 11,0                 |
| Linoleato de etila | C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> | 51,4                    | 51,4         | 49,0 - 51,5                |
| Oleato de etila    | C <sub>20</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> | 52,7                    | 33,4         | 23,5 - 31,0                |
| Estearato de Etila | C <sub>20</sub> H <sub>40</sub> O <sub>2</sub> | 58,7                    | 5,3          | 2,4 - 6,0                  |

\* Porcentagem em massa dos respectivos ácidos graxos em óleos de soja (Rianaldi, 2007).

### 3.8. Levantamento de gastos para a produção de biodiesel

Neste processo, tornou-se viável financeiramente a utilização de etanol anidro que, segundo o Centro de Estudos Avançados em Economia Aplicada (CEPEA, 2018), atualmente tem um custo de R\$ 1,95 por litro. Neste trabalho, o custo total para a produção do biodiesel, que inclui os gastos com etanol anidro, catalisador e energia elétrica, foi de R\$ 2,43 por litro. Isso representa uma economia de R\$ 1,17 por litro de biodiesel a ser consumido pelo setor de transporte do campus. Tal valor está dentro da margem de economia estimada pela ANP entre R\$ 1,17 e R\$ 1,26 por litro de biodiesel produzido a partir de óleos vegetais. Assim, se todo o óleo residual coletado apenas no período de desenvolvimento deste trabalho fosse usado para essa finalidade, seria possível produzir cerca de 503,95 litros de biodiesel, correspondendo a uma economia de, aproximadamente, R\$ 589,62. Esse valor pode ser ainda maior ao longo do ano letivo, e toda a verba economizada poderia ser destinada para outros setores como, por exemplo, o desenvolvimento de novas pesquisas.

### 4. Conclusão

Com a análise da matéria prima, foi possível obter informações a respeito do seu estado de degradação. O óleo apresentou índice de acidez e peróxidos elevados, consequência das altas temperaturas a que foi submetido no processo de fritura. Entretanto, mesmo sem a realização de um pré-tratamento a transesterificação alcalina por rota etílica apresentou rendimento de 83,3%. Os parâmetros físico-químicos do biodiesel produzido estavam dentro dos valores especificados pela ANP, porém, seria importante a adição de antioxidantes para a correção da estabilidade oxidativa antes de utilizá-lo em motores. A caracterização estrutural por meio das análises de FTIR, <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C NMR e GC-MS, do biodiesel obtido permitiu identificar os ésteres etílicos de ácidos graxos presentes em sua composição e a proporção relativa entre eles. Contudo, o presente trabalho provou ser viável financeiramente a produção de biodiesel a partir do óleo residual gerado no refeitório do campus. Tal produção contribui diretamente para melhoria da qualidade do meio ambiente por promover a reutilização de um resíduo altamente poluente.

### 5. Referência

Almeida, J. K. P., Nunes, G. P., Teixeira, C. C. M., Rodrigues, D. P., Mello, J. R. (2011). Caracterizações Físico- Químicas De Óleos Vegetais Utilizados Para Produção De Biodiesel Com Metodologias Alternativas Simples. In: *XXXI Encontro Nacional de Engenharia de Produção*, Brasil, 4-7 October 2011 (pp. 1-14), Belo Horizonte, MG: ENEGEP.

ANP - Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. (2014). *Resolução ANP N° 45 de 25 de agosto de 2014*. Disponível em: <<http://www.unicontrolbrasil.com/modules/default/files/legislation/d2ca2d07e6c3a6df8e7437cbf93ee6f.pdf>>. Acesso em 11/12/2017.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. (2005). *Resolução RDC nº 270, de 22 de setembro de 2005*. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br/e-legis/>> Acesso em: 30/01/2018.

Araújo, J. M. A. (2009). *Química de Alimentos: teoria e prática*. (4 ed.) Viçosa: UFV.

Busato, M. A., Stumm, C. A., Novello, N. C. (2014). Descarte de óleo de cozinha e gordura vegetal em restaurantes comerciais. *Revista Ciências do Ambiente On-Line*, 10(2), 17-23.

Canesin, E. A., de Oliveira, C. C., Matsushita, M., Felicidade Dias, L., Reghiany Pedrão, M., & de Souza, N. E. (2014). Characterization of residual oils for biodiesel production. *Electronic Journal of Biotechnology*, 17(1), 39-45.

CEPEA - Centro de Estudos Avançados em Economia Aplicada. (2018). Disponível em: <<https://www.cepea.esalq.usp.br/br/indicador/etanol.aspx>>. Acesso em: 11/12/2017.

CETESB - Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental. (2009). *Apêndice E - Significado Ambiental e Sanitário das Variáveis de Qualidade das Águas e dos Sedimentos e Metodologias Analíticas e de Amostragem*. Disponível em: <<http://cetesb.sp.gov.br/aguas-interiores/wp-content/uploads/sites/12/2017/11/Ap%C3%AAndice-E-Significado-Ambiental-e-Sanit%C3%A1rio-das-Vari%C3%A1veis-de-Qualidade-2016.pdf>>. Acesso em: 30/01/2018.

Christoff, P. (2006). *Produção de biodiesel a partir do óleo residual de fritura comercial. Estudo de caso: Guaratuba, litoral paranaense*. (Dissertação de mestrado). Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento e Instituto de Engenharia do Paraná, Brasil.

CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente. (2011). *Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011*. 2011. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/conama>> Acesso em: 30/01/2018.

Cunha, A. C. (2016). *Estudo da produção de biodiesel a partir de óleo residual do restaurante universitário da UNILAB*. (Trabalho de conclusão de curso). Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira, Brasil.

Dib, F.H. (2010). *Produção de biodiesel a partir de óleo residual reciclado e realização de testes comparativos com outros tipos de biodiesel e proporções de mistura em um motor-generador*. (Dissertação de mestrado). Universidade Estadual Paulista, Brasil.

Felizardo, P., Neiva Correia, M. J., Raposo, I., Mendes, J. F., Berkemeier, R., & Bordado, J. M. (2006). Production of biodiesel from waste frying oils. *Waste Management*, 26(5), 487-494.

Ferrari, R., Oliveira, V., & Scabio, A. (2005). Biodiesel from soybean: characterization and consumption in an energy generator. *Química Nova*, 28(1), 19-23.

- Garcia, C. M. (2006). *Transesterificação de óleos vegetais*. (Dissertação de mestrado). Universidade Estadual de Campinas, Brasil.
- Gomes, A. P., Chaves, T. F., Barbosa, J. N., & Barbosa, E. A. (2013). A questão do descarte de óleos e gorduras vegetais hidrogenadas residuais em indústrias alimentícias. In: *XXXIII Encontro Nacional de Engenharia de Produção*, Brasil, 8-11 October 2013 (pp. 1-14), Salvador, BA: ENEGEP.
- Grangeiro, V. T. (2009). *Caracterização da água de lavagem proveniente da purificação do biodiesel*. (Dissertação de mestrado). Universidade Federal da Paraíba, Brasil.
- Jorge, N., Soares, B. B. P., Lunardi, V. M., Malacrida, C. R. (2005). Alterações físico-químicas dos óleos de girassol, milho e soja em frituras. *Química Nova*, 28(6), 947-951.
- Lôbo, I., Ferreira, S., Cruz, R. (2009). Biodiesel: quality parameters and analytical methods. *Química Nova*, 32(6), 1596-1608.
- Miyashiro, C. S., Oliveira, C., Campos, E., Teleken, J. G. (2013). Produção de biodiesel a partir da transesterificação de óleos residuais. *Revista Brasileira de Energias Renováveis*, 1, 63-76.
- Morais, V. S., De Castro, E. V. R., Carneiro, M. T. W. D., Brandão, G. P., Júnior, R. F., & Sena, D. R. (2013). Cor ASTM: Um método simples e rápido para determinar a qualidade do biodiesel produzido a partir de óleos residuais de fritura. *Química Nova*, 36(4), 587-592.
- Pereira, R. N., Pereira, F. S. G., Galvão, C. C., Silva, A. M. R. B., Silva, V. L., Rocha, M. A. G., Filho, N. M. L. (2016). Biodiesel from Residual Oils: Less Environmental Impact with Sustainability and Simplicity. *Chemical Science International Journal*, 17(31), 1-14.
- Ramalho, H. F., Suarez, P. A. Z. (2013). A Química dos óleos e gorduras e seus processos de extração e refino. *Revista Virtual de Química*, 5(1), 2-15.
- Ramos, L. P., Kothe, V., César-Oliveira, M. A. F., Muniz-Wypych, A. S., Nakagaki, S., Krieger, N., Cordeiro, C. S. (2017). Biodiesel: Matérias-Primas, Tecnologias de Produção e Propriedades Combustíveis. *Revista Virtual de Química*, 9(1), 317-369.
- Ramos, L. P., Kucek, K. T., Domingos, A. K., & Wilhelm, H. (2003). Biodiesel - um projeto de sustentabilidade econômica e sócio-ambiental para o Brasil. *Revista Biotecnologia Ciência & Desenvolvimento*, 31, 28-37.
- Ramos, L. P., Silva, F. R., Mangrich, A. S., & Cordeiro, S. (2011). Tecnologias de Produção de Biodiesel. *Revista Virtual de Química*, 3(5), 385-405.
- Rinaldi, R., Garcia, C., Marciniuk, L. L., Rossi, A. V. & Schuchardt, U. (2007). Síntese de biodiesel: uma proposta contextualizada de experimento para laboratório de química geral. *Química Nova*, 30(5) 1374-1380.
- Rodelli, M. C. (2016). *Produção de biodiesel a partir da transesterificação de óleo de palma*. (Trabalho de conclusão de curso). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Brasil.
- Santos, R. S. (2009). *Gerenciamento de resíduos: coleta de óleo de cozinha*. (Trabalho de Conclusão de Curso). Faculdade de Tecnologia da Zona Leste, São Paulo.
- Silva, H. R. G., Quintella, C. M., Meira, M. (2017). Separation and Identification of Functional Groups of Molecules Responsible for Fluorescence of Biodiesel Using FTIR Spectroscopy and Principal Component Analysis. *Journal of the Brazilian Chemical Society* 28(12), 2348-2356.
- Silva, T.A.R. (2011). *Biodiesel de Óleo Residual: Produção através da transesterificação por metanólise e etanólise básica, caracterização físico-química e otimização das condições reacionais*. (Tese de Doutorado). Universidade Federal de Uberlândia, Brasil.
- Vineyard, P. M., Freitas, P. A. M. (2014). *Estudo e caracterização do processo de fabricação de sabão utilizando diferentes óleos vegetais*. Disponível em: <<https://maua.br/files/032015/estudo-e-caracterizacao-do-processo-de-fabricacao-de-sabao-utilizando-diferentes-oleos-vegetais.pdf>>. Acesso em: 30/01/2018.