



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE-UFCG
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE-CES
UNIDADE ACADÊMICA DE BIOLOGIA E QUÍMICA-UAQB
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA**

Julia Daniela Ferreira Ramos

**EPOXIDAÇÃO METÍLICA DO ÓLEO DE ALGODÃO VISANDO A OBTENÇÃO DE
UM LUBRIFICANTE BIODEGRADÁVEL**

CUITÉ – PB

2024

Julia Daniela Ferreira Ramos

EPOXIDAÇÃO METÉLICA DO ÓLEO DE ALGODÃO VISANDO A OBTENÇÃO DE
UM LUBRIFICANTE BIODEGRADÁVEL

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Coordenação do Curso de
Licenciatura em Química do Centro de
Educação e Saúde da Universidade
Federal de Campina Grande – Campus
Cuité, como requisito parcial para
obtenção do título de Licenciada em
Química.

Orientador: Prof. Dr. José Carlos Oliveira Santos

CUITÉ-PB

2024

R175e Ramos, Julia Daniela Ferreira.

Epoxidação metílica do óleo de algodão visando a obtenção de um lubrificante biodegradável. / Julia Daniela Ferreira Ramos. - Cuité, 2024. 46 f.

Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Educação e Saúde, 2024.

"Orientação: Prof. Dr. José Carlos Oliveira Santos".

Referências.

1. Lubrificantes. 2. Biomassa. 3. Biodegradáveis. 4. Meio ambiente - lubrificantes. 5. Óleo de algodão. 6. Lubrificante biodegradável. 7. Centro de Educação e Saúde. I. Santos, José Carlos Oliveira. II. Título.

CDU 621.89(043)

JULIA DANIELA FERREIRA RAMOS

EPOXIDAÇÃO METÍLICA DO ÓLEO DE ALGODÃO VISANDO A OBTENÇÃO DE UM LUBRIFICANTE BIODEGRADÁVEL

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Licenciatura em Química da Universidade Federal de Campina Grande para obtenção do grau de Licenciada em Química.

Julgada e aprovada em: 14 de maio de 2024.

BANCA EXAMINADORA

Documento assinado digitalmente
 JOSE CARLOS OLIVEIRA SANTOS
Data: 24/05/2024 09:52:35-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. José Carlos Oliveira Santos
Orientador – UFCG

Documento assinado digitalmente
 JOANA MARIA DE FARIAS BARROS
Data: 23/05/2024 17:54:20-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dra. Joana Maria de Farias Barros
Membro – UFCG

Documento assinado digitalmente
 RAYANE DE OLIVEIRA SILVA
Data: 23/05/2024 17:26:58-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dra. Rayane de Oliveira Silva
Membro - UFRPE

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, expresso minha gratidão a Deus por todo o apoio, amor, cuidado e atenção que Ele tem dedicado a mim em toda a minha trajetória, proporcionando-me força, coragem e discernimento para que chegasse ao fim deste curso, e também a Nossa Senhora por interceder por mim nesta jornada.

Aos meus pais, Laudeci Ferreira dos Santos Ramos e José Vieira Ramos, por toda atenção que sempre foi voltada para meus estudos e por nunca abrirem mão de me ajudarem em todos os momentos. A minha irmã Jaqueline Ferreira Ramos, por todo amor, cuidado e parceria durante o curso me incentivando a nunca desistir.

Ao Prof. Dr. José Carlos Oliveira Santos pela oportunidade dada à mim, além de toda orientação no PIVIC/PIBIT, como também pelo direcionamento em meu Trabalho de Conclusão de Curso. E aos professores, Dra. Joana Maria de Farias Barros, Dr. Rayane Oliveira e ao Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas pela contribuição neste trabalho.

A todos os professores por compartilharem todos seus conhecimentos de modo exemplar a contribuir diretamente com a minha formação.

Dedico também a pessoas que fizeram essa caminhada se tornar bem mais leve, como meus amigos Igor Faustino, Luana Sabino, Grazielle Sábta, Maria Antônia, Érica Melo, Erica Luana, Waleska Macêdo, Bruna Gerlane, Wellen Micaeli, Tayna Yasmin, Carlos Alexandre, Magna Santos, Alana Pereira, Anderson Silva, Jemesson Matheus, Ayanne Macedo, Manoel Neto e Natane Laurentino. Sou grata a família Julita e Família Ramos por todo momento de recreação. Agradeço também a minha igreja, em especial o Grupo de Oração Kairós e minha família EJC por serem fundamentais nesse processo e me colocarem sempre em suas orações. Assim como agradeço a minha amiga Emily Camilly ao qual partilhei momentos desde o início do curso e entre muitos que estiveram comigo nesta longa caminhada.

Agradeço aos meus colegas Andrew Diego e Higor Henrique por todo apoio, e ao Laboratório de Biocombustíveis e Química Ambiental pelo espaço concedido as pesquisas que foram realizadas.

Dedico este trabalho aos meus pais,
Laudeci Ferreira dos Santos Ramos e
José Vieira Ramos, e à minha irmã,
Jaqueline Ferreira Ramos. In
memória Julia Maria dos Santos.

RESUMO

O uso intensivo das reservas esgotáveis de combustíveis fósseis e os problemas ambientais ocasionados por esse uso tem desencadeado na sociedade a procura por alternativas energéticas menos agressivas ao meio ambiente. Uma excelente alternativa é a pesquisa constante no desenvolvimento de fontes de energia e de produção de bens que não dependam de matérias primas fósseis, sendo a obtenção de lubrificantes biodegradáveis a partir de matéria prima renovável um exemplo desses estudos. Por sua grande resistência à seca, o algodoeiro constitui-se em uma das poucas opções para cultivo em regiões semiáridas, podendo fixar o homem ao campo e gerar emprego e renda no meio rural e urbano, sendo o óleo de algodão o óleo vegetal mais antigo produzido e consumido em larga escala, além de sua utilização na indústria de biocombustíveis. Este trabalho consistiu na síntese e caracterização de um lubrificante biodegradável a partir de óleo de algodão através da transesterificação metálica do óleo, seguido da epoxidação dos seus ésteres. Os materiais envolvidos no processo foram caracterizados através de suas propriedades químicas e físico-químicas. A reação de transesterificação do óleo de algodão proporcionou ésteres metálicos que apresentam a maioria de suas propriedades físico-químicas em concordância com os parâmetros estabelecidos pela Agência Nacional do Petróleo e Biocombustíveis. As análises químicas destes ésteres evidenciaram a realização efetiva do processo, com alto rendimento de 96%. O biolubrificante obtido pela epoxidação dos ésteres do óleo de algodão apresentou propriedades específicas que evidenciam suas propriedades fluidas. O índice de oxirano e o teor de hidroxilas associado as análises espectroscópicas evidenciaram que o processo ocorreu de forma adequada, com rendimento de 98%. A produção de lubrificantes biodegradáveis a partir do óleo de algodão poderá ajudar de forma significativa na diminuição do impacto ambiental do uso de materiais fósseis para produção de lubrificantes, bem como no aumento da consciência ambiental no desenvolvimento de novas tecnologias.

Palavras-chave: Biomassa; lubrificantes biodegradáveis; meio ambiente.

ABSTRACT

The intensive use of exhaustible fossil fuel reserves and the environmental problems caused by this use have triggered society's search for energy alternatives that are less harmful to the environment. An excellent alternative is constant research into the development of energy sources and the production of goods that do not depend on fossil raw materials, with the obtaining of biodegradable lubricants from renewable raw materials being an example of these studies. Due to its great resistance to drought, the cotton plant is one of the few options for cultivation in semi-arid regions, being able to keep man in the field and generate employment and income in rural and urban areas, with cottonseed oil being the oldest vegetable oil. produced and consumed on a large scale, in addition to its use in the biofuels industry. This work consisted of the synthesis and characterization of a biodegradable lubricant from cottonseed oil through methyl transesterification of the oil, followed by epoxidation of its esters. The materials involved in the process were characterized through their chemical and physicochemical properties. The cottonseed oil transesterification reaction provided methyl esters that present most of their physicochemical properties in accordance with the parameters established by the National Petroleum and Biofuels Agency. Chemical analyzes of these esters showed that the process was effectively carried out, with a high yield of 96%. The biolubricant obtained by the epoxidation of cotton oil esters presented specific properties that highlight its fluid properties. The oxirane index and hydroxyl content associated with spectroscopic analyzes showed that the process occurred properly, with a yield of 98%. The production of biodegradable lubricants from cottonseed oil could significantly help reduce the environmental impact of using fossil materials to produce lubricants, as well as increase environmental awareness in the development of new technologies.

Keywords: Biomass; biodegradable lubricants; environment.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estrutura típica de um óleo vegetal e seus pontos críticos de instabilidade indicando presença de insaturações e hidrogênios β	14
Figura 2. Algodoeiro herbáceo (<i>Gossypium hisutum</i>)	15
Figura 3. Pesquisa com a palavra óleo de algodão.	18
Figura 4. Pesquisa com a palavra biolubrificante.	18
Figura 5. Produto da reação éster.....	19
Figura 6. Espectro de Infravermelho do óleo de algodão.	27
Figura 7. Espectro de RMN de H^1 de Óleo de Algodão.	28
Figura 8. Espectro de RMN de C^{13} do óleo de algodão.....	28
Figura 9. Processo de produção do éster metílico: (a) síntese; (b) processo de decantação; (c) e (d) processo de lavagem.....	31
Figura 10. Espectro de Infravermelho do éster metílico de óleo de algodão.....	31
Figura 11. Espectro de RMN de H^1 do éster metílico de óleo de algodão.	32
Figura 12. Espectro de RMN de C^{13} do éster metílico de óleo de algodão.	33
Figura 13. Processo de produção do epóxido: (a) síntese; (b) processo de decantação; (c) e (d) processo de lavagem.	35
Figura 14. Espectro do infravermelho do biolubrificante.....	37
Figura 15. Espectro de RMN de H^1 do biolubrificante.....	37
Figura 16. Espectro de RMN de C^{13} do biolubrificante.	38

LISTA DE SIGLAS E ABREVIACÕES

ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária

ANP - Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis

HCl - Ácido Clorídrico

KOH - Hidróxido de Potássio

RMN H^1 – Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio

RMN C^{13} – Ressonância Magnética Nuclear de Carbono

AOCS - American Oil Chemist's Society

KI – Iodeto de Potássio

$Na_2S_2O_3$ – Tiosulfato de Sódio

mL - Mililitro

M – Molaridade

N - Normalidade

IV - Infravermelho

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Parâmetros físico-químicos da matéria-prima.	29
Tabela 2. Parâmetros físico-químicos dos ésteres metílicos de óleo de algodão.....	33
Tabela 3. Parâmetros físico-químicos dos epóxidos metílicos de óleo de algodão.	39

Sumário

INTRODUÇÃO.....	11
OBJETIVOS	12
OBJETIVO GERAL.....	12
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	12
FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	13
Óleos vegetais e geração de energia	13
Óleo de Algodão	14
Biolubrificantes	16
Prospecções tecnológicas do biolubrificante de óleo de algodão	17
METODOLOGIA	18
MATERIAIS	18
PROCESSO DE TRANSESTERIFICAÇÃO.....	19
PROCESSO DE EPOXIDAÇÃO.....	20
CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA.....	20
CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA.....	20
Índice de Acidez	21
Índice de Iodo	21
Teor de Sabão	22
Índice de Saponificação.....	22
Índice de Peróxido.....	23
Densidade Relativa.....	23
Teor de cinzas	24
Teor de Umidade e Voláteis.....	24
Viscosidade Dinâmica	24
Índice de Hidroxila.....	25
Teor de Oxigênio Oxirano	25
RESULTADOS E DISCUSSÃO	26
CONSIDERAÇÕES FINAIS	40
REFERÊNCIAS.....	41

INTRODUÇÃO

O consumo das fontes de energias vem sendo aumentada aos longos dos anos, tanto pela indústria quanto pelo conforto e qualidade de vida proporcionada ao ser humano. Porém, apesar de assegurar toda comodidade a humanidade as fontes de energias não renováveis, provindas de combustíveis fósseis, podem se esgotar além de desencadear problemas ambientais impactantes. A rápida diminuição das reservas de combustíveis fósseis, a extração, o transporte e os processos industriais de transformação do petróleo são responsáveis por diversos danos ambientais, como derramamento, geração de resíduos e efluentes tóxicos de difícil degradabilidade, pela contaminação dos lençóis freáticos por gasolina e seus aditivos, pelo acúmulo de dióxido de carbono na atmosfera intensificando o efeito estufa (Eredá, 2004). Sendo assim, faz-se necessário a utilização de biocombustíveis para um meio ambiente mais sustentável.

Essas preocupações sucederam a um grande interesse em relação aos óleos vegetais com alto teor de ácido oléico, como biocombustíveis e seus derivados, que seria o caso dos lubrificantes por serem matérias-primas renováveis, substituindo então os óleos minerais convencionais, constituídos do petróleo (Lathi; Mattiasson, 2007). Sabe-se que para alguns tipos de aplicação, os óleos lubrificantes minerais não são capazes de resistir às exigências de performance, como por exemplo, os óleos de motores automotivos atuais, que têm exigências de longos períodos para a troca e de grande estabilidade oxidativa, sendo o uso de bases sintéticas para os novos motores requerida por todas as montadoras de veículos.

O uso inadequado dos lubrificantes obtidos do petróleo são grandes causadores de problemas ambientais, isto é, pelo descarte inapropriado causando poluição do ar, do solo e conseqüentemente dos alimentos. Logo, os lubrificantes a base de óleos vegetais vem sendo uma boa alternativa para otimizar esses resultados negativos justamente por serem biodegradáveis, não tóxicos e originários de fontes renováveis. Além disso, os óleos vegetais apresentam qualidades que os diferenciam como combustíveis sustentáveis: a ausência de enxofre na sua composição química e a realidade de que a sua produção industrial não produz substâncias danosas ao meio ambiente (Pianovski Júnior, 2002).

Apesar de ser favorável do ponto de vista energético, a utilização direta dos óleos vegetais em motores a diesel é muito problemática, daí a necessidade do seu uso após processos. Estudos mostraram que a combustão direta dos óleos vegetais conduz à carbonização de peças, resistência à ejeção nos êmbolos, diluição do óleo do cárter, contaminação do lubrificante, entre outras objeções (Rinaldi, 2007). Logo estudos

encontrados na literatura mostram que alternativas para melhorar o desempenho desses óleos vegetais são as modificações estruturais a citar as reações de transesterificação (biodiesel) e epoxidação (biolubrificante).

Por sua grande resistência à seca, o algodoeiro constitui-se em uma das poucas opções para cultivo em regiões semiáridas, podendo fixar o homem ao campo e gerar emprego e renda no meio rural e urbano, sendo o óleo de algodão o óleo vegetal mais antigo produzido e consumido em larga escala, além de sua utilização na indústria de biocombustíveis. O algodoeiro (*Gossypium* sp.) é a única espécie domesticada, tida em termos econômicos como cultura trina devido ter sido constituída na segunda atividade econômica do mundo, e por produzir fibra – seu principal produto – que atualmente veste quase metade da humanidade, por seu óleo que serve para alimentação humana e para produção de energia (biodiesel) (Beltrão, 1999). A produção de biolubrificante a partir do óleo do caroço do algodão visa o uso de uma fonte de energia renovável, menos poluente, que fortaleça tanto o grande como o pequeno produtor, buscando o aproveitamento total do algodão, sem tirar o foco principal de sua produção, que é para indústria têxtil. Assim, este projeto de pesquisa será desenvolvido com o objetivo de sintetizar um lubrificante renovável e biodegradável a partir de óleo de algodão.

OBJETIVOS

OBJETIVO GERAL

- O objetivo dessa pesquisa consiste em obter um lubrificante biodegradável a partir do óleo de algodão por meio da reação de epoxidação metálica.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir os ésteres metílicos (biodiesel) por meio da reação de transesterificação do óleo de algodão usando metanol;
- Epoxidar os ésteres metílicos proveniente do óleo de algodão gerando o biolubrificante, utilizando o ácido peracético comercial;
- Caracterizar por análises químicas o óleo de algodão, os ésteres metílicos (biodiesel) e o epóxido de éster metílico (biolubrificante);
- Caracterizar por análises físico-químicas o óleo de algodão, os ésteres metílicos (biodiesel) e o epóxido de éster metílico (biolubrificante).

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

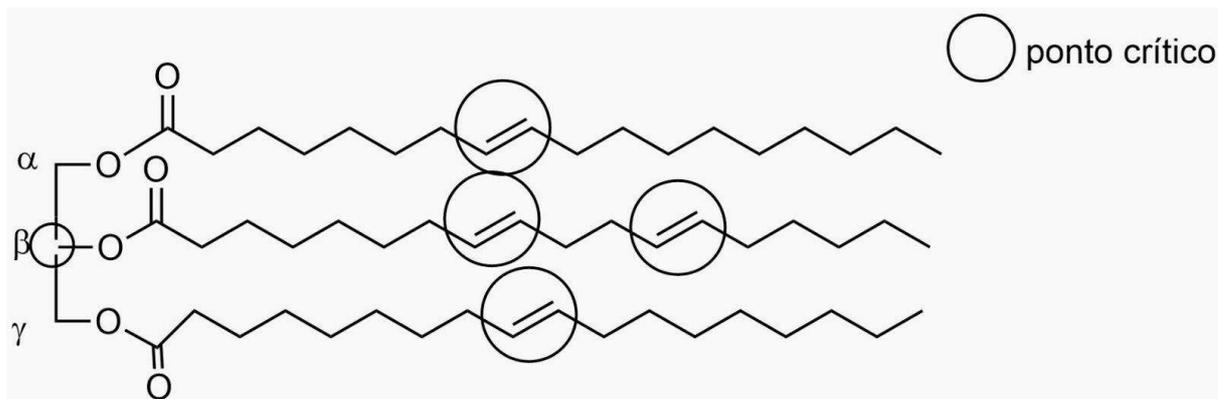
Óleos vegetais e geração de energia

Os óleos são substâncias de origem vegetal, animal ou microbiana, insolúveis em água, solúveis em solventes orgânicos, formados principalmente por triglicerídeos resultantes da combinação de três moléculas de ácidos graxos e uma molécula de glicerol. Fosfolipídios e substâncias insaponificáveis, como ceras e tocoferóis, também podem ser encontrados (Santos et al., 2005). Os ácidos graxos presentes nos óleos podem ser iguais ou diferentes entre si e são formados por ácidos carboxílicos de quatro a trinta átomos de carbono.

Embora possuindo características renováveis e não poluidoras, os óleos vegetais têm baixa estabilidade termoxidativa, por causa da presença de insaturações e a baixas temperaturas, o escoamento não é eficiente não sendo viável a sua utilização de forma direta nos motores (Lathi; Mattiasson, 2007; Arbain; Salimon, 2010; Salimon et al., 2011). Além disso, a utilização do óleo *in natura* pode formar depósitos de carbono devido à combustão incompleta, reduzir a lubrificação devido à polimerização, provocar obstrução dos filtros de óleo e sistema de injeção, emitir acroleína (substância tóxica e cancerígena) e pode comprometer a durabilidade do motor (Rinaldi et al., 2007). Desse modo, fez-se necessário o desenvolvimento de novas metodologias de transformação química dos óleos para que suas propriedades se tornassem mais adequadas ao uso como combustível. Assim, em meados da década de 1970, surgiram as primeiras propostas de modificação de óleos vegetais através da reação de transesterificação (Ramos et al., 2017).

Segundo Santos (2012) Os ácidos graxos nos óleos podem ser idênticos ou distintos uns dos outros, além disso os ácidos graxos nos óleos são compostos por ácidos carboxílicos que possuem de quatro a trinta átomos de carbono. Os triglicerídeos predominantes contêm ácidos graxos com 12, 14, 16 ou 18 átomos de carbono. Adicionalmente, esses ácidos graxos podem ser saturados ou insaturados, sendo os triglicerídeos com três insaturações os mais frequentes. Assim, a figura 1 mostra a estrutura típica de um óleo vegetal.

Figura 1. Estrutura típica de um óleo vegetal e seus pontos críticos de instabilidade indicando presença de insaturações e hidrogênios β .



Fonte: Própria Autoria (2024)

Muitas oleaginosas são estudadas como potencial uso de seus óleos vegetais como biolubrificantes. Cardoso (2012) avaliou o uso do óleo de pinhão-manso como base para fluidos de corte, testando sua capacidade lubrificante, estabilidade oxidativa e desempenho em uma formulação biodegradável e bioestável de fluido de corte emulsionável, concluindo que o óleo apresentou boa capacidade lubrificante. No mesmo ano, Silva (2012) realizou a síntese de um biolubrificante a partir de óleo de mamona através da transesterificação com álcool isoamílico em presença de hidróxido de sódio como catalisador, onde o óleo apresentou potencial para uso como biolubrificante.

De acordo com Guimarães (2021), para utilizar óleos vegetais como base para biolubrificantes, é essencial que eles atendam a certas características básicas, uma vez que representam pelo menos 80% da composição final do produto. Algumas características são: : satisfatória estabilidade hidrolítica e de fluidez, boas estabilidades oxidativa e térmica, além da conservação de suas propriedades a baixas temperaturas. Conforme exposto por Guimarães (2021), a presença de ésteres nas estruturas dos óleos vegetais confere polaridade às moléculas, resultando em uma forte atração pelas superfícies metálicas. Isso contribui para melhorar a proteção contra o desgaste e aumentar a solubilidade dos aditivos.

Óleo de Algodão

A espécie de algodoeiro *Gossypium hirsutum* na figura 2, mais plantada no mundo é responsável por 90% da produção mundial de algodão em caroço ou algodão em rama. Devido às inúmeras aplicações e total aproveitamento pelo homem, essa espécie é considerada muito importante para a indústria. O algodoeiro, além de ser uma planta fibrosa e

oleaginosa, é também produtora de proteína de qualidade, podendo funcionar como suplemento proteico na alimentação animal e humana. Logo após a separação da fibra, o principal produto do algodão é o óleo comestível. No seu processamento obtém-se: os subprodutos primários, o línter, a casca e a amêndoa; os secundários, farinha integral, óleo bruto, torta e farelo; os terciários, óleo refinado, borra, farinha desengordurada (Dantas, 2006). Conforme Agu e colaboradores (2024), o algodão é uma das principais fontes de proteína, ficando em 9º lugar entre as culturas que produzem óleo.

Figura 2. Algodoeiro herbáceo (*Gossypium hirsutum*)



Fonte: Dados da Pesquisa, 2023

A produção brasileira de algodão se apoia na perspectiva de melhora dos preços no âmbito dos mercados interno e externo. Também se relaciona a outras variáveis, como a adoção de novas tecnologias, diminuição dos custos de produção, remoção de barreiras ao comércio internacional, crescimento econômico e populacional.

A oleaginosa utilizada para obtenção do biodiesel é o óleo de algodão, extraído da planta do algodoeiro herbáceo (*Gossypium hirsutum*), que tem várias aplicações, dentre elas o óleo da semente de algodão na indústria alimentícia e o línter na fabricação de fios de tecelagem. A produção do algodão é viável em pequenas propriedades rurais para aplicação deste óleo com fins energéticos, e seu cultivo é amplamente incentivado com enfoque na inclusão social e no desenvolvimento regional, por meio da geração de emprego e renda (Dantas, 2006).

Diante do exposto, é inevitável destacar que o custo da produção do óleo de algodão é baixo, fato de extrema importância, pois torna a produção de biodiesel e de biolubrificante economicamente viável para os produtores, até mesmo frente à utilização da soja como matéria prima, visto que esta é a principal no contexto dos biocombustíveis.

Biolubrificantes

Segundo Santos *et al.*(2019), os lubrificantes podem ter origem mineral, sintética e de óleos vegetais. Os lubrificantes minerais são derivados do petróleo, formados basicamente por hidrocarbonetos, como parafinas e naftas, e contêm traços de enxofre, nitrogênio e metais, sendo, portanto, tóxicos e prejudiciais ao meio ambiente, devido à natureza não degradável. São muito utilizados em máquinas e como óleos para corte, porém devido aos riscos de contaminação ao meio ambiente que podem causar, estão sendo desenvolvidos lubrificantes biodegradáveis como alternativa para os lubrificantes provenientes do petróleo. Razões ambientais e econômicas levam a utilização de óleos vegetais como lubrificantes após modificações químicas apropriadas. Esses produtos apresentam desempenho semelhante aos lubrificantes tradicionais e apresentam as vantagens de serem oriundos de matérias-primas renováveis, menos tóxicos e mais fáceis de serem degradados no meio ambiente (Salimon *et al.*, 2011).

Os biolubrificantes provenientes de óleos vegetais são formados pela junção entre as moléculas de ácidos graxos de cadeia longa e do glicerol (triglicerídeos). Os triglicerídeos naturais são facilmente biodegradados e apresentam elevada eficiência de lubrificação, contudo, apresentam limitada estabilidade térmica e oxidativa (Lathi; Mattiasson, 2007; Salimon *et al.*, 2011). Para que tais características sejam atribuídas aos lubrificantes de origem vegetal, modificações químicas devem ser empregadas como a reação de transesterificação e de epoxidação.

Farias (2023) relata em seu trabalho que o metanol é amplamente utilizado nesse processo devido ao seu custo mais baixo. Em função do preço mais elevado do etanol, muitos países optam pelo uso de metanol em sua fabricação. Na transesterificação, os triglicerídeos de cadeia longa são inicialmente convertidos em ésteres de cadeia mais curta. Isso é realizado com álcoois de cadeia curta, como metanol e etanol, e catalisadores como como KOH (hidróxido de potássio) e NaOH (hidróxido de sódio). A reação de transesterificação ocorre quando 1 mol de triglicerídeos (encontrados no óleo vegetal) reage com 3 moles de álcool (metanol ou etanol), resultando na formação de monoésteres de ácidos graxos, que constituem o biodiesel.

A transesterificação mostra-se como uma opção para melhorar o desempenho dos óleos vegetais como combustíveis, sendo um processo simples, cujo produto denominado de

éster alquílico, tem características similares ao óleo diesel obtido do petróleo (Conceição et al., 2009). É a reação em que um éster é transformado em outro através da troca de grupos alcóxidos. É o processo em que o triglicerídeo reage com um álcool de cadeia curta como o metanol ou o etanol em excesso na presença de um catalisador ácido ou alcalino produzindo uma mistura de ésteres alquílicos de ácidos graxos e glicerol. Os resultados encontrados nas reações de transesterificação podem ser categorizados como homogêneos (como ácidos ou alcalinos), heterogêneos (como zeólitas ou argilas), enzimáticos (como lipases) ou em processos sem a necessidade de complicações, operando em condições supercríticas (Saboya, 2012, Santos, 2016 apud Baú, 2022, p. 2)

A epoxidação de óleos vegetais tem sido utilizada na obtenção de lubrificantes biodegradáveis conferindo a estes uma maior estabilidade térmica (Eredá, 2004), sendo uma reação de importância comercial porque os epóxidos provenientes dessas matérias primas, produto da transesterificação deles, têm aplicações como materiais plastificantes e estabilizadores de polímeros (Goud et al., 2006).

Prospecções tecnológicas do biolubrificante de óleo de algodão

Estudos mostram que o óleo do algodão é uma boa matéria prima para a produção de biocombustíveis, uma vez que é considerado um óleo de baixa acidez e baixo custo de produção. No presente projeto, a prospecção tecnológica baseou-se na pesquisa descritiva de documentos disponíveis na base de dados patentários do Instituto Nacional de Propriedade Intelectual (INPI), a qual é considerada uma base de informações da Organização Mundial de Propriedade Intelectual (OMPI). Utilizou-se as palavras-chaves biolubrificante e óleo de algodão. A pesquisa concentrou-se nos meses de maio e junho de 2022, e considerou todos os depósitos de pedido de Carta Patente que apresentaram as palavras-chaves no título e/ou resumo dos documentos disponibilizados até a data supracitada.

Já existe certa quantidade de patentes envolvendo o óleo de algodão. Consultando a base de dados do Instituto Nacional de Propriedade Intelectual (INPI), observando a Figura 3 e 4, verifica-se essa afirmação conforme destaques apresentados abaixo. Verifica-se que o interesse pela proteção patentária de invenções de biolubrificantes no cenário brasileiro é incipiente, contudo considera-se promissora a expectativa aumento da introdução desta invenção nas operações que demandam aplicações de lubrificantes, em virtude das metas de soluções mitigadoras dos impactos ambientais, como também em virtude do crescimento dos seus volumes de produção e comercialização.

Figura 3. Pesquisa com a palavra óleo de algodão.

Instituto Nacional da Propriedade Industrial
Ministério da Economia

Consulta à Base de Dados do INPI [Início | Ajuda?]

» Consultar por: Base Patentes | Finalizar Sessão

RESULTADO DA PESQUISA (03/06/2022 às 09:21:39)
Pesquisa por:
 Todas as palavras: 'ÓLEO DE ALGODÃO no Título' \
 Foram encontrados **4** processos que satisfazem à pesquisa. Mostrando página **1** de **1**.

Pedido	Depósito	Título	IPC
BR 10 2017 010609 8	19/05/2017	AMACIANTE TÊXTIL INDUSTRIAL À BASE DE ÓLEO DE SEMENTE/CAROÇO DE ALGODÃO E SEU PROCESSO DE OBTENÇÃO	C11D 3/382
MU 9001975-0	01/10/2010	VÁLVULA BASCULANTE APLICADA EM SISTEMA DESINTEGRADOR UTILIZADO NA EXTRAÇÃO DE ÓLEO DE CAROÇO DE ALGODÃO	B30B 9/18
C1 0604136-1	01/08/2008	SISTEMA DESINTEGRADOR APLICADO NA EXTRAÇÃO DE ÓLEO DE CAROÇO DE ALGODÃO	C11B 1/06
PI 0604136-1	29/09/2006	SISTEMA DESINTEGRADOR APLICADO NA EXTRAÇÃO DE OLEO DE CAROÇO DE ALGODÃO	C11B 1/06

Páginas de Resultados:
1

Fonte: INPI (2024)

Figura 4. Pesquisa com a palavra biolubrificante.

Instituto Nacional da Propriedade Industrial
Ministério da Economia

Consulta à Base de Dados do INPI [Início | Ajuda?]

» Consultar por: Base Patentes | Finalizar Sessão

RESULTADO DA PESQUISA (03/06/2022 às 09:18:46)
Pesquisa por:
 Todas as palavras: 'BIOLUBRIFICANTE no Título' \
 Foram encontrados **10** processos que satisfazem à pesquisa. Mostrando página **1** de **1**.

Pedido	Depósito	Título	IPC
BR 10 2019 022180 1	23/10/2019	PROCESSO DE OBTENÇÃO DE UM BIOLUBRIFICANTE A PARTIR DA HIDROESTERIFICAÇÃO ENZIMÁTICA DO ÓLEO DE MORINGA OLEIFERA LAM	C10M 101/04
BR 10 2019 001753 8	28/01/2019	ÓLEO BIOLUBRIFICANTE PARA SISTEMAS MECÂNICOS COM TEMPERATURA DE TRABALHO ATÉ 150° C	C10M 105/02
BR 10 2018 011523 5	07/06/2018	PROCESSO DE OBTENÇÃO DE BIOLUBRIFICANTE A PARTIR DE ÓLEO VEGETAL	C10M 107/00
BR 10 2016 030267 6	22/12/2016	SÍNTESE DE ÓLEO BÁSICO BIOLUBRIFICANTE OBTIDO POR REAÇÃO DE TRANSESTERIFICAÇÃO DO BIODIESEL IN SITU DA ORBIGNYA SPECIOSA	C10M 177/00
BR 10 2015 004697 9	03/03/2015	BIOLUBRIFICANTE PRODUZIDO A PARTIR DAS VÍSCERAS DE PEIXE	C07C 67/02
BR 10 2014 028962 3	08/10/2014	ÉSTER DE SOJA COMO ÓLEO BASE PARA PRODUÇÃO DE BIOLUBRIFICANTE	C10M 105/34
BR 10 2012 033554 9	28/12/2012	FLUÍDO BIOLUBRIFICANTE PARA CORTE DE PEDRAS	C10M 105/36
BR 10 2012 012323 1	23/05/2012	ÓLEO BIOLUBRIFICANTE E PROCESSO DE PRODUÇÃO	C10M 105/44
BR 10 2012 010842 9	08/05/2012	ÓLEO BIOLUBRIFICANTE DE BASE VEGETAL E PROCESSO DE PRODUÇÃO	C10M 105/02
BR 10 2012 009727 3	26/04/2012	PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE BIOLUBRIFICANTE A PARTIR DE BIODIESEL METÁLICO E BIOLUBRIFICANTE OBTIDO PELO REFERIDO PROCESSO	C10M 177/00

Páginas de Resultados:
1

Fonte: INPI (2024)

METODOLOGIA

MATERIAIS

O óleo de algodão que foi utilizado durante o procedimento trata-se de um óleo vegetal refinado de semente de algodão, com antioxidante e antiespumante, sendo adquirido

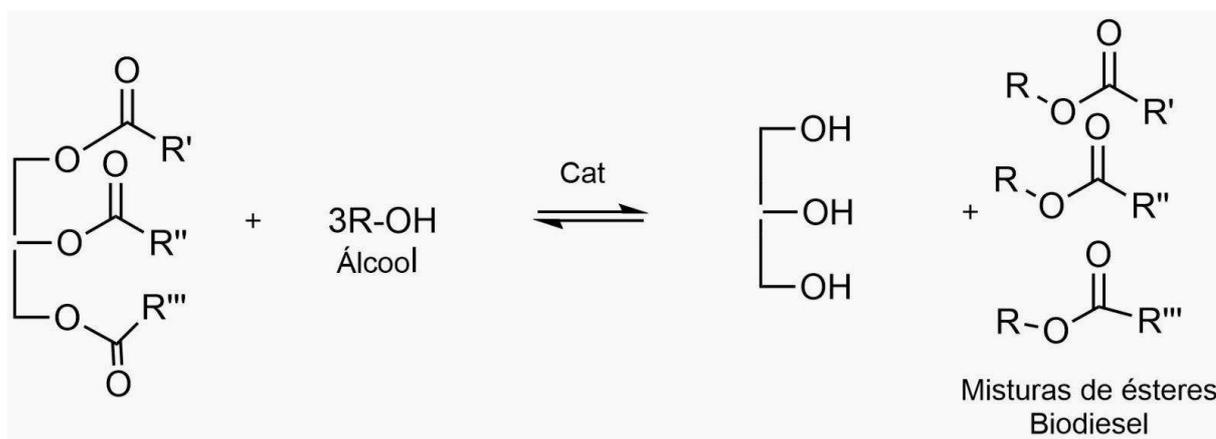
no comércio local. A amostra foi submetida aos processos de transesterificação e epoxidação.

De acordo com a embalagem do óleo utilizado, o óleo de algodão é composto por ácido linoléico (49 a 58%), ácido oléico (15 a 20%), ácido palmítico (22 a 26%), além de ácido beênico e ácido lignocérico/ácido araquídico (10%). Sua composição é rica em tocoferóis, que são uma excelente fonte de vitamina E, antioxidantes e ácidos graxos insaturados e saturados.

PROCESSO DE TRANSESTERIFICAÇÃO

Para obtenção dos ésteres metílicos, inicialmente foi feito um cálculo da massa molar do óleo de algodão a partir do seu índice de saponificação. Conhecendo-se essa massa foram calculadas as quantidades de álcool (metanol) e de catalisador (KOH) necessárias para a realização da reação. A transesterificação foi realizada usando uma razão molar óleo/álcool igual a 1:6 e 0,7% de catalisador (óleo/catalisador) (Pelanda, 2009), mantendo-se a temperatura em aproximadamente 45°C durante 1 hora (Ferrari et al., 2005), ilustrada na Figura 4.

Figura 5. Produto da reação éster



Fonte: Própria Autoria (2024)

Após a reação de transesterificação, a mistura reacional foi transferida para um funil de separação permitindo a separação das fases: superior contendo o éster etílico e inferior composta de glicerol, sabões, excesso de base e álcool. Após o tempo de espera, a fase inferior foi retirada e armazenada num recipiente próprio. Posteriormente foram feitas três

lavagens com água destilada (retirar da fase dos ésteres resíduos de glicerol e sabões) e duas lavagens com solução de HCl 0,01M (neutralizar os ésteres). Para verificar a eficiência da lavagem ácida utilizou fenolftaleína. Após as lavagens, adicionou-se sulfato de magnésio anidro para retirar a água que ainda estivesse presente nos ésteres. Em seguida, a fim de remover o metanol que poderia ainda estar presente no éster, utilizou um evaporador rotativo.

PROCESSO DE EPOXIDAÇÃO

A reação foi realizada utilizando a proporção molar de 1:1,1 éster/ácido peracético. Num balão de fundo redondo de 250 mL, foram adicionados 100g do éster metílico obtido do óleo de algodão, e gota a gota, 140 mL de ácido peracético comercial 15%. A mistura ficou sobre agitação e aquecimento a 45°C em um banho de água e gelo por 1 hora. Após o término da reação, a mistura foi transferida para um funil de separação, onde se retirou a fase inferior, correspondente ao ácido acético, e a fase superior (biolubrificante) que lavou-se duas vezes com 50 mL de bicarbonato de sódio 10% até o desprendimento total das bolhas devido à reação de neutralização.

A fim de remover a água residual, adicionou sulfato de magnésio anidro a um erlenmeyer contendo o epóxido (biolubrificante) obtido de óleo de algodão, agitando-se vigorosamente por 5 minutos e em seguida mantendo-se em repouso durante 30 minutos (Nunes *et al.*, 2008). Para remover o sulfato de magnésio, realizou uma filtração a vácuo.

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

O óleo de algodão, os ésteres metílicos de óleo de algodão (biodiesel) e o epóxido de ésteres metílicos de óleo algodão (biolubrificante), foram caracterizados por Espectroscopia no Infravermelho e RMN de ¹H e ¹³C. Os espectros de absorção na região do infravermelho foram obtidos em espectrômetro marca BOMER modelo MB-102, usando pastilhas de brometo de potássio, na faixa de 4000 – 400 cm⁻¹. Os espectros de RMN de ¹H e ¹³C foram obtidos em um equipamento GEMINI 300BB. Em tubos de ressonância de 5mm de diâmetro, foram colocados 30mg do composto a ser analisado, 0,7 mL de clorofórmio deuterado e uma gota da referência TMS (tetrametilsilano).

CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA

O óleo de algodão foi caracterizado mediante índice de acidez (AOCS Cd3d- 63), índice de iodo (AOCS Cd 1-25), índice de saponificação (AOCS Cd 3b-76), teor de sabão (AOCS Cc 17-95), índice de peróxido (AOCS Cd 8-53), densidade relativa, teor de cinzas, teor de umidade e voláteis (AOCS Da-2a-48), viscosidade dinâmica.

Os procedimentos adotados para caracterizar os ésteres metílicos obtidos após a transesterificação foram os mesmos utilizados para caracterizar o óleo comercial de algodão.

Os epóxidos de ésteres metílicos de óleo comercial de algodão foram caracterizados por meio dos índices de iodo (AOCS Cd 1-25), índice de peróxido (AOCS Cd 8-53), hidroxila (AOCS Cd 13-60) e oxigênio oxirano (AOCS D Cd 9-57), densidade relativa, teor de cinzas, viscosidade, teor de umidade e voláteis (AOCS Da-2a-48).

Todas as caracterizações descritas anteriormente foram realizadas de acordo com as técnicas descritas por Wu et al. (2000) e serão feitas em duplicatas.

Índice de Acidez

Num erlenmeyer de 250 mL, foram pesados 10g de amostra e adicionado 62 mL da mistura do solvente neutralizada (31 mL de tolueno / 31 mL de álcool isopropílico). A amostra deve estar bem dissolvida na mistura de solventes. Para facilitar esse processo, pode-se aquecer um pouco. Foram adicionados 2 a 3 gotas de indicador fenolftaleína e titulado com KOH 0,1N até obter uma coloração rosa permanente durante 30 segundos. O mesmo procedimento será repetido sem a presença de amostra para determinar o branco. O índice de acidez pode ser calculado por meio da seguinte equação:

$$\text{Índice de Acidez} = (A - B) \cdot N \cdot 56,1 / W$$

onde A: volume da solução de KOH 0,1N utilizado na titulação da amostra (mL); B: volume da solução de KOH 0,1N utilizado na titulação do branco (mL); N: normalidade da solução de KOH; W: massa da amostra(g).

Índice de Iodo

Num erlenmeyer de 250 mL, foram pesados 0,25 g de amostra, adicionado 10 mL de clorofórmio e 25 mL de solução de Wijs (girando o erlenmeyer para manter maior contato com a amostra). Em seguida, o frasco foi armazenado num local escuro a temperatura de 25°C ± 5°C, durante 30 minutos. Após esse tempo, foi adicionado 10 mL de solução de iodeto de

potássio 10%, 100 mL de água destilada e titulado com solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N, misturando-se vigorosamente. Quando a coloração marrom estava quase desaparecendo, foi adicionado 1 mL de solução indicadora de amido e titulado até o desaparecimento da coloração escura. O mesmo procedimento foi repetido sem a presença de amostra para determinar o branco. O índice de iodo pode ser calculado por meio da seguinte equação

$$\text{Índice de Iodo} = 12,6 \cdot N \cdot (A - B) / W$$

onde: N: normalidade da solução de tiosulfato de sódio; A: volume da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N utilizado na titulação do branco (mL); B: volume da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N utilizado na titulação da amostra (mL); W: massa da amostra(g).

Teor de Sabão

Num erlenmeyer de 250 mL, foi pesado 10g de amostra, adicionado 0,25 mL de água deionizada e agitado vigorosamente. Em seguida, uma solução foi preparada contendo 0,1 g do indicador bromofenol e 50 mL de acetona neutralizada. Foi adicionado no erlenmeyer contendo a amostra, 50 mL dessa solução recém-preparada e caso exista sabão, ocorre uma separação de fases e a camada superior terá uma coloração verde azulada. Então, a mistura foi titulada com uma solução de ácido clorídrico 0,01N padronizada até a viragem da coloração verde azulada para o amarelo. O mesmo procedimento foi repetido sem a presença de amostra para determinar o branco. O teor de sabão pode ser calculado por meio da seguinte equação:

$$\text{Teor de Sabão} = (A - B) \cdot N \cdot 304,4 / W$$

onde: A: volume da solução de HCl utilizado na titulação da amostra (mL); B: volume da solução de HCl utilizado na titulação do branco (mL); N: normalidade da solução de HCl; W: massa da amostra (g).

Índice de Saponificação

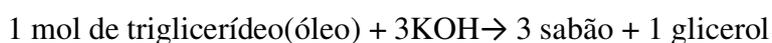
Num erlenmeyer de 250 mL foram pesados 1,2-2,2 g da amostra e adicionado 25 mL de potassa alcoólica. Esse erlenmeyer foi conectado a um condensador de bolas e o conjunto foi aquecido suavemente durante 1 hora para que a amostra fosse completamente saponificada. Em seguida, foi adicionado ao erlenmeyer algumas gotas de fenolftaleína e titulado com solução de HCl 0,5M até o desaparecimento da coloração rosa. O mesmo

procedimento foi repetido sem a presença de amostra para determinar o branco. O índice de saponificação pode ser calculado por meio da seguinte equação:

$$\text{Índice de Saponificação} = (B - A) \cdot N \cdot 56,1 / W$$

onde: A: volume da solução de HCl 0,5M utilizado na titulação da amostra (mL); B: volume da solução de HCl 0,5M utilizado na titulação do branco (mL); N: normalidade da solução de HCl; W: massa da amostra (g).

A partir do índice de saponificação, pode-se calcular a massa molar do óleo através da relação estequiométrica baseada na reação:



$$\begin{array}{l} X \text{-----} 3(56,1 \text{ g mol}^{-1}) \\ 1\text{g} \text{-----} \text{Índice de Saponificação} \end{array}$$

Índice de Peróxido

Num erlenmeyer com tampa esmerilhada de 250 mL foram pesados 3 g da amostra e adicionado 30 mL de solução ácido acético:clorofórmio 3:2 (v/v) e misturados com leve agitação. Adicionou-se 0,5 mL de solução de KI 10% e deixada em repouso por 1 minuto. Foi adicionado 30 mL de água destilada e 0,5 ml de solução de amido 1%. Titul com solução de tiosulfato de sódio 0,01 N com agitação constante até a cor azul desaparecer. O índice de peróxido pode ser calculado por meio da seguinte equação:

$$\text{Índice de Saponificação} = (B - A) \cdot N \cdot 56,1 / W$$

onde: A: volume do tiosulfato utilizado na titulação da amostra (mL); B: volume do tiosulfato utilizado na titulação do branco (mL); N: normalidade da solução de Na₂S₂O₃; W: massa da amostra (g).

Densidade Relativa

Num picnômetro de 5mL previamente pesado, será adicionado aproximadamente 5 mL de água destilada e pesado. Em seguida foi adicionado aproximadamente 5 mL da amostra e pesado. O cálculo da densidade foi feito de acordo com a expressão:

$$d_x = m_x / m_{\text{água}}$$

onde: d_x : densidade relativa da amostra; m_x : massa da amostra (g); $m_{\text{água}}$: massa da água(g).

Teor de cinzas

Com auxílio de uma estufa a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, a cápsula de porcelana foi secada durante 1 hora. Após esse período, ela foi colocada no dessecador para esfriar. Então, a cápsula vazia foi pesada e adicionado aproximadamente 6 g de amostra. A placa com a amostra foi levada à mufla a $550^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 4 horas. Após esse período, ela foi colocada no dessecador para esfriar. Então, a cápsula com a amostra foi pesada. O teor de cinzas pode ser calculado por meio da seguinte equação:

$$\% \text{ Cinzas} = [(C - B)/A] \cdot 100$$

onde: A = massa da amostra; B = cápsula de porcelana + amostra após mufla; C = cápsula de porcelana + amostra antes da mufla.

Teor de Umidade e Voláteis

Com o auxílio de uma estufa a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, a placa de Petri foi secada durante 1 hora. Após esse período, ela foi colocada no dessecador para esfriar. Então, a placavazia foi pesada e adicionado aproximadamente 6 g de amostra. A placa com a amostra foi levada à estufa a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ por 1 hora. Após esse período, ela foi colocada no dessecador para esfriar. Então, a placa com a amostra foi pesada. O teor de umidade e voláteis pode ser calculado por meio da seguinte equação:

$$\% \text{ Umidade e Voláteis} = [(C - B)/A] \cdot 100$$

onde: A = massa da amostra; B = Placa + amostra após estufa; C = Placa + amostra antes da estufa.

Viscosidade Dinâmica

Para determinação da viscosidade foi utilizado um viscosímetro marca Quimis modelo Q860M26. Esse equipamento dispõe de cinco rotores distintos entre si em relação ao diâmetro, sendo que para o óleo de algodão será utilizado o rotor nº 2 e para os ésteres metílicos e etílicos e os epóxidos, o rotor nº 1. A viscosidade foi determinada a 40°C . O aquecimento da amostra foi promovido por meio de uma chapa de aquecimento, a temperatura foi medida por um sensor que acompanha o produto.

Índice de Hidroxila

Para a determinação do Índice de Hidroxila, será pesado em um balão de fundo redondo de 250 mL, 10g da amostra do epóxido de óleo de algodão, adicionado 5 mL do reagente piridina/anidrido acético (3/1 volume) e colocando-se o balão num banho-maria por 1 hora sobre refluxo. Após o aquecimento, serão adicionados 10 mL de água por meio do condensador para o balão e aquece-se em banho-maria com tempo adicional de 10 minutos em refluxo. Serão utilizados 25 mL de álcool butílico para lavagem interna do condensador e os lados do balão. Por fim, será adicionado 1 mL de solução indicador de fenolftaleína e titulado com potassa alcoólica 0,5 M até a coloração rosa. O mesmo procedimento será realizado sem a presença do epóxido para se obter o branco.

Paralelamente ao experimento anterior, será pesado 9g do epóxido num erlenmeyer para a determinação da acidez. Adicionado 10 mL de piridina e 1mL de solução indicadora de fenolftaleína. A mistura foi titulada com potassa alcoólica 0,5 M até a coloração ficar rosa. O índice de hidroxila foi determinado pela seguinte expressão:

$$\text{Índice de Hidroxila} = [B + (W \cdot A/C) - S] \cdot N \cdot 56,1 / W$$

onde: A: volume da solução de KOH para titulação de acidez, em mL; B: volume da solução de KOH para titular o branco, em mL; C: massa da amostra usada para a titulação da acidez, em g; S: volume da solução de KOH para titular a amostra acetilada, em mL; W: massa da amostra usada para acetilação, em g; N: normalidade ou molaridade da potassa alcoólica.

Teor de Oxigênio Oxirano

Na determinação do oxigênio oxirano, será pesado 0,3-05 g da amostra do epóxido em um erlenmeyer de 250 mL, e então, adicionado 10 mL de ácido acético glacial sob agitação até total dissolução. Em seguida, será adicionado 5 gotas do indicador violeta cristal (solução 0,1% em ácido acético glacial) e o sistema será agitado. Por fim, a mistura será titulada com uma solução de ácido bromídrico 0,1 M até que a solução passe para coloração azul esverdeada permanente por 30 segundos. O volume gasto na titulação foi anotado. O cálculo do oxigênio oxirano foi realizado de acordo com a expressão:

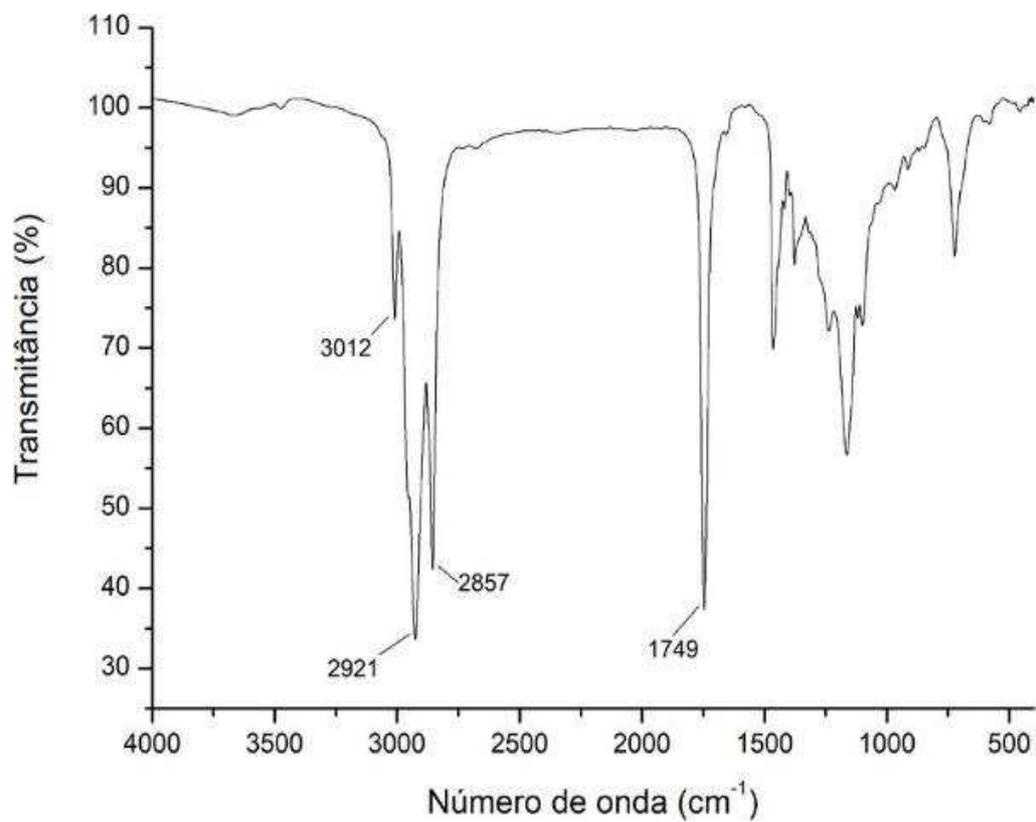
$$OO\% = 4,3 \cdot V \cdot M/W$$

onde: OO%: porcentagem do teor de epóxido, %; V: volume gasto na titulação em mL; M: molaridade da solução de ácido bromédrico; W: massa da amostra de epóxido em g.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

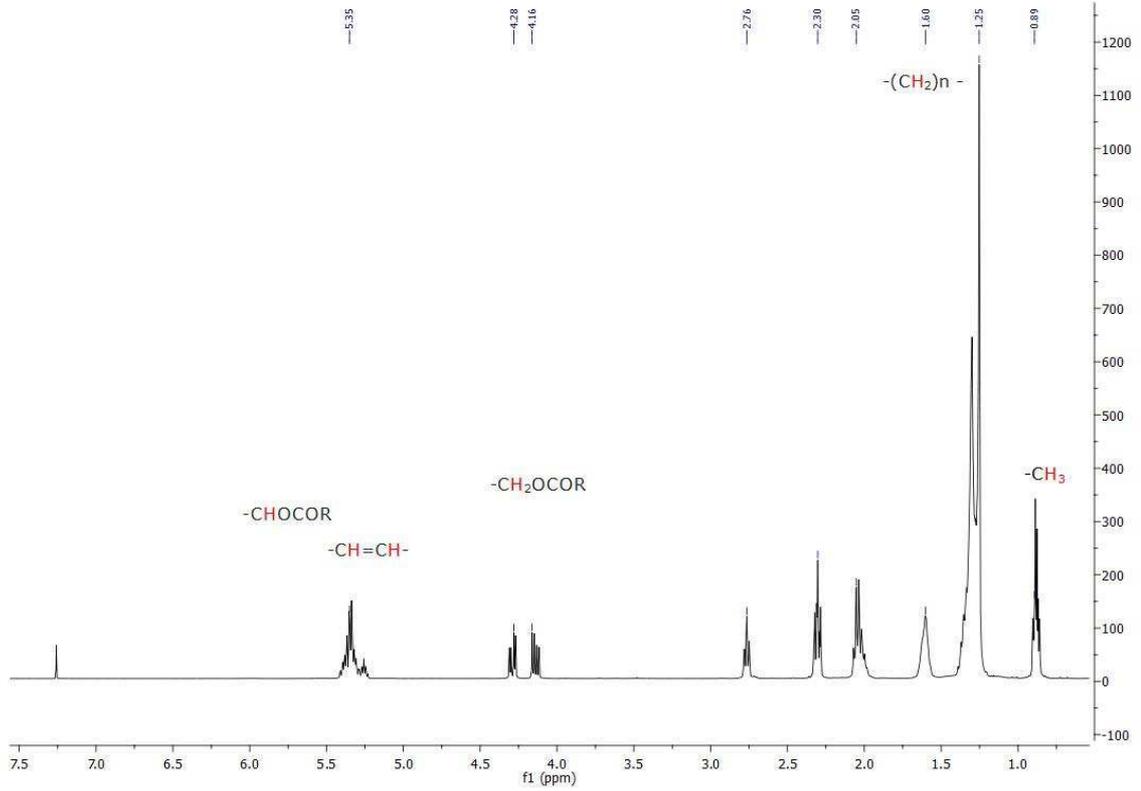
Para conhecer adequadamente a composição do óleo utilizado foram realizadas análises químicas. A caracterização espectroscópica do óleo de algodão mostraram que os espectros de Infravermelho e RMN de H^1 e C^{13} corroboraram com as estruturas esperadas. O espectro de IV (Figura 6) apresenta banda forte e intensa em torno de 1740cm^{-1} característica de carbonila de éster, além disso apresenta banda forte em torno de 3000cm^{-1} referente aos estiramentos simétricos e assimétricos de ligações C-H sp^2 , corroborando com a estrutura. O espectro de RMN de H^1 (Figura 7) apresenta nove sinais quimicamente diferentes com somatório de integrais igual a 30 correspondendo ao número provável de hidrogênios na estrutura estando de acordo com o proposto, além disso o espectro apresenta sinal do tipo duplete em torno de 1,5ppm referente a cadeia de hidrocarbonetos da estrutura do óleo. O espectro de RMN de C^{13} apresenta nove sinais quimicamente diferentes tendo um somatório de integrais de 41 estando de acordo com o composto esperado (Figura 8). Os espectros em questão corroboraram com o trabalho de Moawia e colaboradores (2019).

Figura 6. Espectro de Infravermelho do óleo de algodão.



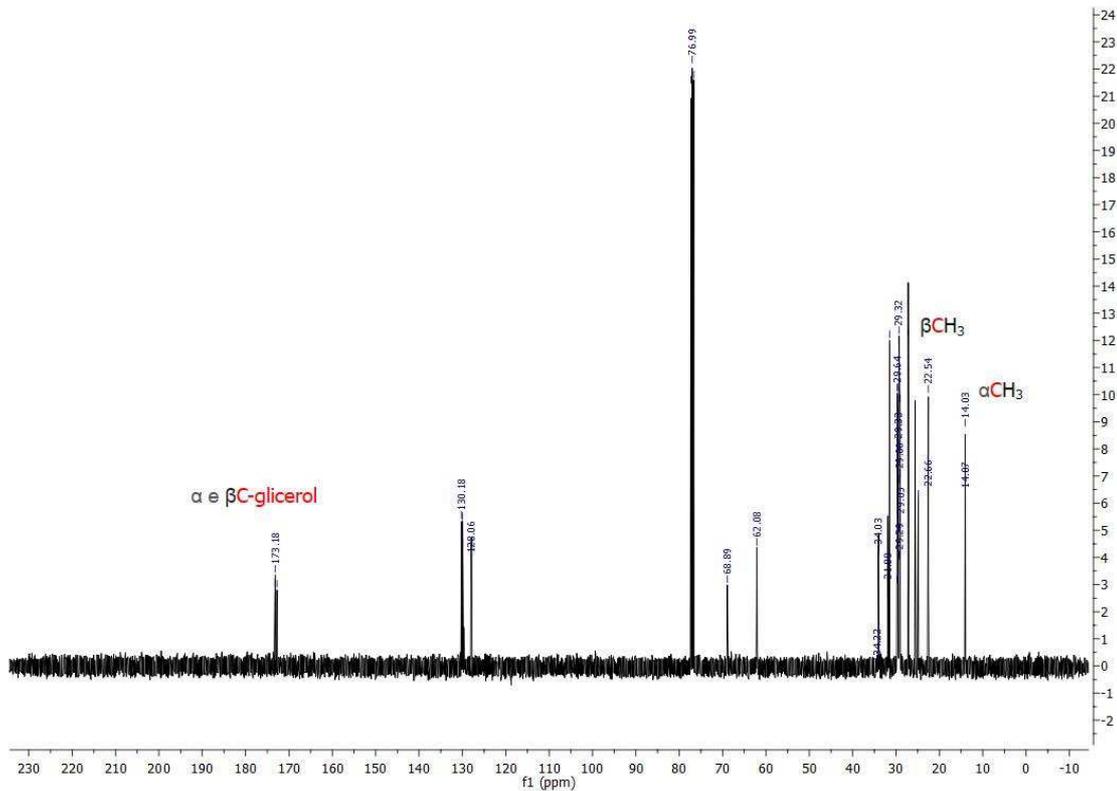
Fonte: Própria autora (2024)

Figura 7. Espectro de RMN de H^1 de Óleo de Algodão.



Fonte: Própria autora (2024)

Figura 8. Espectro de RMN de C^{13} do óleo de algodão.



Fonte: Própria autora (2024)

Os parâmetros físico-químicos do óleo de algodão estão listados na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros físico-químicos da matéria-prima.

Parâmetros	Óleo	Padrões Anvisa ^{1,2}
Aspecto	Amarelo límpido	Límpido e isento de impurezas
Umidade e Voláteis (%)	0,09	≤ 0,1
Cinzas (%)	0,03	---
Densidade (g/cm ³)	0,916	0,919 - 0,925
Índice de acidez (mg KOH/g óleo)	0,166	≤ 0,6
Índice de iodo (g I ₂ /100g óleo)	102,1	96 - 115
Teor de sabão (ppm de oleato de sódio)	0,21	≤ 10
Índice de saponificação (mg KOH/g óleo)	24,6	189 - 195
Índice de peróxido (meq/Kg)	0,007	≤ 10
Massa molar aproximada (g/mol)	856	---
Viscosidade Cinemática a 40°C (mm ² /s)	38,52	---

Fonte: Dados da Pesquisa, 2023; ¹BRASIL, 2021; ²BRASIL, 2006.

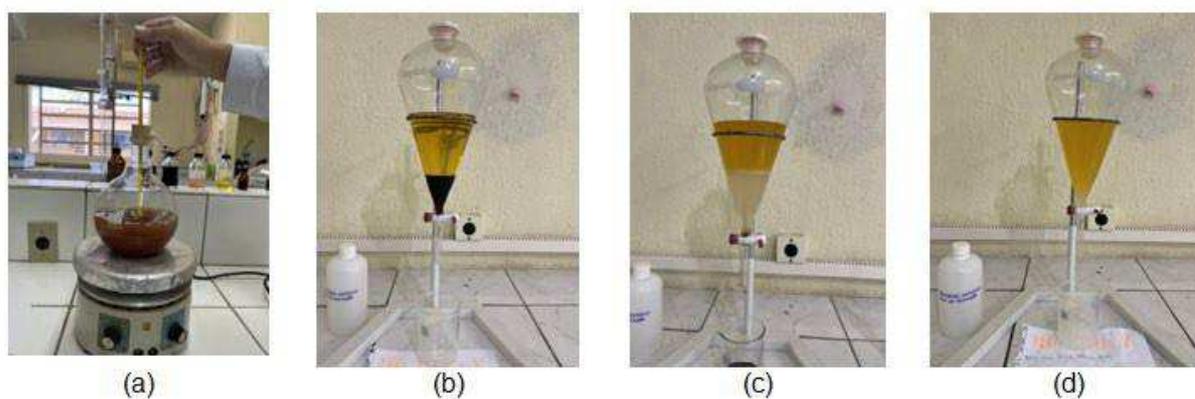
Pela Instrução Normativa n° 49/2006 da ANVISA o óleo de algodão apresentou no parâmetro de umidade e voláteis um valor abaixo dos padrões estabelecidos, mostrando-se

dentro do valor padrão. O teor de umidade e voláteis tem a capacidade de indicar a quantidade de água presente no óleo em análise, logo o valor apresentado é adequado para a produção de biodiesel. O teor de cinzas apresentou um valor de 0,03% que quando comparado ao trabalho de Tofanini (2004) ficou perceptível que seu valor foi um pouco elevado em relação aos óleos de soja, girassol, milho e arroz. Pode-se observar que a densidade do óleo não se encontra dentro dos parâmetros estabelecidos pela ANVISA, uma vez que sua densidade devia estar entre os valores de 0,919 a 0,925 g/cm³. O índice de acidez exibiu um valor de acordo com o padrão da legislação, no qual é através deste que o estado de conservação do óleo, ou seja, sua pureza e qualidade são determinadas. Ainda pela resolução normativa tida como referência anteriormente, o índice de iodo deve estar entre os valores de 96 a 115 e o óleo de algodão evidenciou um valor igual a 102,2 g I₂/100g óleo, estando de acordo com a normativa padrão. O índice de saponificação estabelecida no mesmo caminho da normativa frisa que este deveria estar entre os valores de 189-195, porém o óleo vegetal em estudo apontou um valor igual a 24,6 mg KOH/g óleo, valor abaixo do permitido, que pode indicar a presença de triglicerídeos de cadeia longa. O óleo mostrou um valor de 0,21ppm para o teor de sabão, um valor pequeno e dentro dos padrões estabelecidos pela ANVISA. O índice de peróxido tem a função de determinar o nível de oxidativo dos óleos e gorduras, uma vez que, os peróxidos são os produtos que são primeiro formados da oxidação lipídica. Assim, o valor do óleo de girassol deste trabalho foi de 0,007 meq/kg menor que o valor ditado pela ANVISA que determina que seu resultado deve ser igual ou menor a 10 meq/kg. Valor menor que o apresentado no trabalho de Ramos *et al.* (2021), isto é, o presente trabalho denotou menor grau oxidativo quando comparado ao óleo de mamona que foi de 0,513 meq/kg. Sabendo que o índice de saponificação foi relacionado com a massa molar do óleo e quanto maior o índice de saponificação menor a massa molar do triglicerídeo, obtivemos um valor de massa igual a 856 g/mol. A viscosidade de um fluido é importante quando se quer utilizar um óleo para produção de outros materiais, pois, a viscosidade está relacionada a resistência ao escoamento de um fluído, e varia conforme a temperatura. O óleo de algodão deste trabalho obteve um valor igual a 38,52 mm²/s, este valor é menor e maior que alguns óleos da pesquisa de Brock (2008), como o de oliva com 37,8 mm²/s e girassol 29,1 mm²/s, respectivamente.

Os óleos vegetais não podem ser utilizados diretamente nos automóveis, tendo que ser submetido a reações específicas. A reação de transesterificação é de caráter reversível, sendo necessário um excesso de álcool na reação para aumentar o rendimento de alquil ésteres e permitir a formação de uma fase separada de glicerol. O processo de transesterificação do óleo de algodão (Figura 9) apresentou um rendimento de 96%. Esse resultado pôde ser

satisfatório devido ao uso do álcool (por ser reativo), como também do catalisador e do óleo utilizado para a produção do éster metílico.

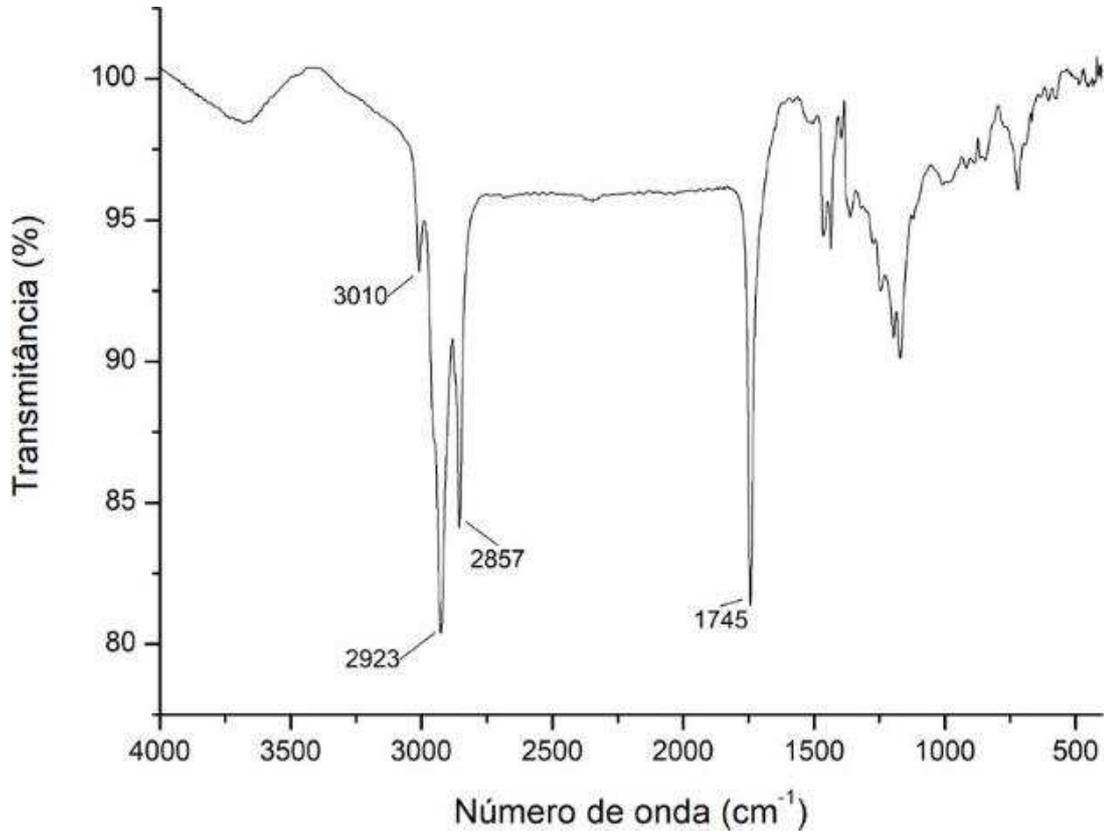
Figura 9. Processo de produção do éster metílico: (a) síntese; (b) processo de decantação; (c) e (d) processo de lavagem.



Fonte: Própria autora (2024)

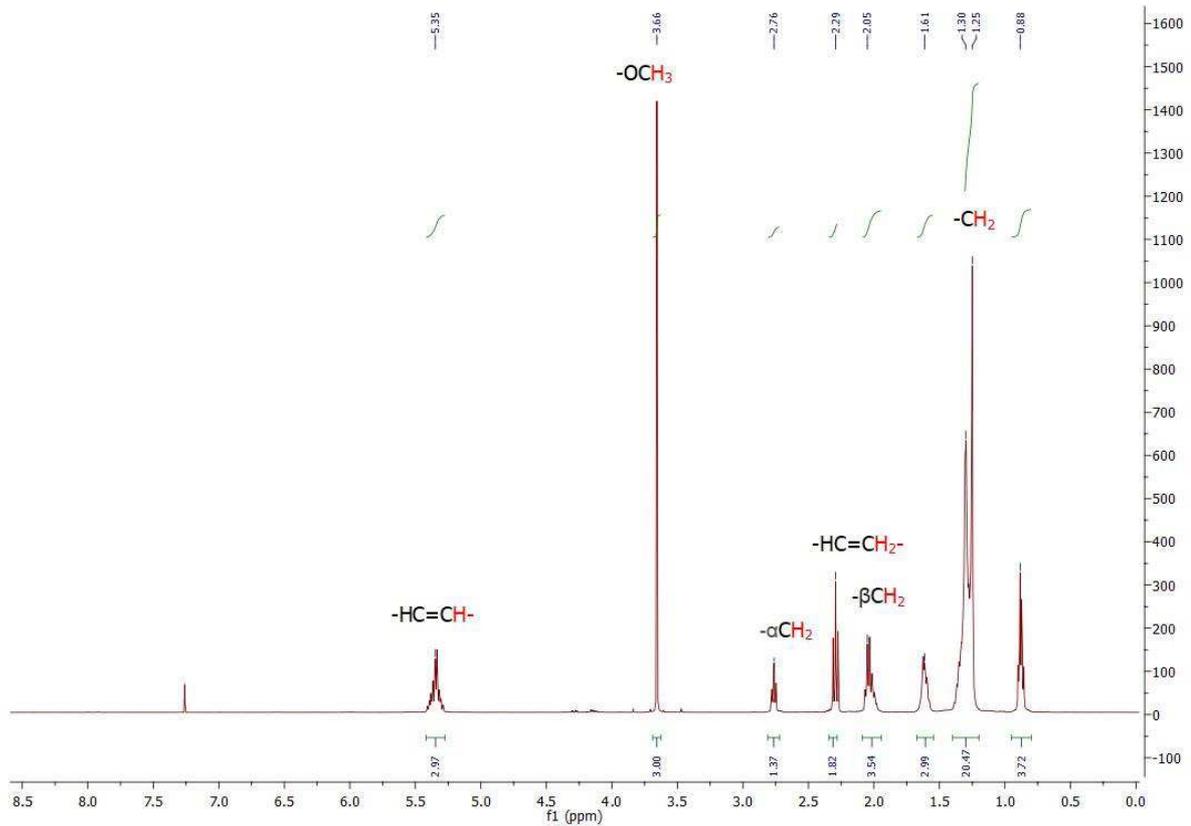
A caracterização espectroscópica dos ésteres metílicos óleo de algodão mostraram que os espectros de Infravermelho e RMN de H^1 e C^{13} corroboraram com as estruturas esperadas. O espectro de IV do éster metílico de algodão (Figura 10) apresenta banda forte e intensa em torno de 1745cm^{-1} característica de carbonila de éster, além disso apresenta banda forte em torno de 3000cm^{-1} referente aos estiramentos simétricos e assimétricos de ligações C-H sp^3 , corroborando com a estrutura. Espectro de RMN de H^1 (Figura 11) apresenta nove sinais quimicamente diferentes com somatório de integrais igual a 30 correspondendo ao número provável de hidrogênios na estrutura estando de acordo com o proposto. Além disso, houve o surgimento do sinal do tipo simpleto em torno de 3,5ppm referente a banda do hidrogênio ligado ao oxigênio da função éster. O espectro de RMN de C^{13} do biodiesel (Figura 12) apresenta surgimento de sinal desblindado do tipo simpleto em torno de 180ppm referente ao carbono diretamente ligado ao oxigênio da função éster, desta forma está de acordo com o composto esperado corroborando com a pesquisa de Moawia e colaboradores (2019).

Figura 10. Espectro de Infravermelho do éster metílico de óleo de algodão.



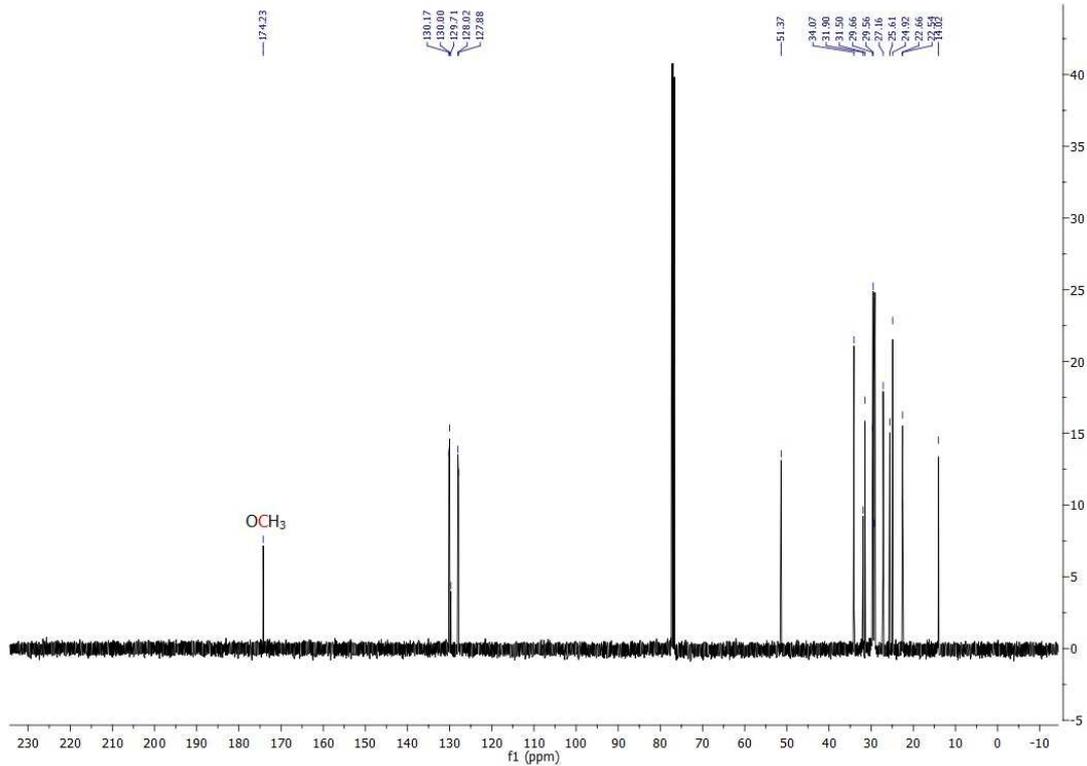
Fonte: Própria autora (2024)

Figura 11. Espectro de RMN de H¹ do éster metílico de óleo de algodão.



Fonte: Própria autora (2024)

Figura 12. Espectro de RMN de C^{13} do éster metílico de óleo de algodão.



Fonte: Própria autora (2024)

As propriedades físico-químicas do biodiesel metílico de óleo de algodão estão listadas na Tabela abaixo.

Tabela 2. Parâmetros físico-químicos dos ésteres metílicos de óleo de algodão.

Parâmetros	Ésteres de óleo	Padrões ANP ¹
Aspecto	Amarelo límpido	Límpido e isento de impurezas
Umidade e Voláteis (%)	0,019	0,02
Cinzas (%)	0,018	0,02
Densidade (g/cm ³)	0,870	0,850-0,900
Índice de acidez (mg KOH/g óleo)	0,056	≤ 0,5
Índice de iodo (g I ₂ /100g óleo)	91,7	Anotar
Teor de sabão (ppm de oleato de sódio)	0,24	-----
Índice de Saponificação (mg KOH/g óleo)	61,7	-----
Índice de Peróxido (meq/Kg)	0,010	-----
Viscosidade Cinemática a 40°C (mm ² /s)	4,68	3,0 – 6,0

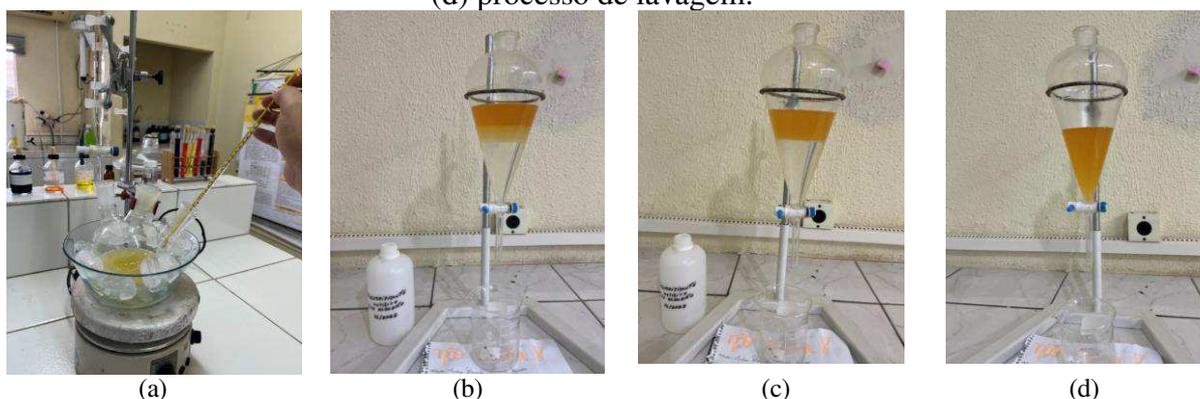
Fonte: Dados da Pesquisa, 2023; ¹BRASIL, 2014.

A Resolução nº 45/2014 da Agência Nacional de Petróleo e Biocombustíveis (ANP) estabelece um padrão de 0,02% de umidade e voláteis para ésteres de óleo. O biodiesel derivado do óleo de algodão apresentou um valor igual a 0,019% mostrando que está dentro dos padrões estabelecidos. Da mesma forma, o teor de cinzas evidenciou um resultado de 0,018% incluso nos padrões tidos como referência. Neste sentido, é importante que esteja dentro dos padrões, pois este é influenciável no funcionamento dos motores dos automóveis. A densidade por sua vez mostrou um valor de 0,870 g/cm³ igual a densidade do éster metílico a partir do óleo de soja encontrado no trabalho de Botelho (2016), além de estar nos padrões da ANP. O índice de acidez denotou resultado acordante com a Agência Nacional de Petróleo igual a 0,056 mg KOH/ g amostra, ademais seu valor foi menor que o trabalho de Rockembach *et al.*, (2014). O índice de iodo remete ao grau de insaturações do biodiesel, servindo como um indicativo da capacidade de resistência à oxidação do produto e tendência à formação de produtos de degradação. Para o biodiesel derivado do óleo de algodão, o índice de iodo teve como valor 91,7 menores que aqueles destacados na literatura que podiam chegar até 170,04 g I₂/ 100g óleo, concordando que seu grau de insaturações não foi tão excedente. O teor de sabão presente no biodiesel implica consequências nos motores quando em valores elevados, acarretando a corrosão. O biodiesel exibiu um valor de 0,24 ppm maior que o de Ramos *et al.* (2021) que foi de 0,184 ppm para o éster metílico do óleo de mamona e menor que o de Cruz (2022) que foi de 1,78 ppm para biodiesel de óleo de soja usado. O índice de peróxido demonstra o grau de degradação tanto dos óleos vegetais como do biodiesel, onde pode ser observada essa mudança na coloração, por exemplo. Uma vez que durante as fases iniciais de oxidação (degradação), a concentração de hidroperóxidos continua a ser muito baixo, até que um determinado intervalo de tempo, esse nível aumenta, sinalizando o início da oxidação rápida (OLIVEIRA *et al.*, 2015). Assim o índice de peróxido do éster metílico de óleo de algodão foi de 0,01 meq/kg, no qual segundo Melo (2010) o maior valor é o da amostra de oiticica, e os menores são de gergelim, linhaça, e semente de uva, onde respectivamente são, 0,09, 0,20 e 0,26 meq/kg. Medidas de viscosidade dos combustíveis são realizadas, pois são de grande importância na caracterização do combustível e na avaliação dos sistemas de bombeamento e injeção do combustível (TEIXEIRA *et al.*, 2013). Deste modo, o biodiesel apresentou valor igual a 4,68 mm²/s concordando estar entre os intervalos de 3,0-6,0 mm²/s, estabelecidos pela ANP.

O processo de epoxidação dos ésteres metílicos do óleo de algodão para produção

do biolubrificante proporcionou um rendimento de 98%. Os resultados obtidos mostram que é possível obter epóxidos a partir de ésteres do óleo e que a taxa de conversão está associada ao tempo, a quantidade de ácido peracético usado e ao óleo vegetal empregado. O processo está ilustrado na Figura 13.

Figura 13. Processo de produção do epóxido: (a) síntese; (b) processo de decantação; (c) e (d) processo de lavagem.



Fonte: Própria autora (2024)

O processo de epoxidação consiste de diversas reações exotérmicas que ocorrem em fases líquidas distintas, com transferência de massa entre as fases. Devido à alta reatividade do anel oxirano, os óleos epoxidados são intermediários potenciais de uma série de produtos para a indústria química. Atualmente os óleos epoxidados vêm sendo preparados em escala industrial com ácido peracético.

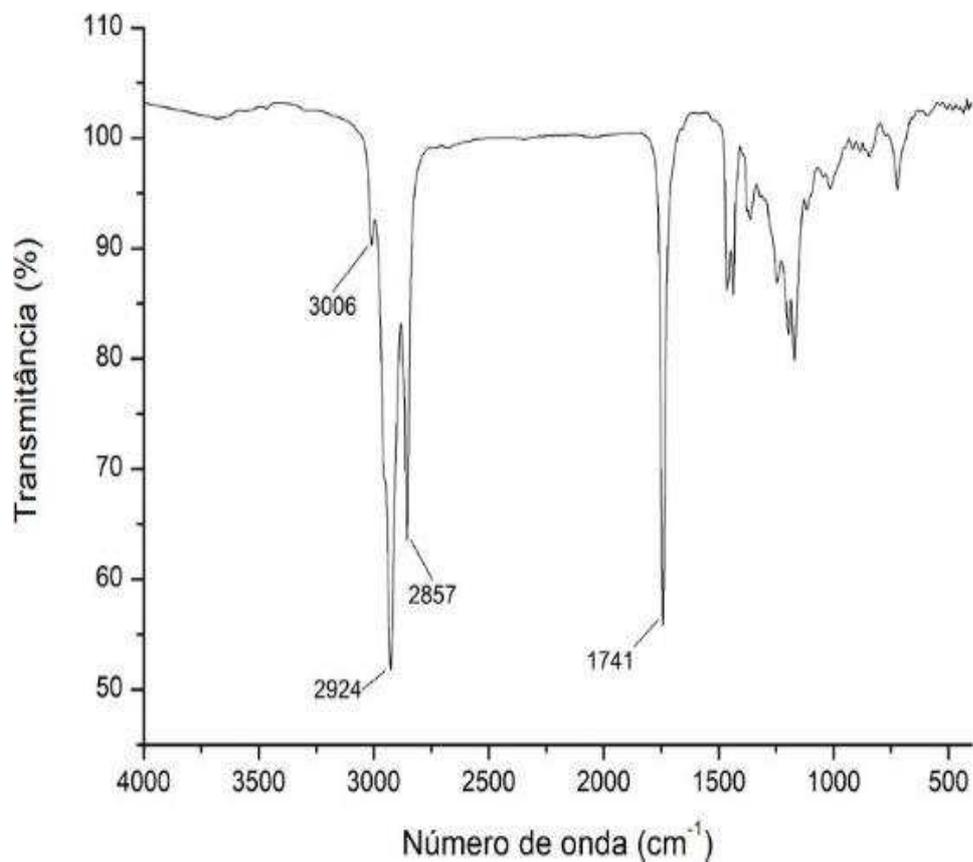
A caracterização espectroscópica dos epóxidos metílicos óleo de algodão mostraram que os espectros de Infravermelho e RMN de H^1 e C^{13} corroboraram com as estruturas esperadas. O espectro de IV do biolubrificante (Figura 14) apresenta banda forte e intensa em torno de 1741cm^{-1} característica de carbonila de éster evidenciando que ocorreu uma epoxidação parcial, além disso apresenta banda forte em torno de 3000cm^{-1} referente aos estiramentos simétricos e assimétricos de ligações $C-H\ sp^3$, corroborando com a estrutura. Espectro de RMN de H^1 (Figura 15) apresenta oito sinais quimicamente diferentes com somatório de integrais igual a 43 correspondendo ao número provável de hidrogênios na estrutura estando de acordo com o proposto. Também é possível observar o surgimento de sinais do tipo duplete que corresponde aos hidrogênios vicinais ao carbono do anel epóxido, além de dois sinais em torno de 2,8ppm referente aos hidrogênios do anel epóxido.

O espectro de RMN de C^{13} do biolubrificante (Figura 16) apresenta dois sinais desblindados em torno de 130ppm referente aos carbonos do anel epóxido, evidenciando

que a reação ocorreu e estando de acordo com o composto esperado.

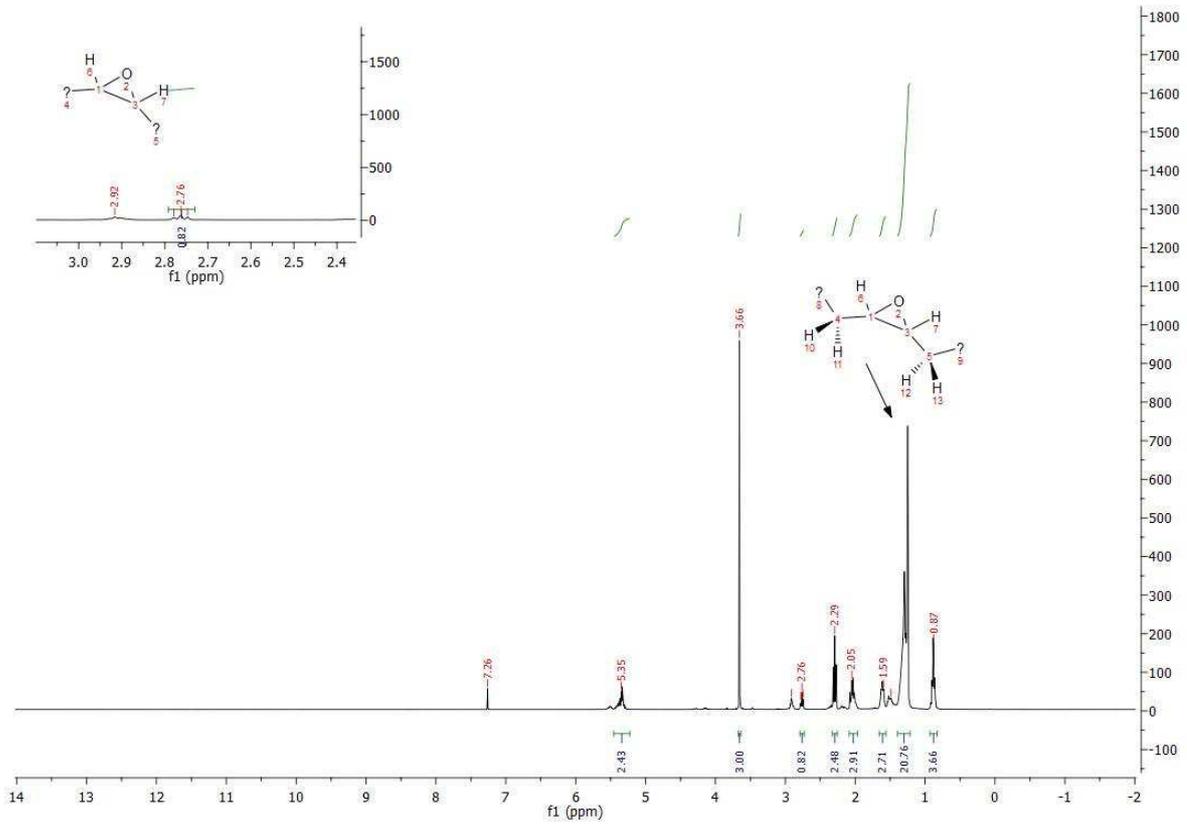
É importante destacar que, os espectros de infravermelho do óleo, do biodiesel e do biolubrificamente apresentam características parecidas devido a estrutura dos ácidos graxos presentes no óleo se assemelharem aos demais produtos, além disso, devido o número de ácidos graxos presentes no óleo ser alto, a epoxidação pode não ser completa sendo denotado pela presença da banda de carbonila do éster e do aumento da intensidade do sinal de ligação C-O em torno de 1400cm^{-1} denotando que houve formação do epóxido.

Figura 14. Espectro do infravermelho do biolubrificante.



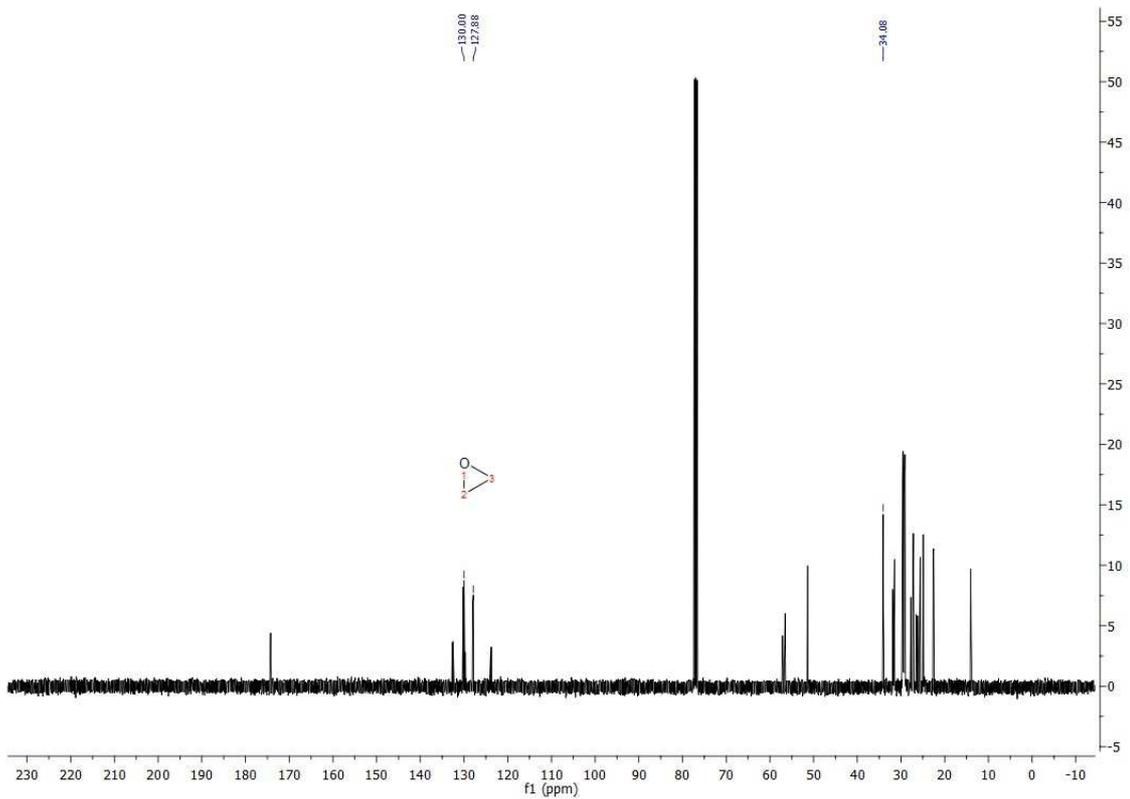
Fonte: Própria autora (2024)

Figura 15. Espectro de RMN de H^1 do biolubrificante.



Fonte: Própria autora (2024)

Figura 16. Espectro de RMN de C^{13} do biolubrificante.



Fonte: Própria autora (2024)

As propriedades físico-químicas do epóxido formado (biolubrificante) estão listadas na Tabela 3.

Tabela 3. Parâmetros físico-químicos dos epóxidos metálicos de óleo de algodão.

Parâmetros	Époxido
Aspecto	Amarelo límpido
Umidade (%)	1,48
Cinzas (%)	0,032
Densidade (g/cm ³)	0,895
Índice de acidez (mg KOH/g óleo)	0,982
Índice de iodo (g I ₂ /100g óleo)	40,3
Teor de sabão (ppm de oleato de sódio)	0,45
Índice de Saponificação (mg KOH/g óleo)	60,2
Índice de Peróxido (meq/Kg)	0,006
Índice de hidroxila	5,59
Oxigênio oxirano	9,46
Viscosidade Cinemática a 40°C (mm ² /s)	9,78

Fonte: Dados da Pesquisa, 2024.

O teor de umidade mostrou um valor maior do que o determinado no trabalho de Oliveira (2013) que foi de 0,1%. A umidade não deve ser alta, pois pode causar problemas nas peças dos automóveis. O teor de cinzas, que expressa os resíduos inorgânicos não combustíveis resultantes após a queima do biolubrificante, por sua vez, encontra-se menor do que a pesquisa de Pereira (2022) mostrando que há poucos materiais inorgânicos presentes no epóxido. É válido um teor de cinzas baixo devido a abrasão que estes podem causar aos motores quando em níveis elevados. A densidade está na faixa dos valores encontrados no trabalho de Cruz (2022) que varia de 0,953 g/cm³ para o óleo usado e 0,960 g/cm³ para o óleo refinado. No que se refere ao índice de acidez ao qual determina a quantidade de KOH em mg necessários para neutralizar 1 g de óleo, o índice de acidez do biolubrificante foi 0,982 mg KOH/ g óleo, menor que a acidez do epóxido que se encontra no trabalho de Rodrigues (2013). Neste sentido, acidez de um lubrificante relaciona-se com a corrosão das superfícies metálicas, quanto menor seu índice melhor em relação a não corrosão dos equipamentos. O índice de iodo responsável por medir o grau de insaturação dos ácidos graxos teve como comparativo o trabalho de Oliveira (2013), no qual apresentou um índice elevadíssimo de 40,3 (g I₂/ 100g óleo). Já o índice de saponificação indica a quantidade

relativa de ácidos graxos de alto e baixo peso molecular. O parâmetro de saponificação se mostrou um valor muito menor quando comparado ao resultado obtido do óleo usado pela pesquisa de Cruz (2022). Por sua vez, o valor do teor de sabão foi de 0,45 ppm, este valor pode indicar que existe o aparecimento de poucas quantidades de resíduos do catalisador alcalino utilizado para a reação. O índice de peróxidos pode ser usado como uma estimativa do grau de degradabilidade de um biolubrificante, podendo ser considerado como dado auxiliar na aceitação dos mesmos. O índice de peróxido mostrou um excelente resultado igual a 0,006 meq/kg, indicando pouca presença em relação aos peróxidos. Ademais, o índice de peróxido do epóxido de óleo de algodão foi melhor quando comparado aos trabalhos de Cruz (2022) que teve um valor de 0,041 meq/kg e Pereira (2022) 0,50 meq/kg.

O índice de hidroxila é usado para afirmar se houve a hidrólise do anel oxirano. Este índice, no presente estudo, apontou valor igual a 5,59 mg KOH/g óleo no epóxido de óleo de algodão apresentando menor valor quando comparado ao de Macedo *et al.* (2021) que foi de 23,4 mg KOH/g óleo para o epóxido metílico de óleo residual e 21,8 mg KOH/g óleo para o biolubrificante etílico do óleo residual. Esses valores do índice de hidroxila revelam o aparecimento de hidroxilas no epóxido, e isso pode ser congruente a elevada concentração de ácido peracético empregada para a reação de epoxidação. Em relação ao oxigênio oxirano, obteve-se 9,46%, um indicativo de que a reação de epoxidação ocorreu. Para Baltacioglu e Balkose (1999), a reação para ter sido efetiva deve ter um resultado de oxigênio oxirano baixo, mas não acima de 6,3%. Já o aumento da viscosidade cinemática dos epóxidos, no que se refere aos ésteres metílicos, indica a confirmação da reação de conversão das ligações duplas em anéis oxiranos. Como sucedeu a hidrólise dos anéis oxiranos, esse valor da viscosidade pode ser consequência disso, uma vez que, as ligações de hidrogênios formadas impossibilitam o escoamento do biolubrificante.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

A reação de transesterificação do óleo de algodão proporcionou ésteres metílicos que apresentam a maioria de suas propriedades físico-químicas em concordância com os parâmetros estabelecidos pela Agência Nacional do Petróleo e Biocombustíveis. As análises químicas destes ésteres evidenciaram a realização do processo, que obteve alto rendimento de 96%.

O biolubrificante obtido pela epoxidação dos ésteres do óleo de algodão apresentou propriedades específicas e semelhantes a valores encontrados na literatura que evidenciam

suas propriedades fluidas. O índice de oxirano e o teor de hidroxilas associado as análises espectroscópicas evidenciaram que o processo ocorreu de forma adequada, além de um bom rendimento equivalente a 98%.

O presente trabalho foi realizado através da aplicação das reações de transesterificação e epoxidação, a produção de um éster metílico provindo do óleo de algodão e um epóxido metílico de óleo de algodão. Logo, também é válido para o futuro a possibilidade de fazer testes em equipamentos quanto a utilização do material obtido nesta pesquisa. Ademais, adequando-se como uma maneira de substituir os combustíveis e lubrificantes de fontes fósseis derivados do petróleo, e como consequência, amenizando o impacto ambiental e favorecendo seu equilíbrio.

REFERÊNCIAS

AGU, Chinedu Matthew et al. Produção de éster metílico a partir de óleo de algodão via processo de transesterificação catalítica; caracterização, composição de ácidos graxos, cinética e estudo termodinâmico. *Química Sustentável para o Meio Ambiente*, v. 5, p. 100064, 2024.

ARBAIN, N. H.; SALIMON, J. Synthesis and Characterization of Ester Trimethylolpropane Based JatrophaCurcas Oil as Biolubricant Base Stocks. *Journal of Science and Technology*, v.2, n.2, p. 47–58, 2010.

BAÚ, Wesller. Avaliação do uso de óleo residual de algodão na produção de biodiesel. 2022.

BELTRÃO, N. E. M. **O Agronegócio do Algodão no Brasil**. Campina Grande: EMBRAPA, 1999.

BOTELHO, C. N. **Purificação a seco do biodiesel utilizando argilas e zeólitas naturais**. Trabalho de Conclusão de Curso (Química). Universidade Federal do Maranhão, São Luís, 2016.

BRASIL. ANP - Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. **Resolução ANP Nº 45 DE 25/08/2014**. Dispõe sobre a especificação do biodiesel contida no Regulamento Técnico ANP nº 3 de 2014 e as obrigações quanto ao controle da qualidade a serem atendidas pelos diversos agentes econômicos que comercializam o produto em todo o território nacional. *Diário Oficial da União*, Seção 1. Brasília, 2014.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa Nº 49 de 22 de dezembro de 2006**. Aprova o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade dos Óleos Vegetais Refinados; a Amostragem; os Procedimentos Complementares; e o Roteiro de Classificação de Óleos Vegetais Refinados. *Diário Oficial da União*, Seção 1. Brasília, 2006.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Instrução Normativa Nº 87 de 15 de Março de 2021**. Estabelece a lista de espécies vegetais autorizadas, as designações, a composição de ácidos graxos e os valores máximos de acidez e

de índice de peróxidos para óleos e gorduras vegetais. Diário Oficial da União, edição 51, Seção 1, p. 261. Brasília, 2021.

BROCK, J. Determinação experimental da viscosidade e condutividade térmica de óleos vegetais. **Food Science and Technology**, v. 28, p. 564-570, 2008.

CARDOSO, K. P. Óleo de pinhão-manso e fluido de corte emulsionável: estabilidade oxidativa e propriedades lubrificantes. Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2012.

CONCEIÇÃO, M. et al. Evaluation of the oxidative induction time of the ethilic castor biodiesel. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 97, n. 2, p. 643–646, 6 ago. 2009.

CRUZ, J. F. S. **Química e sustentabilidade: análise comparativa da obtenção de lubrificantes biodegradáveis pela epoxidação do óleo de soja comercial e usado em fritura**. Trabalho de conclusão de curso (Química). Universidade Federal de Campina Grande, Cuité/PB, 2022.

DANTAS, H. J. Estudo termoanalítico, cinético e reológico de biodiesel derivado do óleo de algodão. Dissertação de mestrado (Programa de Pós-Graduação em Química). UFPB, João Pessoa, 2006.

EREDA, T. **Epoxidação de óleos vegetais, visando a obtenção de lubrificantes industriais**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná, Curitiba, 2004.

FARIAS, Higor Henrique. Epoxidação etílica do óleo de pinhão-manso para obtenção de lubrificante biodegradável. 2023.

FERRARI, R. A.; OLIVEIRA, V. S.; SCABIO, A. Biodiesel de soja – taxa de conversão em ésteres etílicos, caracterização físico-química e consumo em gerador de energia. **Química Nova**, v. 28, n. 1, p. 19-23, 2005.

GOUD, V. V.; PRADHAN, N. C.; PATWARDHAN, A. V. Epoxidation of karanja (*Pongamia glabra*) oil by H₂O₂. *Journal of American Oil Chemist's Society*, v.83, n.7, 2006.

GUIMARÃES, Ana Beatriz Rocha. Estudo teórico de ácidos graxos e triglicerídeos de óleos vegetais com potencial para biolubrificantes. 2021. 30 f., il. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Química) — Universidade de Brasília, Brasília, 2021.

LATHI, P. S.; MATTIASSON, B. Green approach for the preparation of biodegradable lubricant base stock from epoxidized vegetable oil. **Applied Catalysis B: Environmental Studies**, v. 69, p. 207-212, 2007.

MACEDO, A. D. M.; FARIAS, H. H.; RAMOS, J. D. F.; PEREIRA, A. M. S.; ROCHA, E. C. S.; OLIVEIRA, I. L.; Santos, J. C. O. Otimização do Processo de Síntese de Biolubrificantes por Epoxidação de Óleo Residual Oriundo de Restaurante Universitário. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 12, p. 119743–119761, 2021.

MELO, M. A. M. F. **Avaliação das Propriedades de Óleos Vegetais Visando a Produção**

de Biodiesel. 118 f. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2010.

MOAWIA, R. M. et al. Production of Biodiesel from Cottonseed Oil over Aminated Flax Fibres Catalyst: Kinetic and Thermodynamic Behaviour and Biodiesel Properties. **Advances in Chemical Engineering and Science**, v. 09, n. 04, p. 281–298, 2019.

NUNES, M. R. D. S.; MARTINELLI, M.; PEDROSO, M. M. Epoxidação do óleo de mamona e derivados empregando o sistema catalítico V/TBHP. **Química nova**, v.31, n.4, p.818-821, 2008.

OLIVEIRA, A. F. **Síntese e caracterização de biolubrificantes obtidos através de modificações químicas no óleo de soja refinado.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Computação Aplicada). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2013.

OLIVEIRA, C. D. J.; CREMONEZ, P. A.; FEROLDI, M.; MEIER, T. R. W.; TELEKEN, J. G. Comparação da variação do índice de peróxido e massa específica das misturas de ésteres a partir do óleo de pequi após diferentes tempos de fritura. **Revista Gestão & Sustentabilidade Ambiental**, v. 4, p. 482-497, 2015.

PELANDA, F. M. **Obtenção e caracterização de lubrificantes a partir de óleo de fritura e óleo de soja refinado.** Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior de Tecnologia em Química Ambiental). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

PEREIRA, A. M. S. **Estudo comparativo das propriedades físico-químicas de biolubrificantes obtidos do óleo de soja refinado e residual.** Trabalho de conclusão de curso (Química). Universidade Federal de Campina Grande, Cuité/PB, 2022.

PIANOVSKI JÚNIOR, G. **Utilização de misturas de óleo diesel e ésteres etílicos de óleo de soja como combustíveis alternativos:** Análise do desempenho e do processo de combustão no motor diesel. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2002.

P. RAMOS, L. et al. Biodiesel: Matérias-Primas, Tecnologias de Produção e Propriedades do Combustível. **Revista Virtual de Química**, v. 9, não. 1, pág. 317–369, 2017.

RAMOS, J. D. F. **Síntese de biocombustíveis por transesterificação metílica do óleo de mamona.** Anais do IV CONEPETRO E VI WEPETRO... Campina Grande: Realize Editora, 2021.

RINALDI, R. Síntese de biodiesel: uma proposta contextualizada de experimento para laboratório de química geral. **Química Nova**, v. 30, p. 1374-1380, 2007.

ROCKEMBACH, C. T.; DIAS, D.; VIEIRA, B. M.; RITTER, M.; SANTOS, M. A. Z.; OLIVEIRA, D. M. Síntese do Biodiesel Derivado do Óleo da Semente da Uva Promovida por Ultrassom. **Revista Virtual de Química**, v. 6, p. 884–97, 2014.

SA

SANTOS, A. P. B.; PINTO, A. C. Biodiesel: uma alternativa de combustível limpo. **Química nova na escola**, v. 31, n. 1, p. 58-62, 2009.

SALIMON, J.; SALIH, N.; ABDULLAH, B. M. Improvement of physicochemical

characteristics of monoepoxide linoleic acid ring opening for biolubricant base oil. *Journal of Biomedicine and Biotechnology*, v. 20, p.1-8, 2011.

SANTOS, JCO et al. Reciclagem de óleos lubrificantes utilizados em motores a gasolina/álcool. **Revista de Análise Térmica e Calorimetria** , v. 137, n. 4, pág. 1463–1470, 4 de fevereiro. 2019.

SANTOS, J. C. O.; SANTOS, I. M. G.; SOUZA, A. G. Effect of heating and cooling on rheological parameters of edible vegetable oils. *Journal of Food Engineering*, v.67, n.4, p.401-405, 2005.

SILVA, J. A. C. Obtenção de um lubrificante biodegradável a partir de ésteres do biodiesel da mamona via catálise enzimática e estudos de estabilidades oxidativa e térmica. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2012.

TEIXEIRA, C. V.; COLAÇO, M. J.; CALDEIRA, A. B. Viscosidade e desempenho de misturas diesel/biodiesel em um motor monocilíndrico. **Revista Militar de Ciência e Tecnologia (RMCT)**, p. 03-12, 2013.

TOFANINI, J. A. **Controle de qualidade de óleos comestíveis**. Monografia (Bacharel em Química). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2004.

WU, X.; ZHANG, X.; YANG, S.; CHEN, H.; WANG, D. The study of epoxidized rapeseed oil used as a potential biodegradable lubricant. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 77, n. 5, p. 561-563, 2000.