



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE
UNIDADE ACADÊMICA DE BIOLOGIA E QUÍMICA
COORDENAÇÃO DO CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA

ANATÚZIA DOS SANTOS COSTA

**DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE ÁGUAS DE
EFLUENTES DE BODIESEL DE GIRASSOL**

CUITÉ – PB

2015

ANATÚZIA DOS SANTOS COSTA

**DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE ÁGUAS DE
EFLUENTES DE BIODIESEL DE GIRASSOL**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Licenciatura
em Química da Universidade Federal
de Campina Grande, como forma de
obtenção do Grau de Licenciada em
Química.

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Denise Domingos da Silva

Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Marta Maria da Conceição

CUITÉ – PB

2015

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE
Responsabilidade Jesiel Ferreira Gomes – CRB 15 – 256

C837d Costa, Anatúzia dos Santos.

Determinação de propriedades físico-químicas de água de efluentes de biodiesel de girassol. / Anatúzia dos Santos Costa. – Cuité: CES, 2015.

65 fl.

Monografia (Curso de Licenciatura em Química) – Centro de Educação e Saúde / UFCG, 2015.

Orientadora: Dra. Denise Domingos da Silva.

Coorientadora: Dra. Marta Maria da Conceição.

1. Biodiesel. 2. Girassol - biodiesel. 3. Água de lavagens – propriedades físico-químicas. I. Título.

CDU 665.75

ANATÚZIA DOS SANTOS COSTA

**DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE ÁGUAS DE
EFLUENTES DE BIODIESEL DE GIRASSOL**

Monografia apresentada ao Curso de Licenciatura em Química do Centro de Educação e Saúde (CES) da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), como forma de obtenção do Grau de Licenciada em Química.

Aprovada em __ / __ / ____

BANCA EXAMINADORA

Prof^ª. Dr^ª. Denise Domingos da Silva (Orientadora) – UFCG/CES

Prof. Dr. José Carlos Oliveira Santos-UFCG/CES

Prof. Dr. João Batista da Silva-UFCG/CES

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente a Deus, pela capacidade intelectual a mim concedida durante essa longa jornada. A meus pais Antônio e Gercina por me apoiarem durante essa caminhada. A meu irmão José Almiride, o meu profundo e eterno agradecimento.

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a Deus que abençoou o meu caminho durante esta jornada;

Aos meus pais, que me apoiaram cada instante para que eu pudesse concluir o curso;

Ao meu irmão pelo apoio e pelas inúmeras vezes que foi me deixar e buscar na universidade;

A Professora Dra. Denise Domingos da Silva pelos ensinamentos e pela orientação deste trabalho;

A Professora Dra. Marta Maria da Conceição pela coorientação do trabalho;

A Maria da Gloria Batista de Azevedo, técnica da farmácia escola, pela dedicação, paciência e por seus ensinamentos;

A Maria Veronilda pela ajuda na construção dos gráficos;

A Jesiel Ferreira Gomes pelos ensinamentos sobre pesquisas em periódicos;

A Emily Lorrhah, amiga verdadeira que esta sempre disposta a ajudar;

A José Fabiano da Rocha Silva pela ajuda no laboratório;

A todos os professores do curso, que foram de suma importância na minha vida acadêmica e no desenvolvimento desta monografia;

Aos meus amigos, que sempre estiveram comigo me ajudando e incentivando nesta caminhada árdua e prazerosa;

À Universidade Federal de Campina Grande por viabilizar a realização deste trabalho;

A todos que contribuíram diretamente e indiretamente para a minha formação profissional.

“Há um momento em que é preciso abandonar as roupas usadas, que já têm a forma do nosso corpo, e esquecer os nossos caminhos, que nos leva sempre aos mesmos lugares. É tempo da travessia: e, se não ousarmos fazê-la, teremos ficado, para sempre, à margem de nós mesmos”.

Fernando Pessoa

RESUMO

O biodiesel é um combustível derivado dos ésteres de ácidos graxos de cadeia longa, proveniente de fontes biológicas renováveis como os óleos vegetais e a gordura animal. É produzido principalmente pela reação de transesterificação via catálise básica, gerando dois produtos: o biocombustível e a glicerina. A produção de biodiesel gera um efluente líquido proveniente da etapa de purificação (lavagem ácida), que tem como principais constituintes: metanol, glicerina e biodiesel. Os corpos receptores que forem contaminados por esse tipo de efluente podem sofrer danos irreparáveis a sua biodiversidade. Por isso a necessidade de desenvolver metodologia para o tratamento de efluentes de biodiesel. Este trabalho tem como objetivo caracterizar o efluente do biodiesel de girassol tratá-lo com adsorvente natural obtido da casca do maracujá (*Passiflora edulis*) com o intuito de adaptar o efluente ao reuso ou descarte. Foram analisadas as seguintes propriedades físico-químicas dos efluentes do biodiesel; pH, turbidez, sólidos totais, teor de óleos e graxas e análise dos efluentes por Espectroscopia de Absorção na região do Infravermelho. Os resultados obtidos não foram compatíveis com a Resolução do CONAMA nº430/2011 que estabelece os padrões de qualidade de lançamentos de efluente em corpos receptores. O tratamento dos efluentes realizado com o adsorvente da casca de maracujá proporcionou uma melhoria na turbidez e no pH (para amostras mais concentradas). Considerando que a etapa de lavagem do biodiesel é uma das mais importantes e também uma das mais críticas, é importante a caracterização e tratamento dessas águas, objetivando uma melhor qualidade deste efluente para possíveis descartes em corpos hídricos.

Palavras-chaves: Biodiesel, Água de lavagens, Girassol.

ABSTRACT

Biodiesel is a fuel derived from esters of long chain fatty acids from renewable biological sources such as vegetable oils and animal fats. It is mainly produced by the transesterification reaction via basic catalysis, producing two products: biofuels and glycerin. The production of biodiesel generates an effluent from the purification stage (acid washing), whose main constituents: methanol, glycerin and biodiesel. The bodies receptors that are contaminated by this type of effluent can be irreparably damage their biodiversity. Hence the need to develop methodology for the treatment of effluents biodiesel. This work aims to characterize the sunflower biodiesel effluent treat it with natural adsorbent obtained from the peel of passion fruit (*Passiflora edulis*) in order to adapt to the effluent reuse or disposal. The following physico-chemical properties of biodiesel effluents were analyzed; pH, turbidity, total solids, oil and grease content and analysis of discharge by Absorption Spectroscopy in the infrared region. The results were inconsistent with CONAMA Resolution n°430 / 2011 establishing quality standards for effluent releases into receiving bodies. Wastewater treatment carried out with the passion fruit peel adsorbent provided an improvement in turbidity and the pH (to more concentrated samples). Whereas the biodiesel washing stage is one of the most important and also one of the most critical, it is important the characterization and treatment of groundwater, aiming at better quality of this effluent for possible discharges into water bodies.

Keywords: Biodiesel, wash water, Sunflower.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Oleaginosas para produção de óleo vegetal	20
Figura 2: Ciclo de vida do bicom bustível	22
Figura 3: Ilustração óleo do girassol	25
Figura 4: Ilustração do fruto do Maracujá	31
Figura 5: Ilustração da Coluna cromatográfica	33
Figura 6: Síntese do Biodiesel	34
Figura 7: Processo de pesagem dos reagentes até transesterificação	36
Figura 8: Formação do biodiesel e da glicerina.	37
Figura 9: Frascos para coletas das amostras	38
Figura 10: Processo de lavagens da 1ª e 3ª água de efluente	38
Figura 11: Preparação do adsorvente para coluna cromatográfica	39
Figura 12: pHmetro	40
Figura 13: Condutivímetro	41
Figura 14: Turbidímetro	41
Figura 15: Processo de determinação de Sólidos totais (ST)	42
Figura 16: Processo de determinação do Teor de Óleos e graxas (TOG)	44
Figura 17: Valores de pH/Desvio padrão das águas antes do tratamento	46
Figura 18: Valores de Turbidez/Desvio padrão das águas antes do tratamento	48
Figura 19: Valores da condutividade/Desvio padrão das águas de efluente	49
Figura 20: Valores do pH após o tratamento	53
Figura 21 Valores da turbidez após o tratamento	54
Figura 22: Valores da condutividade após o tratamento	55
Figura 23: Espectros de IR do Efluente das (águas de lavagens) obtido na purificação do biodiesel.	56

LISTA DE TABELA

Tabela 1: Diferenças entre o metanol e o etanol.	24
Tabela 2: Principais municípios produtores do maracujá no estado da Paraíba, 2010	31
Tabela 3: Medidas de pH/desvio padrão das amostras de águas	45
Tabela 4: Medidas de Turbidez/desvio padrão das amostras de águas	47
Tabela 5: Medidas de condutividade/desvio padrão das amostras de águas	49
Tabela 6: Valores de sólidos totais (ST)/desvio padrão das amostras de águas	50
Tabela 7: Análise de TOG/desvio padrão das amostras de água	51
Tabela 8: Medidas de pH/desvio padrão das amostras de água	52
Tabela 9: Medidas de Turbidez /desvio padrão das amostras de água	53
Tabela 10: Medidas de Condutividade /desvio padrão das amostras de água	55

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas e Técnicas

ANP – Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente

AGL – Ácidos graxos livres

EPE – Empresa de pesquisa Energética

MME – Ministério de minas e energia

MeOH– Metanol

EtOH – Etanol

pH – Potencial Hidrogênionico

ST – Sólidos totais

TOG – Teor de óleos e graxas

UFMG – Universidade Federal de Campina Grande

CES – Centro Educação e Saúde

UNT – Unidade Nefelométrica de Turbidez

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária

NO_x – Óxido de nitrogênio

CO₂–Dióxido de Carbono

K - Potássio

Cl - Cloro

Na - Sódio

Ca - Cálcio

Mg - Magnésio

Na₂SO₄ –Sulfato de Sódio

HCl-Ácido clorídrico

KOH – Hidróxido de potássio

$\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$ – Milisiemens por centímetro

mL – Mililitro

μm –Micrometro

%- percentual

$^{\circ}\text{C}$ - Graus Celsius

IR- Infravermelho

C=O –Carbonila

B100 - Biodiesel puro

B2 – Aditivo de lubrificante

B5 – Aditivo

Ha- hectare

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação [1]: Rendimento do biodiesel. 36

$$\text{Rendimento} = \frac{\text{Valor Real}}{\text{Valor teórico}} \times 100\%$$

Equação [2]: Determinação de sólidos totais. 42

$$\text{Sólidos Totais (mg/L)} = \frac{(B_s - B_v)}{V \text{ (mL)}}$$

Equação [3]: Determinação do teor de óleos e graxas. 43

$$\text{TOG (mL/L)} = (B - A) \cdot 1000 / \text{mL de amostra}$$

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
2. OBJETIVOS	19
2.1. Objetivo Geral	19
2.2. Objetivos específicos	19
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	20
3.1. Biocombustível	20
3.1.1. Biodiesel	21
3.1.2. Vantagens e desvantagens do biodiesel	21
3.1.3. Obtenção do biodiesel via transesterificação	22
3.2. Matéria prima	24
3.2.1. Óleo de girassol e suas características	24
3.3. Água	25
3.3.1. Água na purificação do biodiesel	25
3.3.2. Água e o Meio Ambiente	25
3.4. Efluente de biodiesel e o Meio Ambiente	26
3.5. Parâmetros selecionados para caracterização físico-química das águas de lavagens	27
3.5.1. Medidas de pH	27
3.5.2. Turbidez	28
3.5.3. Condutividade elétrica	28
3.5.4. Sólidos totais	28
3.5.5. Óleos e graxas	29
3.5.6. Espectroscopia de absorção no infravermelho	29
3.6. Maracujá (<i>Passiflora edulis</i>)	30
3.7. Cromatografia em coluna	32
4. METODOLOGIA	34
4.1. Processo de Produção do Biodiesel	34
4.2. Síntese do biodiesel metílico de óleo de girassol	34
4.3. Recipientes utilizados para coleta das amostras	37
4.3.1. Procedimentos para coleta das amostras	38
4.4. Coluna utilizando o adsorvente natural casca de maracujá	39
4.5. Determinação das propriedades físico-químicas	39

4.5.1.Determinação de pH	39
4.5.2. Determinação de Condutividade	40
4.5.3. Determinação da Turbidez	41
4.5.4. Determinação de Sólidos Totais (ST)	42
4.5.5.Determinação do Teor de Óleos e graxas (TOG)	43
4.6. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho	45
5.RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
5.1 Análises Antes do Tratamento da Água	45
5.1.1.Medidas de pH	45
5.1.2.Medidas Turbidez	46
5.1.3. Medidas da Condutividade Elétrica	48
5.1.4. Análises de Sólidos Totais	50
5.1.5. Analises do Teor de Óleos e Graxas	50
5.2 Análises Após Tratamento da Água	52
5.2.1 Medidas de pH	52
5.2.2. Medidas da Turbidez	53
5.2.3.Medidas da Condutividade Elétrica	54
5.3 Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho	55
6. CONCLUSÕES	58
REFERÊNCIAS	59

1. INTRODUÇÃO

Rudolph Diesel, inventor do motor diesel no fim do século XIX, utilizou em seus ensaios petróleo cru e óleo de amendoim. Ele acreditava que esse motor poderia ser alimentado com óleos ou gorduras e contribuir para o desenvolvimento da agricultura nos países que os utilizassem. No entanto, devido ao baixo custo e à alta disponibilidade do petróleo na época, este passou a ser o combustível preferencial nesses motores (SUAREZ *et al.*, 2007). Nossa dependência tecnológica do petróleo para os últimos 200 anos criou muitos efeitos colaterais indesejados que em breve impactarão muitos aspectos da vida humana. Além disso, a produção de resíduos não gerenciados é enorme e cada vez mais difícil de lidar (SUKKASEM *et al.*, 2011). Dessa forma, os biocombustíveis surgem como alternativa em relação ao petróleo e seus derivados, já que sua produção leva a uma diminuição considerável de poluentes (GOLDEMBERG, 2003).

Segundo Costa Neto *et al.* (2008) devido à crescente preocupação com o meio ambiente, o aumento no preço do petróleo e a diminuição das reservas de combustíveis fósseis, surgiu a necessidade de explorar os óleos vegetais para produzir biocombustíveis alternativos, e apesar das dificuldades que apareceram devido à viscosidade natural desses óleos e seu baixo poder de ignição, os óleos vegetais têm sido bastante aceitos e utilizados na produção de biodiesel.

A substituição total ou parcial de combustíveis de origem fóssil tem como principal justificativa a preocupação ambiental, pois as emissões derivadas de seu uso geram um aumento na concentração atmosférica dos gases causadores da chuva ácida e redução da camada de ozônio (VASCONCELLOS, 2002). A emissão de dióxido de carbono a partir da queima de combustíveis fósseis tem ocasionado um aumento do efeito estufa, apontada como causa das intensas alterações climáticas nos últimos 50 anos (LORA, 2000; BAIRD, 2002; MENANI, 2005).

O biodiesel pode ser produzido a partir de óleos vegetais e gordura animal através da reação de transesterificação com álcoois de cadeia curta, como metanol e o etanol. Esses óleos, compostos principalmente por triglicerídeos, ao reagirem com o álcool na presença de um catalisador produzem ésteres, glicerina como subproduto, além de mono e diglicerídeos como intermediários numa seqüência de três reações (MA e HANNA, 1999). A fase mais densa é composta por glicerina

bruta, excessos de álcool, água e impurezas inerentes ao óleo, enquanto que a fase menos densa constitui-se de uma mistura de ésteres etílicos ou metílicos. Segundo Felizardo (2003), por razões técnicas e econômicas, as indústrias utilizam com maior frequência o metanol no processo de produção do biodiesel, mas este álcool tem como desvantagens o fato de ser sintetizado a partir de fontes não renováveis, ter alta toxicidade, além de o Brasil não possuir auto-suficiência na sua produção.

Após a reação para produção do biodiesel é necessário efetuar a purificação do biodiesel que possui três etapas: decantação, lavagem e secagem. No processo de lavagem do biodiesel são retiradas impurezas presentes no meio como o catalisador, o excesso do álcool utilizado na reação, a glicerina livre residual, sais de ácidos graxos; tri, di e monoglicerídeos de maneira a atender as especificações regulamentadas pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustível através da Resolução 42 (PARENTE 2004).

O efluente retirado através dessa purificação é descartado após a neutralização. A degradação de ambientes aquáticos ocorre devido à descarga direta ou indireta de efluentes industriais, domésticos ou agrícolas não tratados ou insuficientemente tratados, fora dos padrões das normas ambientais (MARTINEZ e CÓLUS, 2002). De fato, segundo Carniato *et al.* (2007), os ambientes aquáticos são altamente vulneráveis às substâncias químicas tóxicas. Diversas classes de compostos são agressivas a estes ecossistemas podendo ser quantificadas através do monitoramento de parâmetros físicos, químicos e biológicos.

Segundo a Lei nº 11.097/05, biocombustível é definido como um combustível proveniente de biomassa renovável para uso em motores a combustão interna ou, conforme regulamento para outro tipo de geração de energia que possa substituir parcial ou totalmente, combustível de origem fóssil. A emissão de CO₂ a partir da queima de combustíveis fósseis tem causado um aumento do efeito estufa, marcada como causa das intensas alterações climáticas nos últimos anos. Essas alterações climáticas são uma realidade em todo o mundo e a sua grandeza e rapidez são cada vez mais evidentes. É necessário que todos os setores se adaptem e restrinjam as emissões (AEA, 2015).

O biodiesel é um biocombustível derivado de fontes restauráveis, como os óleos vegetais e o etanol. São ésteres de ácidos graxos, obtidos a partir da reação de transesterificação de óleos ou gorduras de origem animal ou vegetal, reagindo com um tipo de álcool, os mais utilizados são o metanol ou etanol e um catalisador

básico ou ácido. O biodiesel pode ser utilizado puro, conhecido com 'B100' ou em misturas como o 'B2' e 'B5' reduzindo o consumo total do combustível fóssil, atenuando os efeitos prejudiciais da queima do diesel comum. (SCHLLEMER et al., 2008).

2.OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral.

Caracterizar as propriedades físico-químicas de águas de efluentes industriais do biodiesel de girassol.

2.2. Objetivos específicos.

- Desenvolver e otimizar metodologias para análises físico-químicas da água proveniente da lavagem dos biodieseis;
- Realizar análises físico-químicas para determinação dos valores de pH, turbidez, condutividade, sólidos totais e óleos e graxas;
- Realizar análise de infravermelho das amostras de águas obtidas;
- Aplicar metodologia de tratamento para amostras de águas utilizando cromatografia de adsorção.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. Biocombustíveis

Biocombustíveis são derivados de biomassa renovável que podem substituir, parcial ou totalmente, combustíveis derivados de petróleo e gás natural usados em motores ciclo diesel automotivos (de caminhões, tratores, camionetas, automóveis etc.) ou estacionários (geradores de eletricidade, calor etc.). Há dezenas de espécies vegetais no Brasil das quais se podem produzir o biodiesel, tais como mamona, dendê (palma), girassol, babaçu, amendoim, pinhão manso e soja, dentre outras (Figura 1). Este tipo de combustível renovável é pesquisado desde o início do século 20, principalmente na Europa. Eles estão presentes no cotidiano do brasileiro há mais de 80 anos. Entretanto, foi na década de 1970, após a primeira crise do petróleo, que sua produção e uso ganharam grande dimensão. Na época, foi criado o Pro-Álcool, que introduziu o etanol de cana-de-açúcar em larga escala na matriz de combustíveis brasileiro(Souto2011).

Figura 1: Oleaginosas para produção de óleo vegetal



Fonte: <http://www.google.com.br/imagem>

3.1.1. Biodiesel

O Biodiesel é definido como uma mistura de ésteres monoalquílicos de ácidos graxos de cadeia longa, proveniente de óleos vegetais ou gordura animal e obtido por diferentes processos, tais como o craqueamento, a transesterificação e a esterificação. Segundo a Lei nº 11.097, de 13 de janeiro de 2006, biodiesel é um “biocombustível derivado de biomassa renovável para uso em motores a combustão interna com ignição por compressão ou, conforme regulamento para geração de outro tipo de energia, que possa substituir parcial ou totalmente combustíveis de origem fóssil” (BRASIL, 2006)

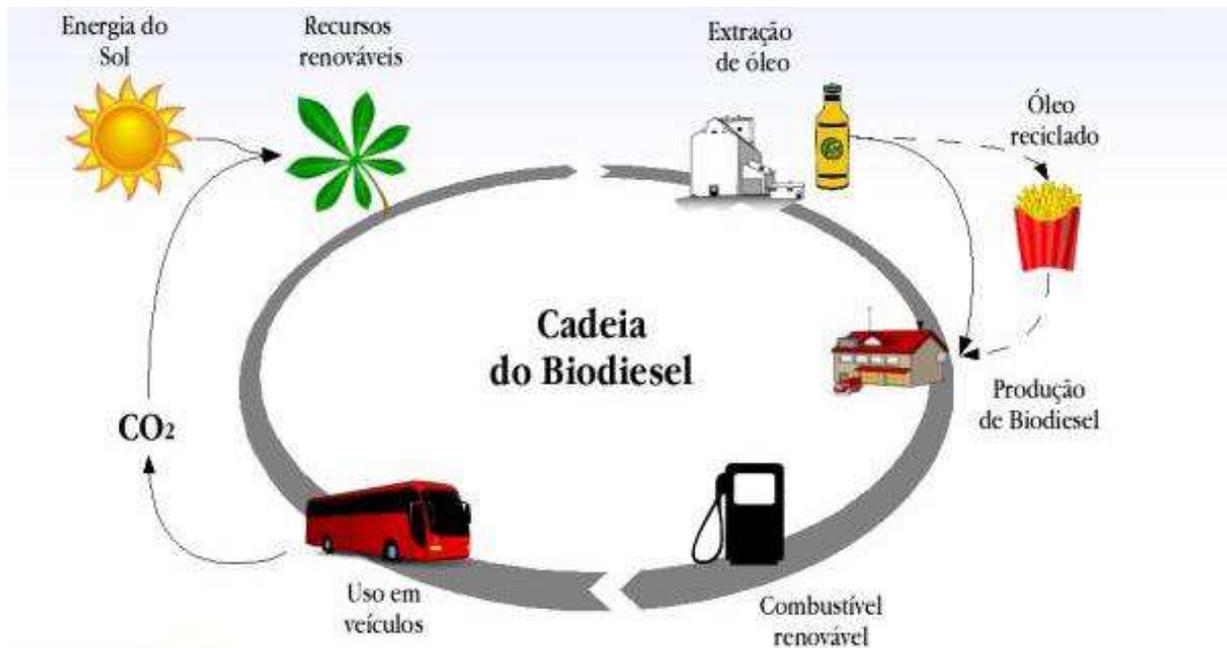
O biodiesel é um forte candidato para substituir os combustíveis fósseis, pois além de apresentar características geralmente semelhantes a estes, possui uma série de vantagens em termos ambientais tais como: ser derivado de plantas e não do petróleo e como tal, não é tóxico e provêm de fontes renováveis; é biodegradável; os produtos da combustão reduzem os níveis de emissões de partículas como óxidos de carbono e de enxofre (AL-ZUHAIR et al., 2006). Além desses fatores, o biocombustível pode trazer benefícios incalculáveis para a economia, como o aumento na geração de emprego e renda no país.

3.1.2. Vantagens e desvantagens do biodiesel

O biodiesel apresenta algumas vantagens em relação ao diesel, entre elas podem ser destacadas: redução da emissão do monóxido de carbono e dióxido de carbono (ocorrendo uma redução de 78%%, um dos principais causadores do efeito estufa), caráter não tóxico; biodegradabilidade ;além de ser isento de enxofre e de compostos aromáticos .O biodiesel como combustível alternativo tem outra vantagem possuir boa lubricidade aumentando a vida útil do motor ,podendo ser utilizado em motores a diesel sem alteração ,este por sua vez ,poderá ser usado puro ou misturado com o diesel .Com relação ao aspecto ambiental o biodiesel pouco interfere no ciclo biogeoquímico do carbono, pois o carbono emitido para a atmosfera, durante sua queima na forma de dióxido de carbono volta a se fixar novamente no vegetal durante o seu crescimento pelo processo de fotossíntese. O balanço de carbono é igual a zero para atmosfera e, portanto, deixa-se de poluir o ambiente(CARDOSO 2008).

O ciclo de vida dos biocombustíveis, o biodiesel obedece ao esquema representado pela Figura 2.

Figura 2: Ciclo de vida do biocombustível



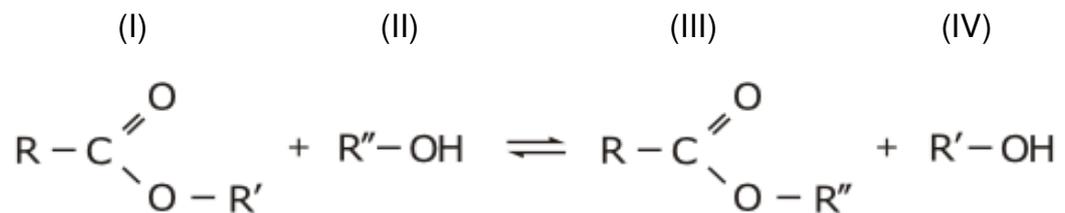
Fonte: <http://www.google.com.br/imagens>

3.1.3. Obtenção do biodiesel via transesterificação

Por ser um recurso renovável o biodiesel é pouco agressivo para o meio ambiente, entretanto o seu processo de produção precisa ser otimizado. O biodiesel é obtido através da reação de transesterificação, uma reação na qual um éster é transformado em outro éster através da troca dos grupos alcóxido dos triglicerídeos de óleos e gorduras de origem vegetal ou animal com um mono-álcool de baixa massa molecular, como o metanol e o etanol, que são álcoois de cadeia curta e que tem vantagens como: rapidez na reação, fácil dissolução do catalisador alcalino além de permitir a separação simultânea do glicerol (MEHER et al.; 2006). O etanol além de ser biodegradável, é produzido em grande escala no Brasil, contudo, ele facilita a formação de uma emulsão estável entre os principais produtos da transesterificação, glicerol e biodiesel, tornando complicado o processo de separação dos produtos. O glicerol formado é praticamente imiscível no biodiesel e a

imiscibilidade do glicerol no biodiesel é um fator que favorece o rendimento da reação, entretanto, a possibilidade de formação de emulsões estáveis, em certos casos, pode exigir um longo período de repouso para separação das fases de biodiesel e glicerol (KNOTHE et al, 2005).

Quimicamente descrevendo, a transesterificação ocorre entre um éster (I) e um álcool (II), com formação de outro éster (III) e outro álcool (IV) conforme a reação:



Onde: *R, R' e R'' são radicais orgânicos (SOLOMONS e EFRYHLE, 2006).*

Vale salientar que o catalisador pode ser ácido ou básico, geralmente a reação empregada é o meio alcalino por apresentar um melhor rendimento e diminuir o tempo da reação em relação ao catalisador ácido. A rota em meio alcalino também apresenta menores problemas relacionados com a corrosão dos equipamentos envolvidos no processo (OLIVEIRA, 2004). A fase densa é composta por glicerina bruta, excessos de álcool, água e impurezas inerentes ao óleo, enquanto que a fase menos densa constitui-se de uma mistura de ésteres etílicos ou metílicos dependendo do álcool usado, o biodiesel. A reação de transesterificação tem características reversíveis e o agente transesterificante, o álcool, é adicionado em excesso, pois segundo o princípio de Le Châtelier, ao ser imposta uma alteração de adição ou remoção de produto ou reagente, de concentrações ou de temperatura, a um sistema químico em equilíbrio, a composição do sistema deslocar-se-á no sentido de contrariar a alteração a que foi sujeita (FERREIRA et al. 2007). Entre os dois álcoois o metanol é o mais utilizado devido ao seu baixo custo. A mesma reação usando etanol é mais complexa, pois requer um álcool anidro, bem como um óleo com baixo teor de água para elevar o rendimento e diminuir a formação de emulsões como os sabões (GERIS, et al. 2007).

As principais diferenças entre o metanol e o etanol podem ser observadas na tabela a seguir:

Tabela 1:Diferenças entre o metanol e o etanol.

ETANOL	METANOL
Derivado de fontes renováveis	Normalmente obtido de fontes não renováveis
Produção consolidada no Brasil	Custo de produção de biodiesel etílico pode ser até 100% maiores que o metílico
Ésteres etílicos possuem maior afinidade à glicerina	Fácil separação da glicerina
Baixa toxicidade	Altamente tóxico
Menor rendimento	Maior rendimento

Fonte: (BATISTA, et al.2009)

3.2. Matéria-prima.

A matéria prima para produzir o biodiesel pode ser obtida dos lipídios (óleos e gorduras) provenientes de plantas oleaginosas como soja, mamona, dendê, milho, girassol, sementes de maracujá, ou até mesmo óleos vegetais já utilizados, oriundos de restaurantes, hotéis indústrias e residências como também pode ser obtidos de gordura animal (ESCOBAR et al, 2009).

3.2.1 Óleo de girassol e suas características.

Segundo Silva (2015), o girassol (*Helianthus annuus L.*), planta da família *Compositae*, é nativo da América do Norte e, até o século XVII, foi cultivado como planta ornamental e medicinal. Atualmente, o girassol é cultivado em todos os continentes, em áreas que atingem aproximadamente 18 milhões de hectares. Nos últimos anos, a produção mundial de sementes de girassol aumentou significativamente em comparação com outras culturas produtoras de óleo. No Brasil a produção de girassol e o consumo do óleo vêm crescendo significativamente nos últimos anos (NIMET et al., 2011). A semente de girassol possui cerca de 47% de material graxo em sua composição. Depois de prensada a semente de girassol pode render de 35-45% de conteúdo médio de óleo. Uma das principais características do girassol é a facilidade do seu processamento, as sementes de girassol são processadas inteiras e à temperatura ambiente. Isso é possível devido à rotação relativamente alta, aliada ao teor de cascas das sementes o que produz atrito,

aquecendo o grão dentro da máquina (uma prensa) facilitando a extração do óleo (OLIVEIRA, 2004).

Figura 3: Ilustração do óleo de girassol



Fonte: <http://www.google.com.br/imagens>

3.3. Água

3.3.1. A Água na Purificação do Biodiesel

É durante a etapa de purificação do biodiesel que são retirados resíduos de glicerina, sabões e ácidos graxos. Essa purificação é feita pela lavagem do produto, seguida por filtração e secagem do biodiesel. Assim, as águas de lavagem contêm basicamente resíduos de sabões de sódio ou potássio, além dos ácidos graxos, glicerina, alcoóis (metanol ou etanol) e outros contaminantes (NOUREDDINI, 2001).

3.3.2. Água e o Meio Ambiente

A água é um dos recursos de suma importância para a existência e manutenção da vida e, para isso, deve estar presente no ambiente em quantidades e qualidades apropriadas para ser usada (BRAGA et al., 2002).

Devido à preocupação com problemas ambientais que levam à escassez de água e afetam a qualidade da mesma, torna relevante a implementação de programas de monitoramento de recursos hídricos (MEDEIROS, 2004).

3.4. Efluentes do Biodiesel e o Meio Ambiente

O biodiesel é considerado ambientalmente limpo, Entretanto, a Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos (EPA), em 2002, alertava para o fato de taxa de emissão de NO_x (também responsável pelas chuvas ácidas) pode aumentar entre 10% a 20%, dependendo da composição química do biodiesel em relação ao diesel comum (VICHI e MANSOR, 2009). Diversos problemas ambientais ocorrem quando se faz uso de metanol na síntese do biodiesel, que produz resíduos tóxicos na etapa de lavagem. Desta forma, a água do efluente, proveniente da lavagem do biodiesel, é um efluente rico em metanol, além de outros subprodutos, que são descartados sem nenhum tipo de tratamento contaminando o solo e lenções os freáticos.

O impacto ambiental causado por este tipo de efluente é de avaliação difícil, por causa da variedade de compostos oriundos da matéria-prima, reagentes, produtos e subprodutos do processo (GRANGEIRO, 2009). Segundo De Boni et al., (2007), em geral, as águas resultantes do processo de biodiesel, se apresentam quimicamente inadequadas para serem lançadas a qualquer corpo hídrico.

Para a avaliação do impacto e da eficácia das medidas de controle, é necessária a quantificação das cargas poluidoras afluentes ao corpo d'água. De acordo com a Resolução nº430, de 13 de maio de 2011, do CONAMA, o art.3º diz:

Os efluentes de qualquer fonte poluidora somente poderão ser lançados diretamente nos corpos receptores, após o devido tratamento e desde que obedeçam às condições, padrões e exigências dispostos nesta resolução e em outras normas aplicáveis (CONAMA, 2011).

O Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) estabelece os padrões de lançamento de efluentes de qualidade de corpos receptores, objetivando a preservação dos corpos d'água. Os mais graves problemas que afetam a qualidade da água de rios e lagos decorrem de vários fatores, dentre os quais, o tratamento inadequado de águas residuárias.

A classificação dos corpos d'água é estabelecida pela legislação ambiental, mais precisamente pela Resolução CONAMA nº 430, de 13 de maio de 2011. As águas são divididas em três grandes categorias-doces, salinas e salobras. Em relação às águas doces tem-se:

Classe I: destinam-se ao abastecimento doméstico após tratamento simplificado, à proteção das comunidades aquáticas, à recreação das comunidades aquáticas, à recreação, à irrigação de hortaliças que são consumidas cruas e de frutas que se desenvolvem rentes ao solo e que sejam ingeridas cruas, à criação natural e/ou intensiva de espécies (aqüicultura).

Classe II: são destinadas ao abastecimento doméstico, à proteção das comunidades

Aquáticas, à recreação, à irrigação de hortaliças e plantas frutíferas, à criação natural e/ou intensiva de espécies.

Classe III: são destinadas aos usos de abastecimento doméstico, à irrigação de culturas arbóreas, cerealíferas e forrageiras, a dessedentação de animais.

Classe IV: à navegação, harmonia paisagística e aos usos menos exigentes.

O tratamento físico-químico é a opção mais indicada nas indústrias que geram resíduos líquidos tóxicos, inorgânicos ou orgânicos não biodegradáveis. As águas de lavagem ou agente de purificação, segundo De Boni (2008), são as águas de arraste resultantes da adição da água usada para lavar/purificar o biodiesel. Portanto, é um resíduo (efluente) com alta carga poluidora orgânica, pois a água extrai, em função da sua maior afinidade, as impurezas, ou seja, tudo o que não reagiu e ficou contido no biodiesel produzido. As águas de lavagem são compostas por uma mistura de sabão (sais orgânicos), glicerina, ácidos graxos (tri-, di- e mono glicerídeos), traços de metanol, traços do catalisador, cátions metálicos e outros produtos hidrossolúveis que ainda estejam presentes (GOLDANI et al., 2008).

3.5. Parâmetros Selecionados para Caracterização Físico-Química das Águas de Lavagem

Os parâmetros físico-químicos das águas de lavagem foram selecionados e realizados de acordo com Resolução nº 430/2011 do CONAMA, sendo estes: pH, turbidez, condutividade elétrica, sólidos totais, óleos e graxas e análises de espectroscopia no infravermelho.

3.5.1. Medidas de pH

O pH, é a medida da quantidade de prótons H^+ presentes em solução, indicando a acidez, alcalinidade e neutralidade do meio determinado por sólidos e gases dissolvidos. O valor do pH, influenciará nos sistemas aquáticos apresentando

características corrosivas, causando alterações na taxa de crescimento de microrganismos aquáticos. (MACEDO, 2002; BAIRD, 2002).

3.5.2. Turbidez

O método é baseado na comparação da intensidade de luz espalhada pela amostra em condições definidas, com a intensidade da luz espalhada por uma suspensão considerada padrão. Quanto maior a intensidade da luz espalhada maior será turbidez da amostra analisada. O turbidímetro é o aparelho utilizado para a leitura, este aparelho é constituído de um nefelômetro, sendo a turbidez expressa em unidades nefelométricas de turbidez (UNT). O nefelômetro consta de um fonte de luz, para iluminar a amostra e um detector fotoelétrico com um dispositivo para indicar a intensidade da luz espalhada em ângulo reto ao caminho da luz incidente. A turbidez é caracterizada pela alteração da penetração da luz pelas partículas em suspensão, que provocam a sua difusão, quantificando a medida de partículas constituídas por plâncton, bactérias, coloides, fontes de poluição que lançam materiais finos e outros (MACEDO, 2007).

3.5.3. Condutividade elétrica

A condutividade elétrica determina a quantidade de íons dissolvidos na solução, indicando a capacidade da água natural de transmitir a corrente elétrica em função da presença de substâncias dissolvidas que dissociam em ânions e cátions, por consequência, diretamente proporcional à concentração iônica (LIBÂNIO, 2010)

3.5.4. Sólidos totais

A quantificação total de sólidos contidos na água é um fator de suma importância a ser analisado. Portanto, o teor de sólidos deve ser baixo, teores de sólidos elevados de minerais na água são indesejáveis para o uso industrial da água e causam problemas a saúde humana. (AZEVEDO NETO e RICHTER, 1991). Com exceção dos gases dissolvidos, todas as impurezas da água contribuem para a carga de sólidos presentes nos recursos hídricos (MACEDO, 2007).

3.5.5. Óleos e graxas.

A caracterização de óleos e graxas é de extrema importância e essas substâncias estão presentes em gorduras, ésteres, entre outros, sendo raramente encontrados em águas naturais. Podem ser provenientes de despejos e resíduos industriais, postos de gasolina, esgotos domésticos entre outros. Os despejos de origem industrial são os que mais contaminam o meio ambiente devido ao aumento de matérias graxas nos corpos d'água. Um dos fatores importantes é que a presença de óleos e graxas diminui a área de contato entre a superfície da água e o ar atmosférico, impedindo dessa forma, a transferência do oxigênio da atmosfera para a água. Em processo de decomposição a presença dessas substâncias reduz o oxigênio dissolvido elevando a demanda química de oxigênio, causando problemas irreparáveis ao ecossistema aquático (GRANGEIRO, 2009).

3.5.6 Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho

A espectroscopia no infravermelho fundamenta-se no fato de que as ligações químicas das substâncias apresentam frequências de vibração específicas, as quais correspondem a níveis de energia da molécula (*níveis vibracionais*). Essas frequências dependerá da forma da superfície de energia potencial da molécula, da geometria molecular, das massas dos átomos. A fim de se fazer medidas em uma amostra, um feixe de radiação infravermelha passa pela amostra, e a quantidade de energia transmitida é registrada. A técnica permite registrar a quantidade de energia absorvida ou até mesmo espalhada, Normalmente na espectroscopia IR é mais comum utilizar a energia transmitida, ou seja, a energia que sobra após a amostra absorver a radiação incidida. Repetindo-se esta operação ao longo de uma faixa de comprimentos de onda de interesse (normalmente $4000-400\text{ cm}^{-1}$). (PAVIA et al, 2013).

Os espectros de absorção no Infravermelho contribuem de forma significativa para elucidar grupos funcionais de substâncias químicas em matrizes desconhecidas, bem como podem acompanhar diferentes tipos de estudos na formação de compostos e/ou estudos cinéticos, etc.

3.6. Maracujá (*Passiflora edulis*)

O maracujá é uma fruta típica da América Tropical, (Figura 4) cuja polpa é muito utilizada na fabricação de suco concentrado (ABBAG et al., 2002). O Brasil é um dos grandes produtores e exportadores do suco da fruta, sendo a polpa do maracujá amarelo (*Passiflora edulis f. flavicarpa*) a mais utilizada, devido as suas características sensoriais. De acordo com o último censo, o estado do Pará é o quarto maior produtor nacional da fruta; sendo superado apenas pelos estados da Bahia, do Ceará e de Sergipe (IBGE, 2006).

Os resíduos de casca contem aproximadamente 5 a 6% de proteínas e poderia ser utilizado para alimentos para aves. Análises da casca fresca indicam: umidade, 78.43-85.24%; proteína crua, 2.04-2.84%; gordura, 0.05-0.16%; goma crua, 0.75-1.36%; açúcares (sacarose, glicose, frutose), 1.64%; fibra crua, 4.57-7.13%; fósforo, 0.03-0.06%; sílica, 0.01-0,04%; potássio, 0.60-0,78%; ácidos orgânicos (cítricos e málicos), 0.15%; ácido ascórbico, 78.3-166.2%; sendo recomendada para alimentação de suínos e bovinos e também parcialmente utilizados como combustível de processamento. A farinha da casca é fonte de fibras dietéticas, essa farinha pode ser usada no controle do diabetes (MUNIZ,2008).

A descoberta do maracujá aparece como uma alternativa para os pequenos produtores paraibanos, na esperança de uma melhor condição de vida, alguns municípios no estado se destacam nesse tipo de cultivo, dentre eles alguns tiveram um aumento em sua área plantada nos últimos anos, como por exemplo, o município de Cuité localizado no agreste paraibano a 235 km da capital João Pessoa, teve um crescimento de 200%. O cultivo de maracujá em Picuí iniciou-se no ano de 2010 (SILVA e GARCIA, 2012). O aumento da área plantada por município pode ser visualizada na Tabela 2:

Tabela 2 – Principais municípios produtores de maracujá no estado da Paraíba, 2010

Município	Área plantada em 2009	Área plantada em 2010
Araruna	95 ha	115 ha
Alhanda	47 ha	47 ha
Cacimba de Dentro	50 ha	60 ha
Cuité	15 ha	60 ha
Lagoa Seca	16 ha	35 ha
Picuí	- ha	60 ha
Nova Floresta	80 ha	80 ha

Fonte: SILVA e GARCIA,2012.

O Brasil se destaca como o principal produtor de maracujá do mundo; No entanto, o mercado internacional de polpa e de suco concentrado é dominado pelo Equador, Colômbia e Peru, sendo a Alemanha e a Holanda os principais países importadores desses produtos. Em se tratando do mercado de fruto *in natura*, Colômbia, Brasil e Venezuela são os maiores produtores de frutos de cor amarela (SOUZA et al.,2002)

Um dos objetivos da indústria de alimentos é encontrar formas de aproveitamento para os seus resíduos, transformando-os em benefícios financeiros e minimizando impactos ambientais (RUGGIERO, 1996). Um dos processos alternativos que pode ser utilizado para tal finalidade é a secagem (AKPINAR, 2006).

Figura 4: Ilustração do fruto do Maracujá

Fonte: <http://www.google.com.br/imagens>

3.7.Cromatografia em coluna

A cromatografia é um método físico-químico de separação. Ela está fundamentada na migração diferencial dos componentes de uma mistura, que ocorre devido a diferentes interações, entre duas fases imiscíveis, a fase móvel e a fase estacionária. A grande variedade de combinações entre fases móveis e estacionárias a torna uma técnica extremamente versátil e de grande aplicação. O termo cromatografia foi primeiramente empregado em 1906 e sua utilização é atribuída a um botânico russo M.S.Tswettao descrever suas experiências na separação dos componentes de extratos de folhas (DEGANI et al, 1998).

A cromatografia pode ser utilizada para a identificação de compostos, por comparação com padrões previamente existentes, para a purificação de compostos, separando-se as substâncias indesejáveis e para a separação dos componentes de uma mistura. Esta técnica é muito utilizada para isolamento de produtos naturais e purificação de produtos de reações químicas (DEGANI et al, 1998).

As fases estacionárias mais utilizadas são sílica e alumina, entretanto, estes adsorventes podem servir simplesmente como suporte para uma fase estacionária líquida. Fases estacionárias sólidas levam à separação por adsorção e fases estacionárias líquidas por partição. Suportes quimicamente modificados também têm sido usados, sendo o processo de separação misto neste caso (DEGANI et al, 1998).

Esses suportes são acondicionados em tubos cilíndricos geralmente de vidro, de diâmetros variados, os quais possuem uma torneira em sua extremidade inferior. O adsorvente é adicionado lentamente à coluna fixada na posição vertical, batendo-se continuamente ao longo da mesma para que todo o ar seja expulso, de modo a se obter uma compactação uniforme (DEGANI et al, 1998).

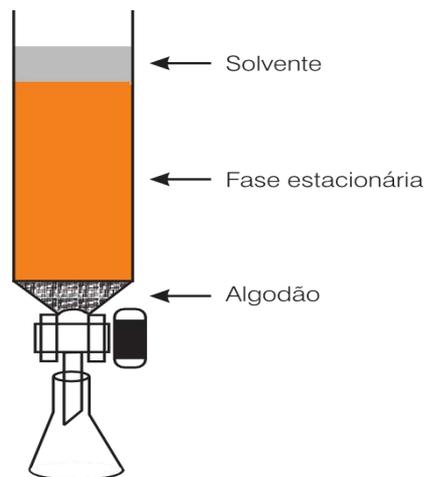
A existência de ar entre as partículas leva à formação de canais na coluna, os quais alargam as bandas eluídas. Nunca se deve permitir que o nível do solvente fique abaixo do nível do adsorvente, o que poderia acarretar rachaduras, comprometendo a eficiência da coluna (DEGANI et al, 1998).

Após o empacotamento, é conveniente que se passe uma certa quantidade do eluente (duas a três vezes o volume da coluna) a ser utilizado através da coluna antes da introdução da amostra. Esta é adicionada à coluna com o auxílio de uma pipeta no momento em que o nível do eluente esteja o mais próximo possível do

adsorvente. Esse procedimento ameniza o alargamento das bandas a serem eluídas (DEGANI et al, 1998).

Tendo a amostra penetrado no adsorvente, o eluente é então adicionado cuidadosa e continuamente. O volume das frações a serem recolhidas é função da quantidade de amostra e do grau de dificuldade da separação. Um esquema é mostrado na figura 5.

Figura 5: Ilustração da Coluna cromatográfica



Fonte: <http://Qnint.Sbq.org.br>

4. METODOLOGIA

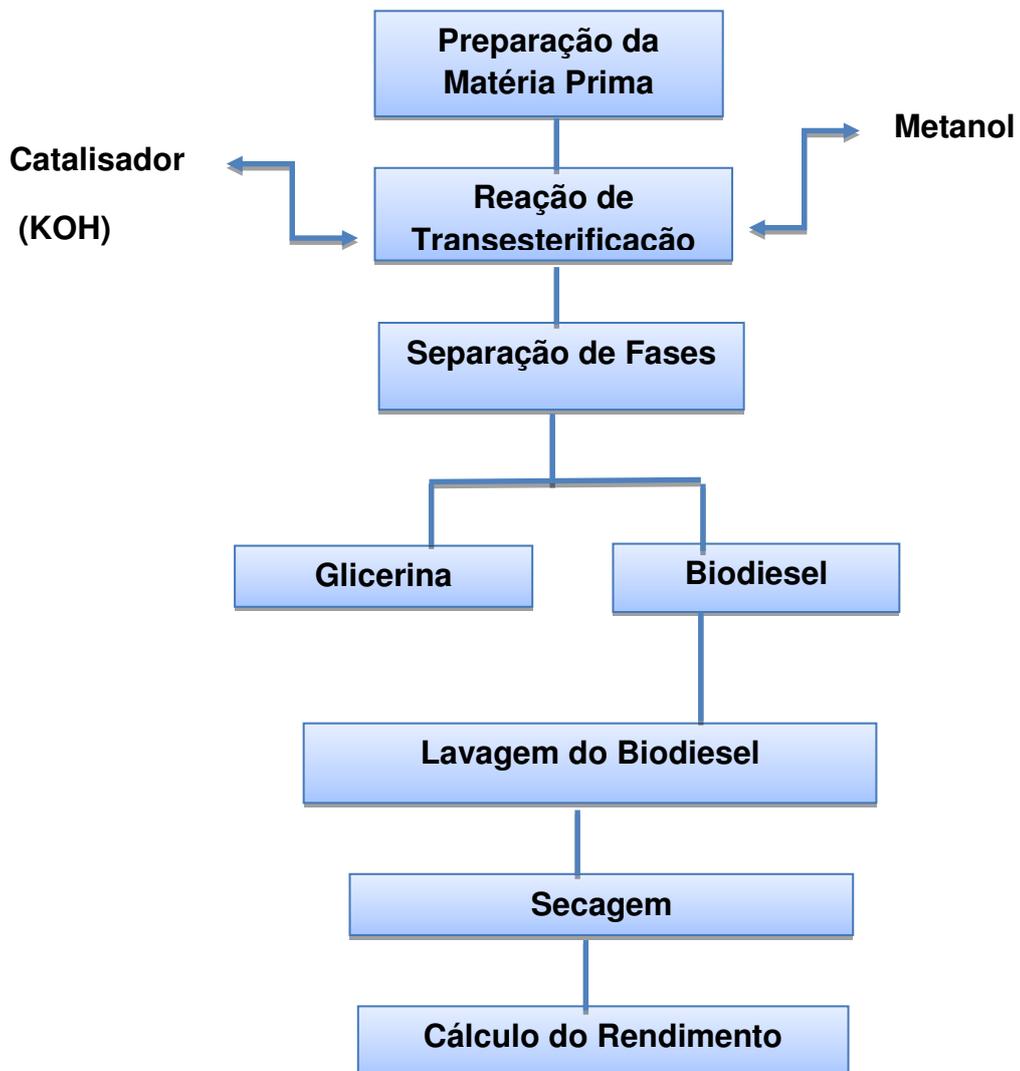
4.1. Processo de Produção do Biodiesel

A obtenção do biodiesel foi realizada a partir de óleo de girassol (marca Salada) no Laboratório de Biocombustíveis e Química Ambiental da Universidade Federal de Campina Grande-UFCG, Campus de Cuité-PB.

4.2. Síntese do biodiesel metílico de óleo de girassol

A síntese procedeu conforme ilustrado na figura 6.

Figura 6: Síntese do Biodiesel.



Fonte: Dados da pesquisa

A síntese foi realizada pela rota metílica e catálise básica convencional, foi utilizado o álcool metanol, catalisador KOH e 300 gramas de óleo de girassol. Seguindo os seguintes passos:

- I. Em um béquer de 1000 ml, pesou-se **300g** de óleo de girassol refinado adquiridos em comercio local (Figura 7-A);
- II. Aqueceu-se o óleo até 105 °C para evaporar qualquer vestígio de água no óleo, utilizando um agitador magnético com controle de temperatura para melhor promover a reação;
- III. Esperou-se o óleo resfriar até aproximadamente 60°C para que ao ser adicionado o álcool, o mesmo não evapore-se (temperaturas superiores a 78°C);
- IV. Adicionando o álcool e catalisador:
 - o Na transesterificação via **rota metílica** (100% de metanol). Em um béquer de 100 ml pesou-se **60g** de álcool metílico puro em balança semi-analítica e em seguida foi adicionado 0,8% da massa do óleo, nesse caso **0,3g**, de catalisador hidróxido de potássio, KOH, formando o 'metóxido';
- V. Com o óleo resfriado, mantendo a temperatura entre 40-50°C foi adicionado o metóxido, deixado à mistura sob agitação lenta por 30 minutos (Figura 7- B e C);
- VI. Após esse tempo, a massa reacional foi transferida para um funil de decantação e deixado em repouso por 12 horas (Figura 8-A);
- VII. Posteriormente ao repouso removeu a parte mais densa, a glicerina (Figura 8-B);
- VIII. Após remover a glicerina, iniciou-se o processo de lavagem, aquecendo-se cerca de 300 ml de água destilada a 70-80°C e adicione ao biodiesel. Agite bastante para promover a lavagem, sempre inclinando a torneira do funil de decantação para cima e abrindo a mesma para que a pressão do ar escape. Deixou-se em descanso por 30 minutos;
- IX. Repitiu-se a operação de lavagem 03 a 04 vezes ou até neutralizar a água. A neutralização foi observada adicionando 02 gotas fenolftaleína

1% e observando a sua coloração, caso ficasse ligeiramente rosa, indicará a presença do KOH, o catalisador. É justamente na lavagem que se removerá as emulsões formadas, o catalisador e excesso de álcoois e impurezas do biodiesel. Ao adicionar à fenolftaleína a água da lavagem apresenta-se incolor, pode interromper os processos de lavagem;

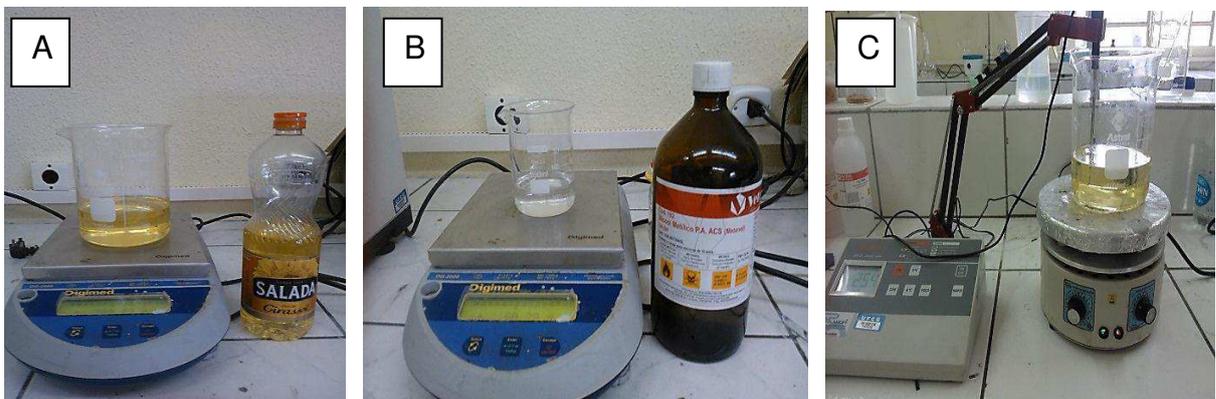
- X. Após remoção da água de lavagem, pesou-se um béquer vazio de 400 ml e anotou-se seu peso em seguida removeu-se o biodiesel do funil de decantação com o béquer que foi pesado e levou-se para secagem em estufa por 3 horas a 105°C para evaporação e remoção total da água (Figura 10);
- XI. Após esse tempo retirou-se o béquer com o biodiesel, levou-se ao um dessecador até esfriar a temperatura ambiente. Em seguida pesou-se o béquer com o biodiesel e anotou-se seu peso;
- XII. Subtraiu-se o peso do béquer vazio do peso do béquer com o biodiesel seco. Anotou-se esse valor como **valor real**;
- XIII. Calculou-se o rendimento utilizando a equação [1]:

$$\text{Rendimento} = \frac{\text{Valor Real}}{\text{Valor teórico}} \times 100\% \quad [1]$$

Onde: Valor real = Valor obtido experimentalmente.

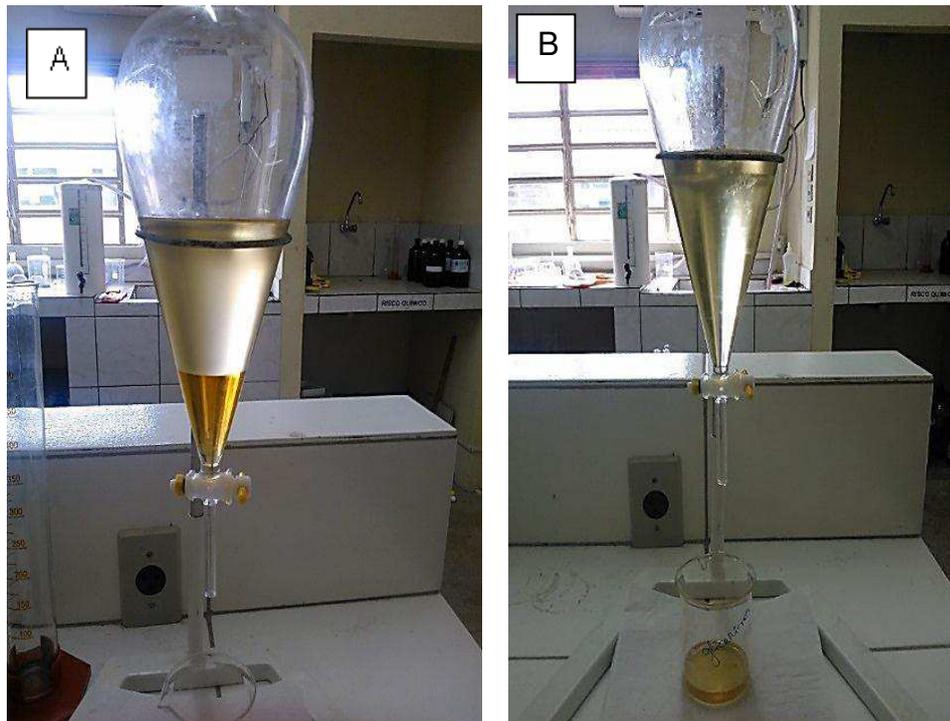
Valor teórico = peso do óleo vegetal ou animal.

Figura 7: Processo de pesagem dos reagentes até a reação de transesterificação.



Fonte: Dados da pesquisa

Figura 8: A- (Biodiesel+ glicerina) / B-(Glicerina)



Fonte: Dados da pesquisa

Depois de realizar a síntese do biodiesel iniciou-se as lavagens do mesmo para coleta das amostras de água para análises de medidas de pH, turbidez, sólidos totais, teores de óleos e graxas e espectroscopia no infravermelho.

4.3. Recipiente utilizado para coleta das amostras

Os recipientes utilizados foram frascos de vidro cor âmbar, com capacidade para 1000 mL. As amostras foram coletadas e preservadas de acordo com as normas do laboratório.

- Lavou-se as mãos com água e sabão;
- Lavou-se os frascos com água e sabão em água corrente;
- Lavou-se os frascos com água deionizada;
- Tampou-se o frasco e identificou-se com o número da amostra;

Para as análises das propriedades físico-químicas de águas de biodiesel, após cada coleta, as amostras foram identificadas pelos números de 1 a 4 como mostra a figura 9.

Figura 9: Frascos para coleta das amostras.

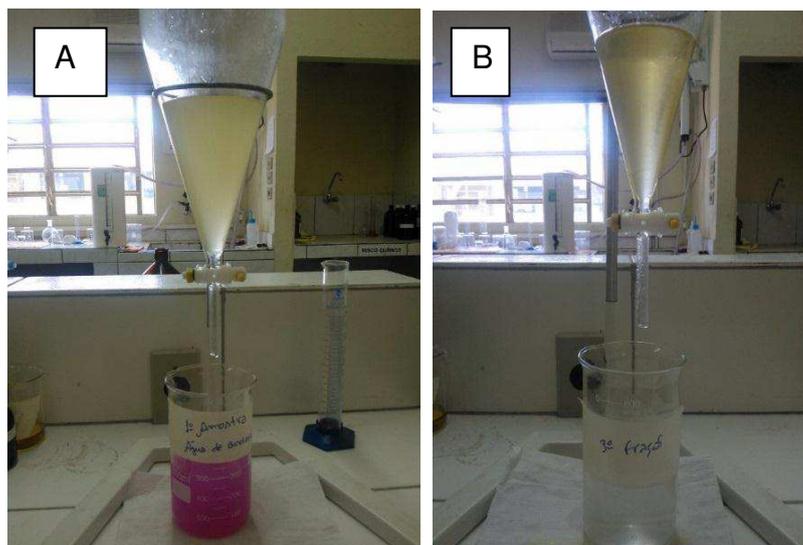


Fonte: Dados da pesquisa.

4.3.1. Procedimentos para coleta das amostras

A limpeza dos frascos é de grande importância para impedir a introdução de contaminação nas amostras e dessa forma evitar erros provenientes do processo de amostragem. Cada coleta foi armazenada em frascos escuros (cor âmbar) com capacidade para 1000 mL previamente higienizada, e mantida em refrigeração.

Figura10: Processo de lavagem da 1ª(A) e 3ª(B) água do biodiesel

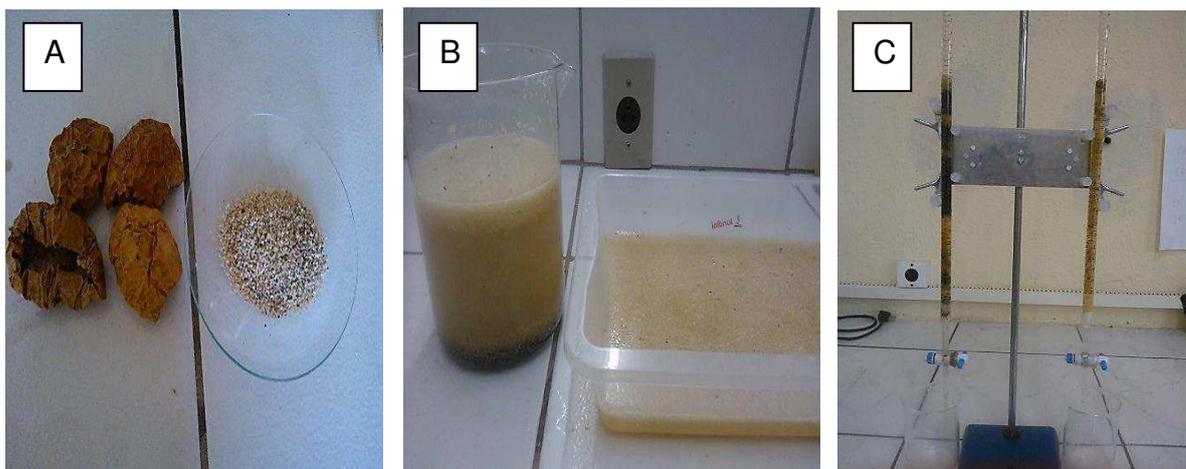


Fonte: Dados da pesquisa

4.4. Coluna utilizando o adsorvente natural casca de maracujá

A preparação do adsorvente proveniente do Maracujá foi realizado seguindo o procedimento seguinte: a casca do maracujá foi cortada e separada da poupa foi seca ao sol por 15 dias, em seguida foi triturada em um liquidificador, formando um pó. (Figura 11- A) Antes da preparação da coluna o adsorvente foi lavado por 3 vezes para retirar umas partículas brancas que existe na poupa da casca (Figura11– B), na sequencia utilizou um béquer de 250mL para colocar o adsorvente e preparar a coluna cromatográfica (Figura 11-C). Em uma bureta de 50 mL, foi umedecida uma pequena porção de algodão e colocado na parte inferior, próximo a torneira ,tomando cuidado para não pressionar e bloquear a passagem da amostra. A vazão do efluente pelo adsorvente foi de 2 mL/min.

Figura 11: Preparação do adsorvente para coluna cromatográfica



Fonte: dados da pesquisa

4.5. Determinação das propriedades físico-químicas

4.5.1. Determinação do pH

O pH influencia no grau de solubilidade de várias substâncias, e conseqüentemente na intensidade da cor na distribuição das formas livres e ionizadas de diversos compostos químicos, defini o potencial de toxicidade de vários elementos (LIBÂNIO,2010).

O pH das amostras de água foram medidos em um potenciômetro (pHmetro) digital, pH METEL MODEL, da marca PHTEK, modelo:PHS-3B digital (Figura 12), como o procedimento a seguir:

- O aparelho foi ligado por um tempo de 15 mim;
- Em seguida foi inserido na solução pH 7,0 e 4,0 (tampão);
- Posteriormente foram feitas as medidas de pH, e anotado os valores.

Figura12:pHmetro



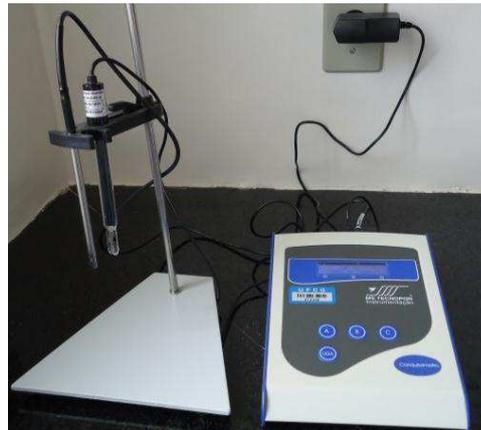
Fonte: Dados da pesquisa

4.5.2 Determinação da Condutividade

A condutividade foi determinada por meio de um condutímetro digital, modelo mCA 150 (Figura 13). As medidas de condutância foram realizadas seguindo as etapas:

- O aparelho foi ligado por um tempo de 15 minutos;
- Lavou-se a célula com água destilada;
- Enxugou com papel absorvente macio com cuidado para que não atinja as platinas;
- Em seguida mergulhou-se a célula e o sensor de temperatura na solução padrão e esperou-se até que a leitura estabilizar-se.
- Por fim anotaram-se os valores de condutividade.

Figura 13:Condutivímetro.



Fonte: Dados da pesquisa

4.5.3. Determinação da Turbidez

A turbidez das amostras foi medida em um turbidímetro modelo TB 1000 (Figura 14). De acordo com a sequência operacional a seguir:

- Ligou-se o turbidímetro;
- Retirou-se as ampolas da embalagem proteção;
- Limpou-se o vidro para remover as impurezas;
- Calibrou-se o aparelho com as amostras padrões;
- Inseriu-se a amostra a ser analisada;
- Fez-se a leitura.

Figura 14: Turbidímetro



Fonte: Dados da pesquisa

4.5.4. Determinação de Sólidos totais (ST)

As análises de sólidos totais (ST) foram realizadas através do método gravimétrico de determinação de sólidos totais a 105°, segundo APHA (1998).

As amostras foram analisadas em triplica, foram separados 3 balões de fundo chato pesados anteriormente em uma balança analítica e anotados seus pesos (Bv).

Na seqüência foram adicionados 50 mL de água das amostras 1ª e 4ª em cada um dos balões (Figura 15-A).

A etapa seguinte foi submeter as amostras ao aquecimento para evaporação até quase a secura total em chapa aquecedora (Figura 15-B). Posteriormente ao aquecimento os balões foram levados a estufa por 2 horas para que a água residual evaporasse por completo (Figura 15-C). Após a estufa os balões foram colocados no dessecador até o resfriamento e novamente pesados e anotados os seus pesos (Bs).

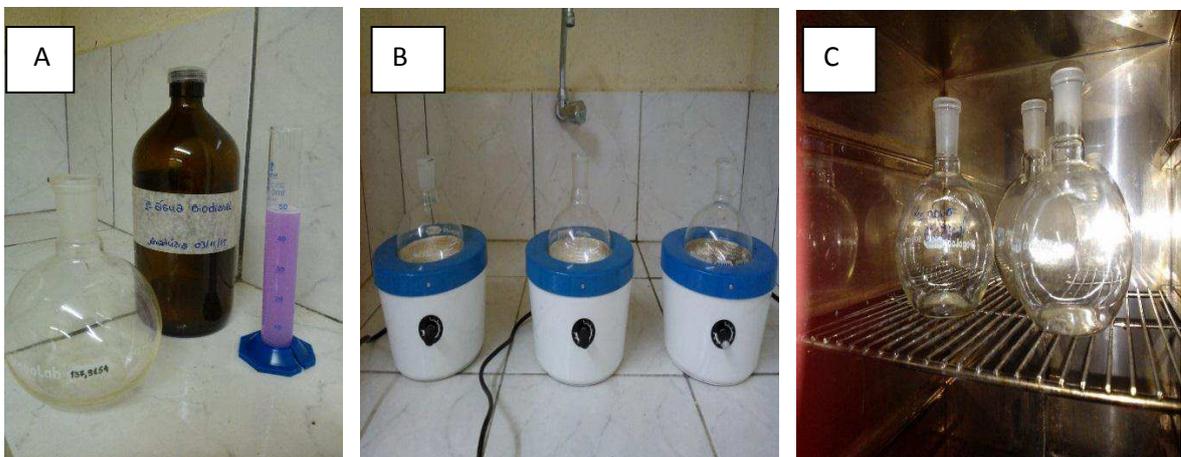
O cálculo dos sólidos totais foi determinado pela equação [2]:

$$\text{Sólidos Totais (mg/L)} = \frac{(Bs - Bv)}{V \text{ (mL)}} \quad [2]$$

Em que: Bs é o peso (resíduo seco + balão) em gramas;

Bv é o peso do balão em gramas e o V como o volume da amostra em mL.

Figura 15: Processo de determinação de Sólidos Totais



Fonte: Dados da pesquisa

4.5. 5. Óleo e graxas (TOG)

A metodologia utilizada para determinação de óleos e graxas foi uma adaptação do método gravimétrico de extração com n-hexano, segundo escrito em APHA (1998). O processo está ilustrado na Figura 16.

O procedimento foi realizado com a pesagem de um balão vazio em seguida foram transferidos 50 mL da amostra do efluente para um béquer de 250mL, esta amostra foi previamente acidificada com HCl 1:1, posteriormente transferiu a amostra para um funil de decantação, lavou-se cuidadosamente o béquer que continha a amostra com 50 mL de clorofórmio e adicionou-se a lavagem de solvente para o funil de separação contendo a amostra, foi adicionado 3 gotas de alaranjado de metila agitando vigorosamente por 2 mim deixou em repouso e esperou-se a separação distinta das camadas .

Ao separada as fases, fase inferior incolor e superior 'vermelha cereja ', retirou a camada de solvente através de um funil contendo papel de filtro umidificado com o solvente, contendo no papel de filtro 5g de Na₂SO₄ e foi coletado, em um balão de destilação limpo e pesado vazio.

Na sequência os balões foram colocados em chapas aquecedora para evaporação, e posteriormente levados a estufa por 1 hora a 105°C ,em seguida foi levado para um dessecador durante 30 min e pesou-se posteriormente calculou-se o volume da amostra pela diferença do peso inicial.

O resíduo que ficou depois da evaporação do solvente foi pesado para determinar a quantidade de óleos e graxas (APHA, 2005), utilizando a Equação [3]:

$$TOG (mL/L) = (B - A). 1000/mL \text{ de amostra} \quad [3]$$

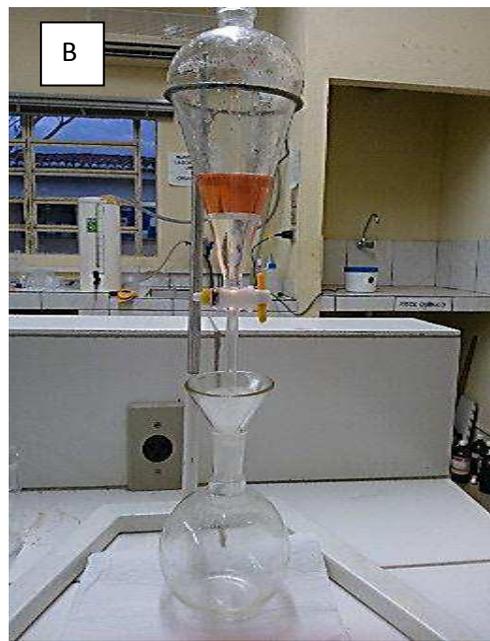
Onde: A = peso do balão volumétrico vazio e seco antes da extração

B= peso do balão volumétrico com o resíduo após extração

Figura 16: Processo de determinação do Teor de Óleos e Graxas (TOG)



(a) 1ª amostra de água



(b) Água e clorofórmio



(c) balões na chapa aquecedora



(d) balões na estufa

Fonte: Dados da pesquisa

4.6. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho

Os espectros de absorção na região do infravermelho foram obtidos em espectrofotômetro marca Shimadzu, modelo IR Prestige, utilizando pastilhas de KBr, no intervalo de 4000 – 400 cm^{-1} . As análises foram realizadas no (LACOM/UFPB).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análises Antes do Tratamento da Água

5.1.1 Medidas de pH

As medidas de pH foram realizadas em triplicata, onde apresentaram valores médios distintos, os quais estão indicados na tabela 3. Onde foram obtidas 4 amostras de águas referente a 1ª, 2ª, 3ª e 4ª lavagem do biodiesel.

Observa-se que houve uma diminuição no pH da 1ª amostra para a 4ª amostra, pois quanto mais lavou-se o biodiesel maior a diminuição da basicidade da água, (Figura 17). A 1ª amostra apresentou um pH básico médio de 10,25, enquanto que a 4ª amostra, apresentou um pH de 6,78.

Portanto entre os valores obtidos somente a 4ª amostra encontra-se dentro dos valores admissíveis para as condições de descarte de efluentes nos lençóis freáticos, visto que estabelecidos pelo CONAMA, que estabelece um pH entre 5 a 9. (CONAMA 430/2011)

Parron, 2011, afirma que todas as fases de tratamento de água e de efluentes, neutralização, precipitação, coagulação, desinfecção e controle de corrosão dependem do valor do pH da água.

Tabela 3: Medidas de pH/desvio padrão das amostras de águas.

	Valores de pH			V _M de pH	D.Padrão	Norma da CONAMA 430/11 5,0 – 9,0
Amostra 1	10,63	9,41	10,71	10,25	0,73	
Amostra 2	8,66	10,13	9,66	9,48	0,75	
Amostra 3	9,42	9,27	9,20	9,29	0,048	
Amostra 4	6,64	7,02	6,70	6,78	0,18	

V_m de pH=Valor médio de pH; D.padrão= Desvio padrão.

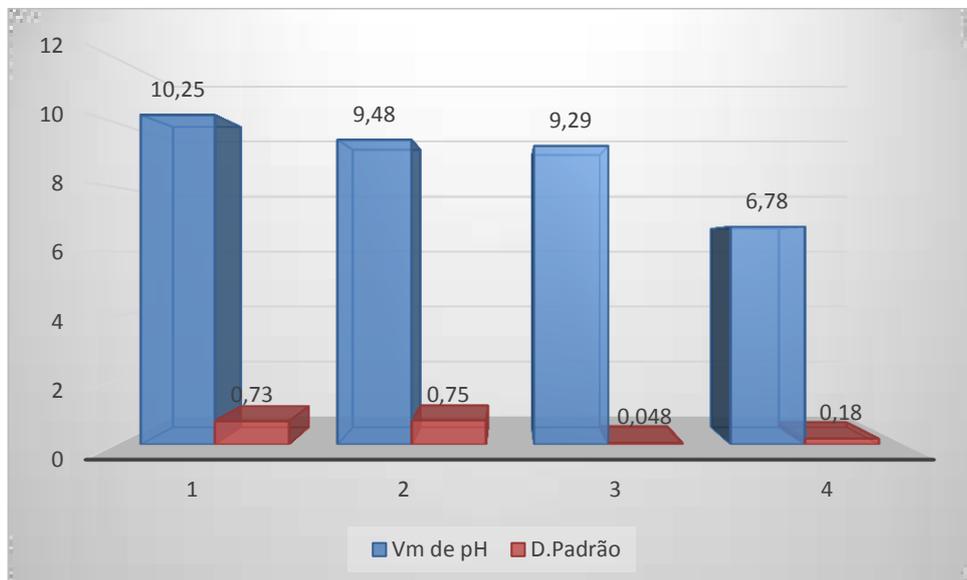
Fonte: Dados pesquisa.

A figura 17 apresenta os valores médios de pH e o desvio padrão relacionados a cada medida obtida experimentalmente.

Observa-se que houve um pequeno desvio padrão nas medidas, indicando que os erros do operante e/ou do equipamento são aceitáveis.

As frações de águas apresentaram valores de pH que foram variando no decorrer de cada lavagem, saindo de um pH básico para um valor próximo da neutralização. Isso ocorre devido a retirada das impurezas presentes na água do biodiesel, provenientes dos compostos dissolvidos.

Figura 17: Valores de pH/Desvio padrão das águas antes do tratamento.



Fonte: Dados pesquisa.

Estes dados são parecidos com os resultados encontrados nos trabalhos de Silva (2015) e Grangeiro (2009).

5.1. 2. Análise da Turbidez

As águas de lavagens geradas na produção do biodiesel apresentaram valores elevados de turbidez, com exceção da 3ª amostra que foi de 78,03 UNT e amostra 4 com 61,2 UNT. Por meio dos dados obtidos, verifica-se que as amostras 3 e 4 estão dentro dos parâmetros da Resolução do CONAMA 430/11 (Art.16) visto que, a mesma afirma que nos corpos receptores a turbidez não pode ultrapassar 100 UNT.

A Tabela 4 apresenta os resultados de turbidez para as amostras coletadas, observa-se que as amostras 1 e 2 possuem os maiores valores de turbidez, pois estas são referentes as primeiras lavagens.

Tabela 4:Medidas de Turbidez/desvio padrão das amostras de águas.

	Valores de Turbidez(NTU)			Vm de	D.Padrão	Norma
				Turbidez	(S)	
Amostra 1	953	952	950	951,6	1,52	da CONAMA 430/11 100 UNT
Amostra 2	931	930	934	931,6	0,17	
Amostra 3	77,6	78,3	78,2	78,03	0,17	
Amostra 4	61,0	61,4	61,2	61,2	0,26	

Vm=Valor médio; D. padrão=Desvio padrão.

Fonte: Dados pesquisa.

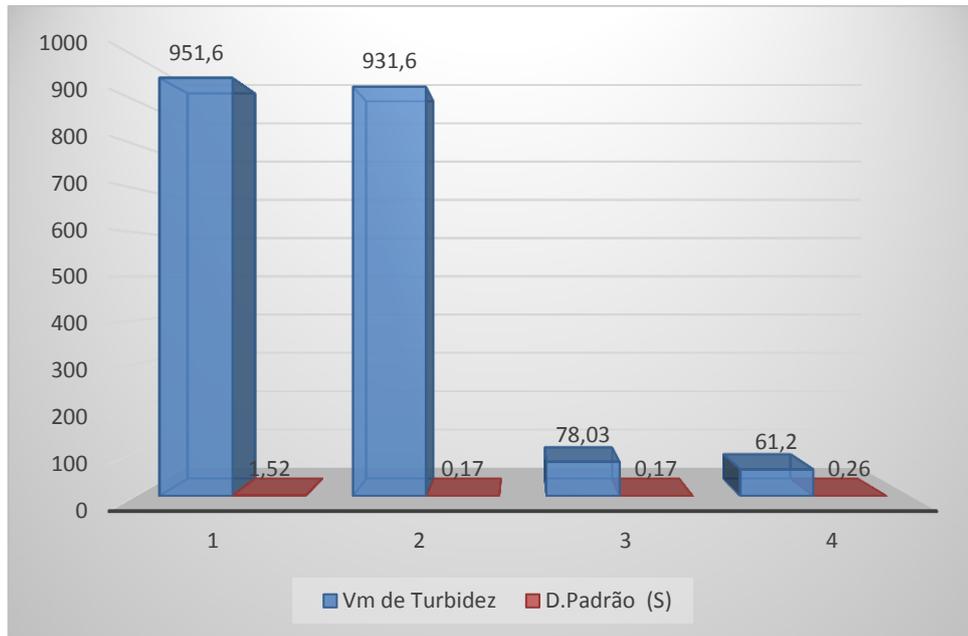
Segundo Casali, 2008, o elevado teor de turbidez surge por matérias orgânicas e inorgânicas que estão em suspensão e pode servir de abrigo para o microorganismo e diminuir a eficiência do tratamento químico ou físico da água.

Observa-se também que nos ensaios, 3^a e 4^a ocorreu uma diminuição significativa. Isso é atribuído a retirada das partículas dispersas na solução. O melhor resultado ocorreu para a 4^a amostra, que apresentou uma turbidez de 61,2 UNT.

A Figura 18 representa melhor e referência aos valores médios de turbidez e ao desvio padrão. No que se refere ao desvio padrão ocorreu um desvio mais acentuado da 1^a amostra em relação aos demais isso pode ser atribuído a erro do operante ou do equipamento.

No que se refere aos valores de turbidez as amostras analisadas apresentaram valores que variaram de 951 a 61,2, ocorrendo uma grande diminuição de valores.

Grangeiro (2009) enfatiza resultados elevados de turbidez, de maneira especial na 1^a lavagem.

Figura 18: Valores de Turbidez/Desvio padrão das águas antes do tratamento.

Fonte: Dados da pesquisa

5.1.3 Análise de Condutividade Elétrica

A condutividade elétrica é a capacidade que a água possui de conduzir corrente elétrica. Este parâmetro está relacionado com a presença de íons dissolvidos na água, que são partículas carregadas eletricamente, e a alcalinidade, que tem relação direta com a presença e/ou ausência de carbonatos e bicarbonatos. (SANTOS, 1997). A norma do CONAMA 430/2011 não estabelece valores fixos para condutividade elétrica.

Alguns estudos realizados por Neves (2011) foram observados que valores de condutividade para efluentes de biodiesel apresentaram valores; inicial de (2540 $\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$) e final (5160 $\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$), dando valores um pouco mais altos para efluentes obtidos no presente estudo, mostrados na Tabela 5 e Figura 19.

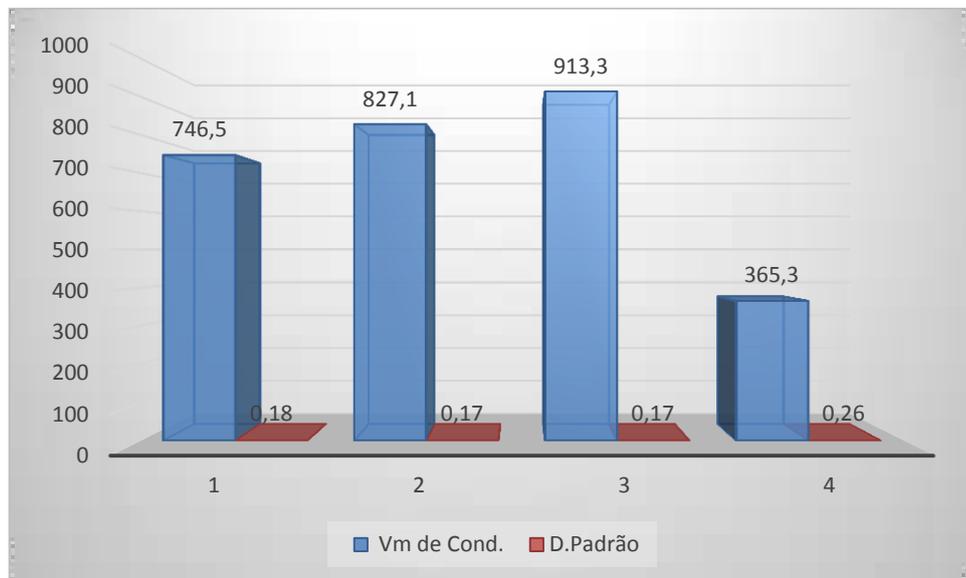
Foi observado que os valores de condutividades para efluentes do biodiesel do girassol aumentou nas três primeiras amostras e na quarta água de lavagem que é a menos concentrada obteve-se um valor mais baixo com 365,3 $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$.

Tabela 5: Medidas de condutividade/desvio padrão das amostras de águas

	Valores de Condutividade (mS.cm ⁻¹)			Vm de Cond. (mS.cm ⁻¹)	D.Padrão	Norma da CONAMA
Amostra 1	746,6	746,3	746,4	746,5	0,18	430/11
Amostra 2	827,3	827,0	827,2	827,1	0,17	*Não
Amostra 3	913,5	913,4	913,2	913,3	0,17	especifica
Amostra 4	365,6	365,1	365,2	365,3	0,26	valor mínimo ou máximo

Vm de Cond.= Valor médio de condutividade;D.padrão= Desvio padrão.

Fonte: Dados da pesquisa

Figura 19: Valores da condutividade/Desvio padrão das águas antes do tratamento

Fonte: Dados da pesquisa

A condutividade é a quantidade de íons dissolvidos na solução, quanto maior a concentração desses íons dissolvidos maior será a capacidade desses íons conduzir corrente elétrica. Portanto observa-se que na 2ª amostra e na 3ª amostra a dissociação desses íons é maior, isto explica o aumento da condutividade. Entretanto na 4ª amostra ocorre uma menor dissociação desses íons, diminuindo a corrente elétrica.

5.1.4 Análises de sólidos totais

Segundo ABNT(1989), o método gravimétrico é utilizado para determinação das diversas formas de resíduos sólidos em amostras de água, efluentes domésticos e industriais, lodos e sedimentos. Tal método consiste em analisar uma massa ou variação de massa com sinal analítico. De modo geral, operações de secagem, calcinação e filtração são as que definem as diversas frações de sólidos presentes numa amostra.

Foram colocados 50 mL de água nos balões e colocados em chapa aquecedora para evaporação, em seguida colocou-se na estufa por 2 horas. Após retirar os balões da estufa verificou-se que quando a água evaporou ficou uma pequena quantidade de resíduos depositado no fundo dos balões.

Os resultados obtidos na análise de sólidos totais mostraram valores de 3,73 mg/L para 1ª e 0,47mg/L para 4ª amostra, portanto os sólidos totais estão dentro das normas do CONAMA que é de 500 mg/L, conforme Tabela 6.

Os resultados são parecidos com os encontrados por NEVES (2011) que foi de 3,7 mg/L.

Tabela 6: Valores de sólidos totais (ST)/desvio padrão das amostras de águas

	Valores de sólidos totais (mg/L)			Vm	D.Padrão	Norma da CONAMA
Amostra 1	2,8	4,6	3,8	3,73	2,19	430/11
Amostra 4	0,6	0,4	0,4	0,47	2,22	500mg/L

Vm de ST.= Valor médio de ST ;D.padrão= Desvio padrão.

Fonte: Dados da pesquisa

5.1.5. Análises do Teor de Óleos e Graxas.

As análises do teor de óleos e graxas são de suma importância e bastante utilizada sendo parâmetro de qualidade para águas residuais industriais. Portanto esse é um parâmetro que deve ser controlado na indústria de petróleo, visto que é um parâmetro requerido de uma legislação.

Quando existe a presença de óleos e graxas existe também uma diminuição entre a superfície da água e o ar atmosférico, ou seja, a diminuição dessa área de contato impedirá a transferência do oxigênio da atmosfera para água.

GRANGEIRO (2009) enfatiza que em durante o processo de decomposição a presença dessas substâncias diminui o oxigênio dissolvido aumentando demanda bioquímica de oxigênio e a demanda química de oxigênio, provocando irreparáveis alterações no ecossistema aquático.

Na análise do teor de óleos e graxas observa-se que a 1ª amostra apresenta valor de 597,4 mg/L, uma possível explicação seria que na primeira lavagem estariam sendo retirados as substâncias com maior afinidade pela água, ou seja, os compostos mais solúveis como resíduos do catalizador e do álcool.

A partir da segunda lavagem os compostos orgânicos como ácidos graxos, começariam a ser arrastados pela agitação com a água, pode-se observar um valor pequeno de 11,2 mg/L na 4ª amostra. Os valores das análises ficaram próximos do encontrado por NEVES (2011) que analisou águas de lavagens de uma empresa que usava o sistema de batelada encontrando valor médio de 7,2mg/L.

A resolução do CONAMA nº 430/2011, estabelece valores máximos para lançamento de efluentes contendo óleos e graxas inferiores a 20 mg/L para óleos minerais e até 50 mg/L de óleos vegetais e gorduras animais, portanto os teores encontrados na 4ª água de lavagem encontra-se dentro dos valores permitidos, entretanto os valor da 1ª amostra está acima dos valores permitidos pode observar os valores na tabela a seguir.

Tabela 7: Análises do TOG/desvio padrão das amostras de águas

	Valores de TOG (mg/L)			Vm	D.Padrão	Norma da CONAMA
Amostra 1	792	597,4	402,8	597,4	4,35	430/11
Amostra 4	11,3	11,5	11,8	11,2	0,360	Até 50 mg/L

Vm de TOG.= Valor médio de TOG; D.padrão= Desvio padrão.

Fonte: Dados da pesquisa

5.2 Análises Após Tratamento da Água

5.2.1 Medidas de pH

As análises físico-químicas das águas de biodiesel após o tratamento com o adsorvente natural da casca do maracujá não apresentaram um resultado satisfatório, visto que, só o pH da 1ª amostra ficou dentro da norma do CONAMA que é de 5,0 a 9,0 como mostra a Tabela 8.

Estes resultados mostram que a casca do maracujá agiu de maneira eficiente apenas na 1ª amostra de água no tratamento e remoção de substâncias poluentes dos efluentes produzidos no processo de purificação do biodiesel, este adsorvente mostrou-se pouco eficiente para este parâmetro.

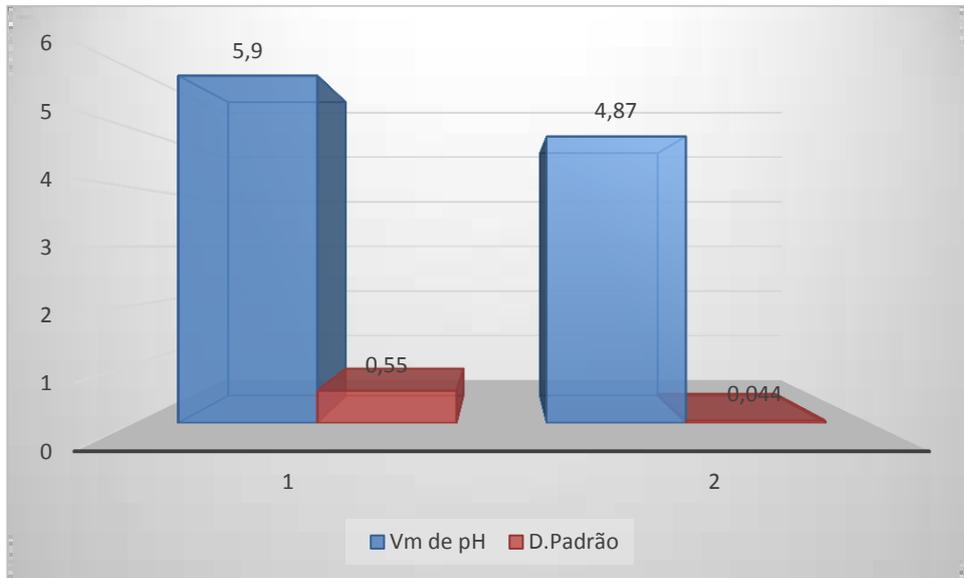
Tabela 8: Medidas de pH/desvio padrão das amostras de águas

	Valores de pH			Vm de pH	D.Padrão	Norma da CONAMA 430/11 5,0 – 9,0
Amostra 1	6,49	5,85	5,38	5,90	0,55	
Amostra 4	4,86	4,84	4,93	4,87	0,044	

Fonte: Dados da pesquisa

Percebe-se uma melhoria analisando os valores do pH da 1ª amostra antes do tratamento era de 10,25 e após o tratamento passou para 5,90, entretanto a 4ª amostra antes do tratamento tinha pH 6,78 e depois do tratamento passou a 4,87 a fase estacionaria com adsorvente do maracujá conseguiu adsorver constituintes que diminuiram a basicidade e aumentar a acidez, devido a este fato a 4ª amostra ficou fora da norma do CONAMA que é de pH 5,0 a 9,0.

SILVA (2015), utilizou um adsorvente natural da casca do Cuité para tratamento de águas de efluentes do biodiesel de algodão e obteve resultados semelhantes, após o tratamento o pH passou de 11,5 para 6,5.

Figura 20: Valores do pH após o tratamento.

Fonte: Dados da pesquisa

5.2.2 Medidas de Turbidez

Apesar da turbidez não ser um indicador direto de risco para a saúde, o seu aumento em cursos d'água, prejudica a zona de luz e, conseqüentemente, a fotossíntese interferindo no equilíbrio natural daquele ecossistema aquático.

Percebe a eficiência no tratamento ao analisar os valores antes do tratamento para a 1ª amostra que era de 951,6 UNT e após tratamento passou para 382,3 UNT uma melhoria significativa, a 4ª amostra antes do tratamento era de 61,2 UNT depois do tratamento passou para 15,8, entretanto, o valor da 1ª amostra é considerado elevado para descarte, já que a turbidez dos efluentes, a serem descartados, não devem ultrapassar 100 NTU (Resolução do CONAMA, 2005) conforme Tabela 9.

Tabela 9: Medidas de Turbidez /desvio padrão das amostras de águas

	Valores de Turbidez			Vm de turbidez	D.Padrão	Norma da CONAMA 430/11
Amostra 1	384,0	382,0	381	382,3	1,3	100 UNT
Amostra 4	16,0	15,9	15,7	15,8	0,17	

Fonte: Dados da pesquisa

Os dados obtidos após o tratamento com o adsorvente da casca do maracujá da 1ª e 4ª amostras de águas do biodiesel mostrou que o adsorvente é eficiente em relação a turbidez, pois a mesma diminuiu consideravelmente apresentando um resultado satisfatório, porém apenas a amostra 4ª está dentro das normas do CONAMA, segundo Figura 21.

A Figura 21 representa de forma mais clara o efeito da turbidez da 1ª para 4ª amostra, mostrando que houve uma diminuição significativa.

Figura 21: Valores da turbidez após o tratamento.



Fonte: Dados da pesquisa.

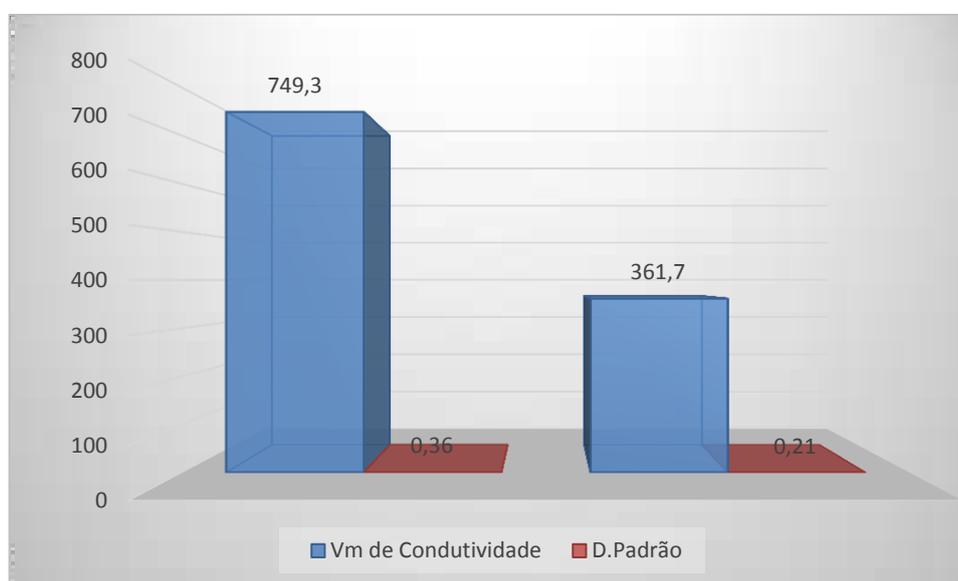
5.2.3 Medidas de Condutividade Elétrica

Em relação as medidas de condutividades obtidos após a passagem das amostras pela coluna foi observado que houve uma melhoria na 4ª amostra passando de $365,3\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$ antes do tratamento para $361,7\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$ após o tratamento, conforme Tabela 10 e Figura 22. Para a amostra 1ª foi observado um aumento na condutividade, provavelmente devido as etapas de manuseios. Como não há indicação de condutividade nas normas do CONAMA, essa variação não é tão essencial, uma vez que a 4ª amostra seria mais importante devido um maior grau de purificação do efluente.

Tabela 10: Medidas de condutividade /desvio padrão das amostras de águas.

	Valores de condutividade ($\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$)			Vm de Condutividade	D.Padrão	Norma da CONAMA
Amostra 1	749,7	749,2	749,0	749,3	0,36	430/11
Amostra 4	361,9	361,6	361,5	361,7	0,21	Não especifica valor mínimo ou máximo

Fonte: Dados da pesquisa

Figura 22:Valores da condutividade após o tratamento

Fonte: Dados da pesquisa.

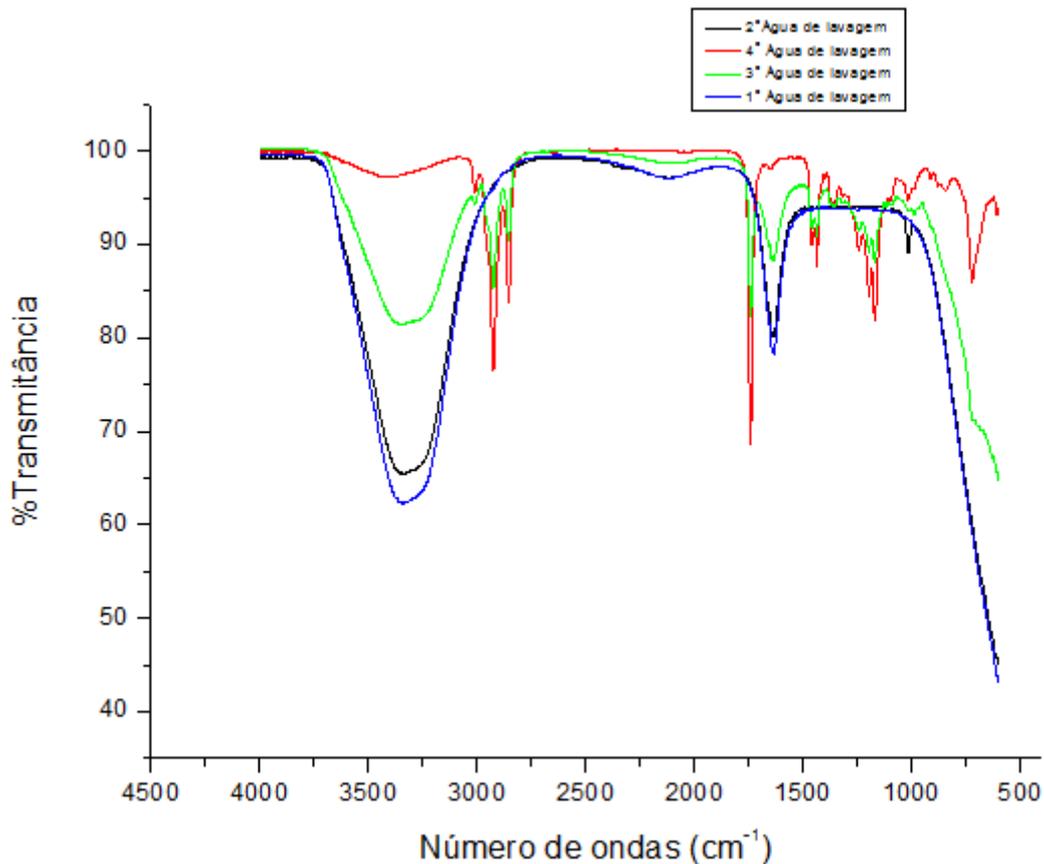
5.3. Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho

A espectroscopia na região do infravermelho (IR) é uma técnica de extremamente importante para análise orgânica qualitativa, sendo amplamente utilizada nas áreas de química de produtos naturais, síntese e transformações orgânicas. O infravermelho e demais métodos espectroscópicos modernos como a ressonância magnética nuclear (RMN), espectroscopia na região do ultravioleta-visível (UV-VIS) e espectrometria de massas (EM) constituem hoje os principais recursos para a identificação e elucidação estrutural de substâncias orgânicas. São, também, de alta relevância na determinação da pureza e quantificação de substâncias orgânicas, bem como no controle e acompanhamento de reações e

processos de separação (SILVERSTEIN et al ,1991). A espectroscopia na região do infravermelho tem sido, também, amplamente utilizada em linhas de produção, no controle de processos industriais (LOPES e FASCIO, 2004).

Após a obtenção das quatro amostras de águas após o processo de lavagem foram realizadas análises por espectroscopia no infravermelho observando as seguintes bandas características, ilustrada na Figura 23.

Figura 23: Espectro de IR do Efluente das (águas de lavagens) obtido na purificação do biodiesel – Superpostos.



Fonte: Dados da pesquisa

Na Figura 23 acima se observa os espectros superpostos das quatro frações de efluentes provenientes da lavagem. A banda em 3600-3000 cm^{-1} é atribuída ao estiramento do grupo O-H de alcoóis, essa banda é maior na 1ª lavagem, consequência do arraste do álcool em excesso, pois na primeira lavagem as substâncias que interagem com a água são solubilizadas em maior quantidade como os alcoóis. Nota-se também a diminuição a cada lavagem do biodiesel, isto é uma

menor transmitância da 1ª para 2ª, da 2ª para 3ª e da 3ª para 4ª lavagem. Essa diminuição serve como indício de que as lavagens agem de forma eficiente na remoção do álcool colocado em excesso, do catalisador, como também de substâncias solúveis em água.

Vibrações que aparecem em 2800 - 3000 cm^{-1} , com picos em 2934 e 2985 cm^{-1} que vão aumentando a cada lavagem são atribuídos à ligações C-H de estiramentos de grupos $-\text{CH}_2-$ e $-\text{CH}_3$ de compostos alifáticos e pelo estiramento do grupo C-H em 1500 e 1400 cm^{-1} onde são bem mais acentuados nos espectros da 3ª e 4ª lavagem. Esse fato é atribuído a presença de matéria orgânica nos efluentes como o biodiesel e ácidos graxos livres que não reagiram e que são arrastados no processo de lavagem.

O pico em 1740 cm^{-1} é atribuído à deformação axial do estiramento do grupo funcional carbonila C=O que indica a presença de éster, um indicativo de que no processo de lavagem, resíduos de biodiesel são arrastados. E as bandas que aparecem entre 1300 cm^{-1} e 1100 cm^{-1} atribuídas ao estiramento C-O de ácidos carboxílicos e ésteres.

6. CONCLUSÕES

O presente estudo proporcionou a caracterização de propriedades físico-químicas de efluentes provenientes do biodiesel do óleo de girassol.

Os parâmetros de pH e turbidez foram os que apresentaram resultados mais significativos, considerando as medidas após o tratamento com o adsorvente da casca do Maracujá, que proporcionou adequar o valor de pH da 1ª amostra de lavagem para medida dentro da faixa preconizada pelo CONAMA.

O método de tratamento implementado neste estudo mostrou-se viável para tratar efluentes de biodiesel, a partir de adsorvente natural feito da casca do maracujá, onde este apresentou resultados eficientes no tratamento da turbidez.

Com relação ao adsorvente empregado neste trabalho pode-se afirmar que é viável e de baixo custo, sendo um material que é constantemente desperdiçado, e pode ser utilizado para tratamentos de efluentes de biodiesel, considerando que esta melhoria pode contribuir para qualidade da água de efluentes de descarte após a aplicação desta metodologia.

Como perspectiva futura seria interessante investigar com outras técnicas espectroscópicas características referente a biomassa do adsorvente estudado e aplicar a metodologia estudada à diferentes tipos de matrizes.

REFERÊNCIAS

ABBAG, O.J., TARSIANO, M.A.A; CORRÊA, L.S. Análise da produção e comercialização do Maracujá Amarelo no Mercado Brasileiro de Fruticultura, 17. 2002, Belém. **Os novos desafios da Fruticultura Brasileira. Anais.**Belém: SBF/EMBRAPA, 2002

ABNT-Associação Brasileira de Normas Técnica. Águas - **Determinação de resíduos (sólidos) - Método gravimétrico.** Rio de Janeiro, 1989.

AEA - A Agência Européia do Ambiente é uma agência da União Européia. **Evidencia das alterações climáticas em toda a Europa confirma necessidade urgente de adaptação.** Disponível em:<<http://www.eea.europa.eu/pt/pressroom/newsreleases/evid5.2encia-das-alteracoes-climaticas-em>>. Acesso: 13 de abril de 2015.

AKPINAR, E.K. Mathematical modelling of thin layer drying process under open sun of some aromatic plants. **Journal of Food Engineering**, London, v.77, n.4, p.864-870, 2006.

AL-ZUHAIR, S.; JAYARAMAN, K.V.; KRISHNAN, S.; CHAM, W. The effect of fatty acid concentration and water content on the production of biodiesel by lipase. **Biochemical Engineering Journal**, v. 30, p. 212 – 217, 2006.

APHA. Standard methods for the examination of water and wastewater. 20.ed. Washington: American Public Health Association, 1998.

AZEVEDO NETO, J.M & RICHTER, C.A. Tratamento de água. Tecnologia **Atualizada.** Editora Edgard Blucher Ltda, São Paulo ,1991.

BATISTA, T. N.; MAYNART M. C.; SUFFREDINI H. B.; **Separação Eficiente de Glicerol e Biodiesel através da utilização de blends de metanol e etanol.** LEMN, CCNH, Universidade Federal do ABC, Santo Andre, SP, Brasil. Junho 2009.

BAIRD, C. Química ambiental, tradução da 2ªed. Porto Alegre: Bookman, 2002.

BRAGA, B.; HESPANHOL, I.; CONEJO, J. G. L.; BARROS, M. T. L. de; SPENCER, M.; PORTO, M.; NUCCI, N.; JULIANO, N.; EIGER, S.

Introdução à engenharia ambiental. São Paulo: Prentice Hall, 2002, 305 p.

BRASIL, Lei 11.097, de 13 de janeiro de 2006. Disponível em: http://www.biodiesel.gov.br/docs/lei11097_13jan2005.pdf. Acesso em 13 de junho de 2015.

CARDOSO, A .A.; Biocombustível ,o mito do combustível limpo. **Química nova na escola** .Nº28, maio 2008 .

CARNIATO, J.G., GERALDO, S.M., BRITO-PELEGRINI, N.N., PELEGRINI, R.T. & PATERNIANI, J.E.S. 2007. Avaliação da toxicidade de percolado de resíduos sólidos pós tratamento biológico e fotocatalítico. **Engenharia Ambiental: Pesquisa e Tecnologia**. 4(2): 92-101.

CASALI, Carlos Alberto, **Qualidade da água para consumo humano ofertada em escolas e comunidades rurais da região central do Rio Grande do Sul**. 173f. Dissertação (Mestrado em ciências do solo)-Programa de Pós-Graduação em Ciências do solo, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2008

CONAMA- Conselho Nacional do Meio Ambiente, **Resolução N°430, de 13 de maio de 2011**. Dispõe Sobre as condições e padrões de lançamentos de efluentes, complementar e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005, do Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA

CONAMA. 2011. **Resolução CONAMA nº 430**. Brasília: Conselho Nacional do Meio Ambiente. **Resolução CONAMA nº 357/2005**. Disponível em: www.mma.gov.br/port/conama/res/res05/res35705.pdf, acessada em 02 maio de 2015.

COSTA NETO, P.R., ROSSI, L.F.S., ZAGONEL, G.F. & RAMOS, L.P. 2008. **Transesterificação de óleo comestível usado para produção de biodiesel e uso em transporte**. Disponível em: www.biodiesel.gov.br

com.br/estudos/biodiesel/biocombustivel alternativo. htm Acesso em: 01 maio de 2015.

DE BONI, L. A. B.; GOLDANI, E.; MILCHAREK, C. D.; SANTOS, F. A.; **Tché Química**. 2007, 4, 41.

DEGANI A. L. G.; CASS, Q. B.; VIEIRA, P. C. **Cromatografia, um breve ensaio**. QUÍMICA NOVA NA ESCOLA Cromatografia N° 7, MAIO 1998.

ESCOBAR, J. C.; LORA, E. S.; VENTURINE, O. J.; CASTILLO, E. F.; ALMAZAN, O. – **Biofuel: Environment, technology and food security**. Volume 13, Issues 6-7, Agosto-setembro 2009, paginas 1275-1287. Disponível em:< <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1364032108001329>>. Acesso em:17/04/2015.

FERREIRA, L. H.; HARTWIG, . H.; ROCHA, R. C.; Algumas Experiências Simples Envolvendo o Princípio de Le Chatelier; **Química Nova na Escola Le Chatelier** N° 5, maio 2007. Disponível em: <<http://qnesc.sbgq.org.br/online/qnesc05/exper1.pdf>>, Acesso em: 03 de Maio 2015.

FELIZARDO, P.M.G. 2003. *Produção de biodiesel a partir de óleos usados de fritura*. Instituto superior técnico. Lisboa.

GERIS R.; SANTOS, N. A. C.;AMARAL, B. A.;MAIA, I.S.;CASTRO, V.D.; CARVALHO, J. R. M.; Biodiesel de Soja – Reação de Transesterificação para Aulas Práticas de Química Orgânica; **Quim. Nova**, Vol. 30, No. 5, 1369-1373, 2007. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/qn/v30n5/a53v30n5.pdf>>, Acesso em: 01 Maio 2015.

GOLDANI, E. et al. Tratamento físico-químico de efluentes líquidos provenientes da purificação do biodiesel. In:**SIMPÓSIOESTADUAL DE AGROERNEGIA, 2.; REUNIÃO TÉCNICA ANUAL DE AGROENERGIA, 2.**, 2008, Porto Alegre. Anais...Pelotas: Embrapa Clima Temperado, 2008. p. 1-5.

GOLDEMBERG, J. A modernização do uso da biomassa e conseqüente inserção do biodiesel na matriz energética brasileira. 2003. **1º Congresso Internacional de Biodiesel** - Ribeirão Preto, São Paulo.

GRANGEIRO, R. V. T. **Caracterização da água de lavagem proveniente da purificação do biodiesel.** 2009. 40 f. Dissertação (Mestrado) –Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Universidade Federal da Paraíba, Paraíba, 2009.

IBGE (Rio de Janeiro, RJ). **Produção agrícola municipal** 2006. Disponível em: <www.ibge.gov.br>. Acesso em 13junho 2015

KNOTHE G.; VAN GERPEN, J.; KRAHL, J.; **The Biodiesel Handbook**, AOCS Press: Champaign, Illinois, 2005, cap. 2 e 4. Disponível em: <http://www.demec.ufmg.br/disciplinas/eng032-BL/processo_biodiesel.pdf> Acesso em: 02 de Maio de 2015.

LIBÂNIO, MARCELO. **Fundamentos de qualidade e tratamento de água/** Marcelo Libânio, Campinas, SP: Editora Átomo, 2010.

LOPES, W.A.; FASCIO, M. Esquema para interpretação de espectros de substâncias orgânicas na região do infravermelho. **Quim. Nova**, Vol. 27, No. 4, 670-673, 2004

LORA, E.E.S. 2000. **Prevenção e Controle da Poluição nos setores energético, industrial e de transporte.** Brasília: ANEEL, 503 p.

MACEDO, J. A. **Introdução à química ambiental – química e meio ambiente e sociedade**, 1ª ed. Juiz de Fora: CRQ-MG, 2002.

MACEDO, J.A.B. **Águas & Águas: Métodos Laboratoriais** . 3ª Edição. Belo Horizonte, MG: CRQ-MG, 2007.

MA, F. & HANNA, M.A. 1999. Biodiesel production: a review. **Bioresour Technol**, Lincoln., 70: 1-15.

MARTINEZ, C.B.R. & CÓLUS, I.M.S. **Biomarcadores em peixes neotropicais para o monitoramento da poluição aquática na bacia do rio Tibagi.** Londrina, PR: M. E. Medri, p. 551-577, 2002.

MEDEIROS, V. M. **O uso de quimiometria em três estudos de dados ambientais multivariado envolvendo a temática qualidade de água.** João Pessoa-PB. Programa de Pós-Graduação em Química, UFPB, 2004, Tese de Doutorado, 87p.

MEHER, L. C.; VIDYA S. D.; NAIK S. N.; Technical aspects of biodiesel production by transesterification: a review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, Volume 10, Junho 2006, paginas: 248–268.

MENANI, R. No passado e no presente, sempre uma alternativa. **Revista Biodiesel e Agronegócios**. Ed. Letra Boreal. Ano 1. N1. 2005.

MUNIZ, H. J. T. **Colecionando frutas**. Arte e Ciência Editora. 2008

NEVES, T. A. **Tratamento físico-químico dos efluentes líquidos da produção de biodiesel metílico em regime de funcionamento contínuo e bateladas**. Cuiabá/2011. 129p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Edificações e Ambiental.) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Edificações e Ambiental da Universidade Federal de Mato Grosso, Cuiabá /2011.

NIMET, G; SILVA, E. A.; PALÚ, F.; DARIVA, C.; FREITAS, L. S.; MEDINA NETO, A.; CARDOZO FLIHO, L. Extraction of sunflower (*Helianthus annuus* L.) oil with supercritical CO₂ and subcritical propane: Experimental and modeling. **Chemical Engineering Journal**, 168, p. 262-268, 2011

NOUREDDINI; Hossein. **System and process for producing biodiesel fuel with reduced viscosity and a cloud point below thirty-two (32) degrees Fahrenheit**. USPTO Patent Full. Patent n0 6.174.501. p. 4-14. 2001.

OLIVEIRA, L. B. **Potencial de aproveitamento energético de lixo e de biodiesel de insumos residuais no Brasil**. Rio de Janeiro, 2004. 237p. Tese (Doutorado em Ciências em Planejamento Energético) – Programa de Pós-graduação de Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2004.

PARENTE, E. J. S. **Biodiesel: uma aventura tecnológica num país engraçado**. Fortaleza, Ceará: tecbio, 66p, 2003.

PARRON, L.M.,etal.;**Manual de procedimentos de amostragem e análises físico-química de água** .Dados eletrônicos.-Colombo:Embrapa Florestas ,2011.Disponívelem:<http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/57612/1/Doc232ultimaversao.pdf>

PAVIA,D.L.;LAMPMAN,G.M.;KRIZ,G.S.;VYVYAN,J,R.;**introduçãoà espectroscopia** /Donald L.PAVIA...[et al];revisão técnica Paulo Sergio Santos;[tradução Pedro Barros].-São Paulo:Cengage Learning,2013.

RUGGIERO, C. (Coord.). **Maracujá para exportação: aspectos técnicos**. Brasília: EMBRAPA-SPI, p.11-29, 1996. .

SANTOS, A.C .Noções **Hidro química**. In: **hidrologia: conceitos e aplicações**. **Coordenadores** :Fernando Antônio carneiro Feitosa/Joao Manuel Filho .Fortaleza. CPRM/LABHID-UFPE.P.81-108.1997.

SILVA. J .F.R.;**TRATAMENTO DE EFLUENTES DO BODIESEL DE ALGODÃOUTILIZANDO ADSORVENTE NATURAL (*Crescentia cujete* L.) EM COMPARAÇÃO COM O SINTETICO**. 2015. 42 f, 48 f,49 f, 53 f,79 f, Dissertação(Mestrado em Ciências Naturais e Biotecnologia) – Centro de educação e saúde, Universidade Federal de Campina Grande, Cuité /PB,2015.

SILVA, R. B.. GARCIA M. F. **RISCOS À SAÚDE DOS TRABALHADORES RURAIS: o cultivo de maracujá em pequenas comunidades rurais na Paraíba**. XIII Jornada do trabalho. São Paulo, 2012.

SILVERSTEIN, R. M.; BASSLER, G. C.; MORRILL, T. C.; **Spectrometric Identification of Organic Compounds**, 5th. ed., John Wiley & Sons: New York, 1991.

SCHLLEMER, M. A.; SANTOS, M. D.; CARLETTO, C. L.; KALINKE, C.; RODRIGUES, M. B.; **Análise Físico-Química da Água Resíduaria Proveniente do Processamento de Biodiesel**.:Synergismus Scyentifica UTFPR, Pato Branco, 03 (4) . 2008. Disponível em:

<<http://revistas.utfpr.edu.br/pb/index.php/SysScy/article/download/283/89>>. Acesso em 17 abril de 2015.

SOUTO, M.V.M. ; **Avaliação do catalisador NIMCM-41 na produção de biodiesel de pião-manso**. Trabalho de conclusão do curso (graduação em química) - Universidade Federal de Campina Grande, 2011.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B.; **Química Orgânica**, 8a.ed., LTC: São Paulo, 2006.

SUAREZ,P.A.Z.;MENEGHETTI,S.M.P.;MENEGHETTI,M.R.;WOLF,C.R.**Transformações de triglicerídeos em combustíveis ,materiais poliméricos e insumos químicos: algumas aplicações da catalise na óleo química**.Quím.Nova.V.30,p.667.2007.

SOUZA M. M.; PEREIRA, T. N. S.; MARTINS, E. R. Microsporogênese e microgametogênese associadas ao tamanho do botão floral e da antera e viabilidade polínica em maracujazeiro amarelo (*Passiflora edulis Sims f. flavicarpa degener*). **Ciência Agrotécnica**, Lavras. v.26, n.6, p.1209-1217, nov./dez. 2002.

SUKKASEM, C.; LAEHLAH, S.; HNIMAN, A.; O'THONG, S.; BOONSAWANG, P.; RARNGNARONG, A.; NISOA, M.; KIRDTONGMEE, P. Up flow bio-filter circuit (UBFC): Biocatalyst microbial fuelcell (MFC)configuration and application to biodiesel wastewater treatment. **Bioresource Technology**, 102, 10363–10370, 2011.

VASCONCELLOS, G. F. **Biomassa - A eterna energia do futuro**. São Paulo: Senac. Série Ponto Futuro. 142 p.2002.

VICHI, F. M.; MANSOR, M. T.C. Energia, meio ambiente e economia: o Brasil no contexto mundial. **Química Nova**, v. 32, n. 3, 757-767, 2009.