



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ANALÍTICA E FÍSICO-QUÍMICA
CURSO DE BACHARELADO EM QUÍMICA HABILITAÇÃO INDUSTRIAL

MARIA IMACULADA GONÇALVES SILVEIRA TEIXEIRA

AVALIAÇÃO DE PROCESSOS DE OBTENÇÃO DE BIOLUBRIFICANTES
DERIVADOS DO ÓLEO DE CARNAÚBA

FORTALEZA

2021
MARIA IMACULADA GONÇALVES SILVEIRA TEIXEIRA

**AVALIAÇÃO DE PROCESSOS DE OBTENÇÃO DE BIOLUBRIFICANTES
DERIVADOS DO ÓLEO DE CARNAÚBA**

Trabalho de Conclusão de Curso - TCC
apresentado ao Curso de Bacharelado em
Química do Departamento de Química
Analítica e Físico-Química da Universidade
Federal do Ceará, como requisito parcial à
obtenção do título de bacharel em Química
com Habilitação Industrial.

Orientador: Prof. Dr. Francisco Murilo Tavares
de Luna.

Coorientador: Profa. Dra. Solange Assunção
Quintella.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

T267a Teixeira, Maria Imaculada Gonçalves Silveira.
Avaliação de processos de obtenção de biolubrificantes derivados do óleo de carnaúba / Maria Imaculada
Gonçalves Silveira Teixeira. – 2021.
39 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências,
Curso de Química, Fortaleza, 2021.

Orientação: Prof. Dr. Francisco Murilo Tavares de Luna.
Coorientação: Profa. Dra. Solange Assunção Quintella.

1. Copernicia prunifera. 2. Esterificação. 3. Catálise. I. Título.

CDD 540

MARIA IMACULADA GONÇALVES SILVEIRA TEIXEIRA

AVALIAÇÃO DE PROCESSOS DE OBTENÇÃO DE
BIOLUBRIFICANTES DERIVADOS DO ÓLEO DE CARNAÚBA

Trabalho de Conclusão de Curso – TCC
apresentado ao Curso de Bacharelado em
Química do Departamento de Química
Analítica e Físico-Química da Universidade
Federal do Ceará, como requisito parcial à
obtenção do título de Bacharel em Química
com Habilitação Industrial.

Aprovada em: 03/12/2021.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Francisco Murilo Tavares de Luna
(Orientador pedagógico)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Solange Assunção Quintella
(Orientadora Profissional)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Antoninho Valentini
(Examinador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus.

Aos meus pais, José de Souza Silveira e Maria

Neuda Gonçalves da Silveira.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por me fortalecer e conduzir ao caminho do bem diariamente.

Aos meus pais, pelo exemplo de amor e perseverança.

Ao meu marido, pela paciência e amor incondicional.

À PETROBRÁS, pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de auxílio.

Ao Prof. Dr. Murilo Tavares de Luna e à Prof.^a Dr.^a Solange Assunção Quintella, pela orientação excepcional e exemplar.

À Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) pelo incentivo à pesquisa, na pessoa do Prof. Dr. Adriano pela atenção e solicitude disponibilizando seu tempo, laboratório e moinho de facas.

Ao Prof. Dr. Célio Cavalcanti e a todos do Grupo de Pesquisas em Separações por Adsorção (GPSA), pela contribuição direta ou indireta neste trabalho.

Ao meu tio, Marcos Antônio, pela disponibilidade em coletar e trazer os frutos da palmeira carnaúba de Juritiana- Acaraú- Ce, até Fortaleza.

À Prof.^a Dr.^a Solange Assunção Quintella, idealizadora dos estudos com a carnaúba, e ao José Erilânio Lacerda de Oliveira e à Maria Thiciane Almeida Costa pelo excelente trabalho em equipe.

Aos meus colegas do Núcleo de Pesquisas em Lubrificantes (NPL), pela grande parceria e ensinamentos.

Aos meus amigos, pelo exemplo e boas sugestões.

À banca examinadora pelas valiosas colaborações e sugestões.

“Tantas vezes pensamos ter chegado. Tantas vezes é preciso ir além.”

- Fernando Pessoa

RESUMO

Neste trabalho o óleo de carnaúba foi obtido por extração com solvente, e sua utilização para obtenção de biolubrificante ocorreu por meio de reações de hidrólise e esterificação via catálise homogênea e heterogênea. Foram avaliados dois catalisadores (Amberlyst-15 e ácido p-toluenossulfônico). Para os estudos com catalisador heterogêneo foi utilizado o álcool 2-etilhexanol, e para a avaliação por catálise homogênea foi utilizado o trimetilopropano. Ambas as reações ocorreram durante 6 horas, sob refluxo, agitação magnética e atmosfera inerte com nitrogênio. Na catálise heterogênea a temperatura de reação foi de 90 °C e na homogênea de 107 °C, ocorrendo nesta reação a necessidade de lavagem do material obtido para remoção do catalisador com solução de bicarbonato de sódio a 10%. Na catálise heterogênea, o catalisador foi removido por filtração a vácuo e o álcool por destilação a vácuo. As caracterizações do óleo e dos biolubrificantes sintetizados foram obtidas por meio de análises físico-químicas, Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e Ressonância Magnética Nuclear (RMN). O baixo valor de acidez (0,14 mg KOH / g) e o alto índice de viscosidade (174) competem ao óleo, sua utilização em sistemas metálicos, além de manter a lubricidade mesmo com temperaturas variáveis. A estabilidade à oxidação pode ser melhorada com o uso de aditivos. Para o biolubrificante feito com 2-etilhexanol (B2ET), a viscosidade, o ponto de fluidez e a massa específica ficaram próximos aos valores apresentados pelos biolubrificantes de óleos já estudados, como mamona e macaúba. E o biolubrificante feito com trimetilopropano (BTMP) teve um ponto de fluidez maior, aditivos podem ser usados para reduzir o ponto de fluidez, bons valores de fluidez sugerem o uso de biolubrificantes em países com clima frio. Os elevados valores de acidez de 10 mg KOH / g (B2ET) e 6,65 mg KOH / g (BTMP) indicam a necessidade de tratamento desses produtos. A preferência pelo uso de catalisadores heterogêneos e pelo tratamento das amostras reduziria esses valores de acidez. No Rancimat, os resultados obtidos não foram satisfatórios, 6,81 horas para o B2ET e 3,78 para o BTMP. Conclui-se que o óleo de amêndoa de carnaúba pode ser utilizado como matéria-prima para a síntese de biolubrificantes por meio de reações de esterificação com os referidos álcoois e catalisadores, necessitando de mais estudos, visto que há necessidade de otimização do processo.

Palavras-chave: *Copernicia prunifera*. Esterificação. Catálise.

ABSTRACT

In this work, carnauba oil was obtained by solvent extraction, and its use to obtain a biolubricant occurred through hydrolysis and esterification reactions via homogeneous and heterogeneous catalysis. Two catalysts (Amberlyst-15 and p-toluenesulfonic acid) were evaluated. For studies with heterogeneous catalyst, 2-ethylhexanol was used, and for the evaluation by homogeneous catalysis, trimethylolpropane was used. Both reactions took place for 6 hours, under reflux, magnetic stirring and inert atmosphere with nitrogen. In the heterogeneous catalysis the reaction temperature was 90 °C and in the homogeneous one, 107 °C, occurring in this reaction, the need to wash the material obtained to remove the catalyst with a 10% sodium bicarbonate solution. In heterogeneous catalysis, the catalyst was removed by vacuum filtration, and the alcohol by vacuum distillation. The characterizations of the oil and the synthesized biolubricants were obtained through physical-chemical analysis, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Nuclear Magnetic Resonance (NMR). The low acidity value (0.14 mg KOH/g) and the high viscosity index (174) compete with the oil, its use in metallic systems, in addition to maintaining lubricity even with varying temperatures. Oxidation stability can be improved through the use of additives. For the biolubricant made with 2-ethylhexanol (B2ET), the viscosity, pour point and specific mass were close to the values presented by biolubricants from oils already studied, such as castor and macauba oil. And the biolubricant made with trimethylolpropane (BTMP) had a higher pour point, and additives can be used to reduce the pour point, good pour values suggest the use of biolubricants in countries with a cold climate. The high acidity values of 10 mg KOH/g (B2ET) and 6.65 mg KOH/g (BTMP) indicate the need for treatment of these products. The preference for using heterogeneous catalysts and carrying out sample treatment would reduce these acidity values. In Rancimat, the results obtained were not satisfactory, 6.81 hours for B2ET and 3.78 for BTMP. It is concluded that carnauba almond oil can be used as raw material for the synthesis of biolubricants through esterification reactions with the aforementioned alcohols and catalysts, requiring further studies as there is a need for process optimization.

Keywords: *Copernicia prunifera*. Esterification. Catalysis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	– Palmeira <i>Copernicia Prunifera</i>	15
Figura 2	– Ranking dos 20 maiores países em demanda de lubrificantes no ano de 2011.....	17
Figura 3	– Fluxograma descritivo da metodologia de extração e obtenção dos ácidos graxos livres.....	19
Figura 4	– Moinho de facas Pulverisette 16 da Fritsch.....	20
Figura 5	– Frutos da carnaúba maduros à esquerda, sementes (amêndoas) do fruto da carnaúba no centro e a mistura de solvente orgânico mais o óleo extraído dos frutos da carnaúba à direita.....	21
Figura 6	– Aparelho Rancimat da METROHM®.....	23
Figura 7	– Espectro FTIR para o óleo de carnaúba, seus ácidos graxos livres e os produtos da reação de esterificação com o 2-etilhexanol e o trimetilopropano com os catalisadores Amberlyst-15 e Ácido p-toluenosulfônico, respectivamente.....	24
Figura 8	– Espectro de RMN de ¹ H do Óleo de amêndoa de Carnaúba em CDCl ₃	25
Figura 9	– Espectro de RMN de ¹³ C do Óleo da amêndoa de Carnaúba em CDCl ₃	26
Figura 10	– Espectro de RMN de ¹ H dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com 2-etilhexanol em CDCl ₃	26
Figura 11	– Espectro de RMN de ¹ H dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com trimetilopropano em CDCl ₃	27
Figura 12	– Espectro de RMN de ¹³ C dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com trimetilopropano em CDCl ₃	27
Figura 13	– Espectro de RMN de ¹³ C dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com 2-etilhexanol em CDCl ₃	27

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Composição dos constituintes dos frutos da carnaúba	16
Tabela 2	– Composição dos ácidos graxos do óleo de carnaúba (<i>Copernicia prunifera</i>) e do óleo de babaçu (<i>Orbygnia speciosa</i>), expresso em porcentagem (m/m)	16
Tabela 3	– Propriedades físico-químicas do óleo de amêndoa de carnaúba.....	28
Tabela 4	– Propriedades físico-químicas dos biolubrificantes obtidos com o óleo da amêndoa da carnaúba.....	29

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Embrapa	Empresa Brasileira de Pesquisa e Agropecuária
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier
GPSA	Grupo de Pesquisas em Separação por Adsorção
HCl	Ácido clorídrico
H ₂ SO ₄	Ácido sulfúrico
KBr	Brometo de potássio
N ₂	Nitrogênio
NBR	Norma Brasileira Regulamentar
Na ₂ SO ₄	Sulfato de sódio anidro
NPL	Núcleo de Pesquisas em Lubrificantes
PA	Para análise
pH	Potencial hidrogeniônico
PTSA	Ácido para-toluenosulfônico
RMN	Ressonância Magnética Nuclear
TMP	Trimetilolpropano
UFC	Universidade Federal do Ceará

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	OBJETIVOS	12
2.1	Objetivo geral	12
2.2	Objetivos específicos	13
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	13
3.1	Lubrificantes, biolubrificantes e suas propriedades	13
3.2	Obtenção de Biolubrificantes	14
3.3	Carnaúba e suas aplicações	15
3.4	Aplicações dos biolubrificantes	17
4	MATERIAIS E MÉTODOS	18
4.1	Materiais	18
4.2	Obtenção da matéria-prima	19
4.3	Extração do óleo de carnaúba e obtenção de seus ácidos graxos livres	19
4.3.1	<i>Obtenção dos ácidos graxos de carnaúba</i>	21
4.4	Reações de esterificação dos ácidos graxos de carnaúba	21
4.5	Caracterização dos biolubrificantes	22
4.5.1	<i>Caracterização química dos produtos</i>	22
4.5.2	<i>Propriedades físico-químicas e estabilidade oxidativa dos produtos</i>	22
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
5.1	Caracterização química dos biolubrificantes	23
5.1.1	<i>Infravermelho (FTIR)</i>	23
5.1.2	<i>Ressonância Magnética Nuclear (RMN)</i>	25
5.2	Propriedades físico-químicas e estabilidade oxidativa dos produtos	28
6	CONCLUSÕES	31
	REFERÊNCIAS	33

1 INTRODUÇÃO

Preocupações com o meio ambiente não são de hoje, e atingem níveis elevados no âmbito internacional. Governos e agências no mundo todo vêm, ao longo dos anos, promovendo a utilização de alternativas para discutir processos e produtos poluentes. A procura crescente por energia por ocasião do crescimento contínuo da indústria e a demanda por energia, dependem de produtos à base de petróleo. No entanto, o processo de industrialização está aumentando a influência no aumento das demandas, visto que o petróleo é uma matéria-prima não-renovável. Os produtos derivados do petróleo são a principal fonte de energia para alguns setores, como os de combustíveis e lubrificantes. Os lubrificantes à base de petróleo por exemplo, são tóxicos e a causa principal da poluição ambiental (NEGI et al. 2021).

Diante disso, gradualmente, produtos derivados de petróleo estão sendo substituídos por produtos derivados da biomassa, justificando assim o grande aumento na produção de biodiesel nas últimas décadas, buscando inclusive utilizar técnicas inovadoras a fim de se obter produtos com propriedades melhores e de baixo custo.

Os lubrificantes obtidos a partir de óleos vegetais (também chamados de biolubrificantes), têm sido foco de muitas pesquisas, já que a utilização deste tipo de produto em comparação com os derivados do petróleo pode promover diversas vantagens tais como biodegradabilidade, que pode ser uma propriedade adequada em caso de derramamento acidental. Os pontos de fulgor e combustão são maiores em relação ao produto derivado do petróleo, sendo uma grande vantagem levando em consideração o armazenamento e o transporte.

As matérias-primas utilizadas para a produção de biodiesel e biolubrificantes quase sempre são abundantes, sendo facilmente disponíveis tornando a produção mais sustentável. A produção de biodiesel e biolubrificantes contribuem para a implementação de biorrefinarias, onde muitos produtos intermediários como ésteres metílicos de ácidos graxos ou subprodutos como glicerol podem ser reutilizados, incentivando um desenvolvimento econômico local e de forma sustentável, algo bem importante para países ou regiões em desenvolvimento.

Na produção de biodiesel, o processo catalítico homogêneo de transesterificação com metanol como agente transesterificante é geralmente a forma mais comum de obter ésteres metílicos de ácidos graxos a partir de óleos vegetais, no entanto, no processo de

obtenção de biolubrificantes existem várias rotas químicas para obtenção de diversos produtos com características lubrificantes, como transesterificação, esterificação e epoxidação, entre outras rotas. (DELGADO et al. 2021).

Os biolubrificantes são produtos renováveis e não tóxicos com grande potencial, além de ser um produto alternativo para salvar o meio ambiente e atender às demandas da indústria atual, eles diminuem o atrito e o desgaste melhorando a movimentação de componentes que estão em contato direto. A utilização de um lubrificante adequado pode contribuir para um aumento da vida útil das peças mecânicas, sua utilidade e a confiabilidade desse maquinário. Lubrificantes são usados em vários setores na indústria, e suas desvantagens envolvem a evaporação e derramamento desses produtos que contribuem consideravelmente para a poluição. O uso dos biolubrificantes é uma forma de diminuir as perdas ambientais, já que esses materiais são biodegradáveis, não agredem o meio ambiente e podem ser obtidos a partir de fontes renováveis e sustentáveis (NEGI et al. 2021).

Chamada de “árvore da vida”, na carnaubeira tudo se aproveita, desde a raiz à folha. Todas as suas partes são utilizadas comercialmente: Raiz, tronco, frutos e folhas, por isso é uma planta que apresenta grande rentabilidade. No entanto, a cera extraída das folhas no período seco do ano, é o produto comercial que mais se destaca. A carnaubeira é uma planta que cresce de forma lenta e propaga facilmente por dispersão de sementes. Por sua resistência, raramente é atacada por doenças ou pragas (NOGUEIRA, 2009).

O óleo extraído do fruto é de cor verde e tem aspecto de sebo. Um quilo de frutos da espécie *Copernícea prunífera* possui aproximadamente 91 unidades. Pode ser utilizado na alimentação do homem, tanto o obtido por prensagem como o extraído por solvente, eles passam por processos de refinação, tais como, degomagem, neutralização, clarificação e desodorização (QUEIROGA et al. 2017; ARAÚJO et al. 2018; SOAREZ, 2006).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

- O principal objetivo deste trabalho foi a avaliação de processos de obtenção de biolubrificantes obtidos a partir de reações químicas do óleo da amêndoa da carnaúba utilizando catalisadores homogêneos e heterogêneos.

2.2 Objetivos específicos

- Extrair o óleo da amêndoa da carnaúba através de solvente orgânico e realizar sua caracterização por Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), Ressonância Magnética Nuclear e avaliação das propriedades físico-químicas;
- Obter ácidos graxos livres do óleo de carnaúba bem como realizar sua caracterização físico-química e estrutural;
- Obter ésteres através de reações de esterificação com álcoois de cadeia ramificada por catálise heterogênea e homogênea a partir do óleo hidrolisado da carnaúba;
- Determinar as propriedades físico-químicas e estruturais dos produtos obtidos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O aumento da preocupação com o meio ambiente tem elevado a demanda e utilização de óleos lubrificantes biodegradáveis em diferentes áreas, tais como agricultura, navegação, indústria ferroviária e transmissão. A presença de óleo mineral derramado na natureza produz vários impactos negativos ao solo, ocorrendo necessidade de muito tempo para estabilização. Há impedimento do cultivo e desenvolvimento das plantas e da oxigenação da água pela presença de filme formado em sua superfície (LUNA, 2012).

3.1 Lubrificantes, biolubrificantes e suas propriedades

Os lubrificantes são constituídos geralmente de duas partes, óleo básico e aditivo. O óleo base é o componente mais importante dos lubrificantes e compõe cerca de 70–99% de uma formulação de lubrificante. Dispersantes, detergentes, produtos antidesgaste, antioxidantes, depressores do ponto de fluidez e melhoradores do índice de viscosidade, são aditivos utilizados no melhoramento das propriedades físicas e químicas do óleo base. Um lubrificante de boa qualidade possui alto índice de viscosidade, alto ponto de fulgor, alta estabilidade oxidativa e capacidade de prevenção de desgaste (ALMASI et al. 2021).

Estudos têm mostrado que a partir de óleos vegetais é possível produzir lubrificantes estáveis que podem ter um desempenho satisfatório de acordo com as aplicações

e especificações. Com o custo do petróleo e a natureza propícia ao meio ambiente, as modificações químicas realizadas em óleos vegetais dão origem a novos produtos com características lubrificantes. Estes novos produtos podem melhorar suas propriedades como alto índice de viscosidade, alto ponto de fulgor, alta lubrificação e baixas perdas por evaporação, propriedades esperadas para possíveis substitutos de produtos lubrificantes obtidos a base de petróleo (CECILIA et al. 2020).

3.2 Obtenção de Biolubrificantes

Os biolubrificantes são classificados de acordo com sua composição química em óleos naturais e sintéticos. Óleos naturais são feitos de gordura animal ou óleos vegetais e os óleos sintéticos são feitos desses óleos naturais, que servem de matérias-primas para produzir melhores biolubrificantes. Ésteres produzidos através de álcoois, polialcoóis, microrganismos, poliglicóis, éteres perfluoroalquílicos, por exemplo, são capazes de produzir biolubrificantes com propriedades de resistência ao desgaste, lubricidade e estabilidade, superiores do que as encontradas em óleos minerais (CECILIA et al. 2020).

Ésteres são compostos que possuem polaridade baixa e ponto de ebulição menor do que os ácidos carboxílicos de peso molecular parecidos.

A esterificação de Fischer é uma reação de substituição nucleofílica do grupamento acila, envolvendo um ácido carboxílico, álcool e um catalisador ácido. A etapa de purificação do éster é um ponto crítico, pois a reação de formação de ésteres é reversível e a reação inversa, a hidrólise do éster, pode ser catalisada por ácido e por base, sendo necessário, portanto, um certo controle na etapa de neutralização do meio reacional e na destilação (CAVALCANTE et al. 2015).

A reação de esterificação de ácidos graxos livres ocorre em sua forma convencional utilizando-se HCl ou H₂SO₄ como catalisadores em um meio homogêneo. Esses ácidos minerais são retirados dos produtos ao final da reação em etapas de lavagem e purificação. No entanto, esse tipo de catalisador não pode ser reutilizado na reação e produz grande quantidade de água residual. Esse tipo de catalisador pode causar corrosão em tubulações, equipamentos e instalações e pode levar à formação de produtos indesejáveis na reação. Assim, estudo e produção de catalisadores sólidos são importantes para a obtenção de rendimento satisfatório da reação de esterificação e da simplificação das etapas de purificação (KANDA et al. 2017; ALMASI et al. 2021).

3.3 Carnaúba e suas aplicações

A carnaubeira (*Copernicia prunifera*) é uma planta muito encontrada no nordeste brasileiro (Figura 1), estando presente nos estados do Ceará, Rio Grande do Norte e Piauí. (QUEIROGA et al. 2017). Carnaúba é um nome derivado do tupi e significa “árvore-que-arranha”. A espécie, que é uma palmeira, é conhecida ainda como “árvore da vida”, e proporciona usos econômicos diversos (GOMES et al., 2009).

A Carnaúba tem como característica principal a resistência às condições climáticas do semi-árido, fornecendo um importante recurso econômico para os agricultores extrativistas durante o período de seca. (DA SILVA et al. 2018). A cera obtida da carnaúba é formada por longas cadeias parafínicas apresentando gordura, ácidos, amidas, éster, carbonos insaturados de olefinas, carbonos aromáticos e alifáticos ligados ao oxigênio em ésteres, éteres e álcool (FEITOSA et al. 2016).

Figura 1 – Palmeira *Copernicia Prunifera*



Fonte: Autora.

No estado do Ceará são encontrados carnaubais no sertão e no litoral. A maior ocorrência em termos de produção de pó, é observada nos municípios de Granja, Camocim, Moraújo, Santana do Acaraú, Morrinhos e Cariré. Na produção de cera de origem, destacam-se os municípios de Russas, Granja, Morada Nova, Moraújo, Aracati, Cariré e Itarema. A utilização da fibra tem mais importância nos municípios de Canindé, São Gonçalo do Amarante e Pacatuba (ALVES et al. 2006). Na tabela 1 estão destacadas as principais características encontradas no fruto da carnaúba.

Tabela 1 – Composição dos constituintes dos frutos da carnaúba.

Características	Composição (%)	
	Fruto	
	Polpa	Amêndoa
Teor de água	15,4	10,55
Proteína	5,46	6,89
Carboidratos	64,32	63,39
Celulose	5,81	-
Cinzas	2,95	1,55
Teor de Óleo	6,25	13,65

Fonte: (CAVALCANTI, 2014).

Há predominância de mais de 74% de ácidos graxos saturados (Tabela 2) no óleo de carnaúba. O ácido oleico, que é um ácido graxo insaturado, está presente em cerca de 12,16%. O ácido láurico é geralmente encontrado no óleo de palma em concentrações de 40-50%, na carnaúba o valor encontrado foi de 39,42%, valor próximo a quantidade deste componente químico no óleo de coco e no de babaçu, 45,1-53,2% e 40-55%, respectivamente. A alta concentração de ácidos graxos saturados no óleo de carnaúba contribui para sua solidificação a cerca de 18° C.

Como pode ser observado na tabela 2 através dos dados obtidos na cromatografia gás-líquido, a composição em ácidos graxos do óleo de semente de carnaúba é muito semelhante à do óleo de babaçu, pois ambos possuem elevado teor de ácidos láurico e mirístico, podendo assim, o óleo de carnaúba ser usado em produtos cosméticos em substituição ao óleo de babaçu. O óleo de babaçu possui propriedades emolientes, podendo ser usado em produtos para cuidados com a pele e cabelos (GUIMARÃES et al. 2014)..

Tabela 2 – Composição dos ácidos graxos do óleo de carnaúba (*Copernicia prunifera*) e do óleo de babaçu (*Orbygnia speciosa*), expresso em porcentagem (m/m).

ÁCIDOS GRAXOS	CARNAÚBA	BABAÇU
CAPRÍLICO (C8:0)	0,52	2,6 – 7,3
CÁPRICO (C10:0)	0,68	1,2 – 7,6
LÁURICO (C12:0)	39,42	40,0 – 55,0
MIRÍSTICO (C14:0)	24,9	11,0 – 27,0
PALMÍTICO (C16:0)	9,74	n/a
PALMITOLÉICO (C16:1)	0,00	n/a
ESTEÁRICO (C18:0)	2,98	1,8 – 7,4
OLEICO (C18:1)	12,16	9,0 – 20,0
LINOLÉICO (C18:2)	5,47	1,4 – 6,6
LINOLÊNICO (C18:3)	0,41	n/a
EICOSANÓICO (C20:0)	0,13	n/a
BEHÊNICO (C22:0)	0,02	n/a
ERÚCICO (C22:1)	0,00	n/a
LIGNOCÉRICO (C24:0)	0,08	n/a

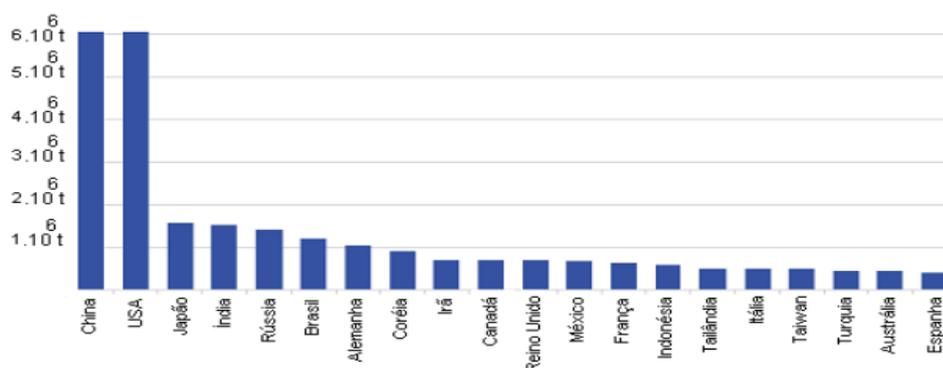
Fonte: (GUIMARÃES et al. 2014).

3.4 Aplicações dos biolubrificantes

De acordo com CHOWDARY et al. (2021) o mercado dos biolubrificantes é segmentado em cinco regiões: América do Norte, Europa, Ásia-Pacífico, América Latina e Oriente Médio e África. A América do Norte em 2015, foi a maior consumidora, com uma receita de US \$ 742,5 milhões, a região é a mais avançada em tecnologia comparando-se com a Ásia-Pacífico, América Latina e Oriente Médio.

Em 2011 (Figura 2) a China e os Estados Unidos estiveram no topo do ranking mundial do mercado de lubrificantes, com a demanda em torno de 6 milhões de toneladas cada, seguidos por Japão com aproximadamente 1,6 milhões e Índia com 1,5 milhões de toneladas.

Figura 2 – Ranking dos 20 maiores países em demanda de lubrificantes no ano de 2011.



Fonte: (SOARES, 2013).

Os lubrificantes podem ser utilizados em sistemas abertos e fechados. Em sistemas fechados, os lubrificantes devem permanecer isolados para que não ocorram vazamentos. Já em sistemas abertos, os lubrificantes são despejados a todo momento no meio ambiente. Entretanto, um manuseio errado ou um erro humano podem causar o descarte indesejado de lubrificantes no meio ambiente. Contudo, os biolubrificantes usados como possíveis alternativas aos óleos minerais tradicionais devem possuir elevados níveis de biodegradabilidade. Suas propriedades físico-químicas de um biolubrificante variam de acordo sua aplicação que são diversas. O óleo de motor, por exemplo, atua diminuindo o desgaste de peças, reduzindo a corrosão do sistema do motor, melhorando a vedação e resfriando o motor.

Em sistemas de motor, os lubrificantes atuam em condições elevadas de pressão e ou temperatura além de ter que serem estáveis à exposição prolongada de contaminantes, deteriorando o lubrificante. Estudos com biolubrificantes com quantidades baixa de enxofre e fósforo obtiveram resultados com menor volatilidade e melhores propriedades do que os lubrificantes feitos de óleos minerais.

Fluidos hidráulicos são usados para transferir energia/potência em um sistema hidráulico, além de lubrificar o sistema. Um projeto de fluido hidráulico com compressibilidade menor tem sua velocidade de transmissão da pressão aumentada, ocasionando uma resposta mais rápida e um melhor aproveitamento da energia. Os óleos vegetais apresentam compressibilidade e viscosidade adequadas para serem usados como fluidos hidráulicos.

Os óleos do compressor devem ser estáveis sob condições severas de temperatura e pressão. Esses lubrificantes devem evitar a corrosão do componente, vedar o cilindro de compressão e regular a temperatura durante o processo de compressão.

Os óleos para usinagem são lubrificantes que resfriam e lubrificam cavacos e arestas, evitando que o sistema aqueça. Porém, seu manuseio pode gerar problemas ambientais e de saúde, principalmente quando aspirados. Por possuir alta viscosidade e baixa volatilidade, o óleo de soja promove menores impactos.

Os lubrificantes para motosserras devem ser biodegradáveis, pois são jogados no solo ou na água durante o seu manuseio, além de terem que ter ponto de fulgor e baixas pressões de vapor a fim de diminuir a inalação de compostos voláteis.

Fluidos isolantes são usados para evitar descargas elétricas, dissipar calor e lubrificar e isolar superfícies, por isso, esses óleos têm que apresentar elevada resistividade elétrica. Os óleos vegetais apresentam maior constante dielétrica comparado com os óleos minerais, por isso são considerados opção de fluidos isolantes sustentáveis em transformadores elétricos (TING et al., 2011; CECILIA et al., 2020).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Os reagentes utilizados na síntese e caracterização dos produtos foram todos de grau analítico, são eles: n-hexanol (Sigma–Aldrich); hidróxido de sódio (Neon, 99%); álcool etílico (Dinâmica, 99,8%); ácido clorídrico (Neon, 37,6%); sulfato de sódio (Dinâmica,

anidro); hidróxido de potássio (Vetec, 85%); amberlyst-15 (Sigma-Aldrich); 2- ethil hexanol (Sigma–Aldrich); ácido p-toluenossulfônico (Sigma-Aldrich, $\geq 98.5\%$); tolueno (Vetec); ácido acético glacial (Vetec); clorofórmio (Vetec); tiosulfato de sódio (Vetec, anidro); solução de Wijs (Vetec); iodeto de Potássio (Vetec).

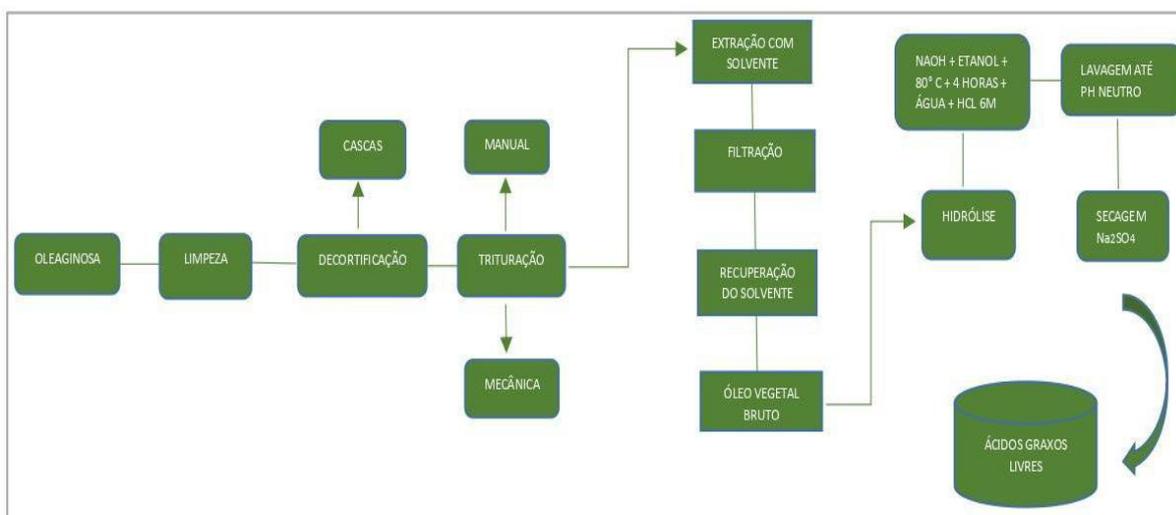
4.2 Obtenção da matéria-prima

O óleo foi obtido das sementes dos frutos da carnaúbeira recém caídas ao solo, coletadas nos meses de dezembro de 2020, janeiro e fevereiro de 2021 no distrito de Juritiana, município de Acaraú no estado do Ceará.

4.3 Extração do óleo de carnaúba e obtenção de seus ácidos graxos livres

A extração e purificação do óleo de carnaúba foram realizadas com adaptações de ARAÚJO et al. (2018), QUEIROGA et al. (2017) e GUIMARÃES et al. (2014). Os procedimentos aplicados foram descritos no fluxograma apresentado na Figura 3.

Figura 3 - Fluxograma descritivo da metodologia de extração e obtenção dos ácidos graxos livres.



Fonte: Autora.

Foram utilizados os frutos da carnaúba maduros. Eles foram lavados com água corrente e secos em estufa à 70 °C por 24 horas, contribuindo para o melhoramento da separação das partes do fruto, e os que foram identificados com parasitas foram descartados. As sementes foram separadas da polpa de forma mecânica, com o auxílio de uma marreta.

Posteriormente, as sementes foram colocadas em um moinho de facas (figura 4) para a obtenção do pó utilizado na extração do óleo.

No processo de trituração, foram utilizadas duas peneiras, uma de 6mm e outra de 5mm. Ou seja, o material foi passado duas vezes no moinho de facas com o objetivo de obter partículas menores do material a ser extraído facilitando o processo de extração através do aumento da superfície de contato entre óleo e o solvente extrator.

Figura 4 - Moinho de facas Pulverisette 16 da Fritsch.



Fonte: Autora.

Para o processo de extração do óleo da carnaúba foi utilizada a seguinte metodologia: O pó das sementes da carnaúba, aproximadamente 40 g, foi colocado em cartuchos de papel de filtro e acomodados dentro do extrator de um sistema soxhlet. Já dentro do balão foram adicionados 200 mL de hexano. Com a manta térmica aquecida, o solvente entra em ebulição em 60 °C. Na etapa do processo de obtenção do óleo, a mistura hexano e óleo apresentou impurezas macroscópicas, como resíduos do pó utilizado na extração, que foram separadas por filtração simples.

Na Figura 5 é possível observar o material da carnaúba utilizado nas reações de obtenção dos biolubrificantes: os frutos maduros, as sementes já separadas e o óleo misturado com o solvente orgânico.

Figura 5 - Frutos da carnaúba maduros à esquerda, sementes (amêndoas) do fruto da carnaúba no centro e a mistura de solvente orgânico mais o óleo extraído dos frutos da carnaúba à direita.



Fonte: Autora.

4.3.1 Obtenção dos ácidos graxos de carnaúba

Os ácidos graxos da carnaúba foram obtidos através da hidrólise do óleo. Na reação, 126 g de óleo e uma solução contendo 15g de hidróxido de sódio e 150 mL de álcool etílico PA foram colocados sob agitação magnética e sistema de refluxo a aproximadamente 80 °C por 4 horas. Posteriormente a mistura foi resfriada a 30 °C, e em seguida foi adicionada certa quantidade de uma solução aquosa de HCl 6M até que o pH da mistura ficasse em torno de 4. O líquido obtido na reação foi lavado com água destilada, sendo esta aquecida, com o objetivo de facilitar o processo de separação da fase, duas fases foram obtidas (orgânica e aquosa). O produto derivado da hidrólise foi seco com o agente secante Na₂SO₄ (Adaptado de KAMALAKAR et al. 2013).

4.4 Reações de esterificação dos ácidos graxos de carnaúba

Os biolubrificantes derivados do óleo de carnaúba foram sintetizados a partir de duas rotas reacionais, uma heterogênea e outra homogênea, e os produtos obtidos dessas reações foram analisados através de testes físico-químicos, RMN e por FTIR.

Nas reações de esterificação via catálise heterogênea foram usados 50,26 g do óleo hidrolisado, 200 mL de 2-Etil hexanol razão óleo e álcool 1:4, e 5% do catalisador em relação a massa do óleo (2,824 g de amberlyst-15). A reação ocorreu por 6 horas, a temperatura de 90 °C, com agitação magnética e atmosfera inerte de nitrogênio. Foi usado um balão de fundo redondo com três bocas, onde em uma das entradas foi acoplado um condensador, e em outra, gás N₂. Após 6 horas, o catalisador foi separado do produto da reação através de filtração à vácuo, processo este simples e rápido devido o catalisador ser

sólido. O álcool foi retirado à vácuo (Kugelrohr-BUCHI), na temperatura de destilação de acordo com o ponto de ebulição do álcool. Os ésteres lubrificantes obtidos foram armazenados e posteriormente caracterizados através de análises físico-químicas e estrutural.

Para as reações via catálise homogênea foi utilizado o ácido p-toluenossulfônico (PTSA) como catalisador em quantidade de 2,5058 g (5% m/m), 50,02 g de ácidos graxos, 24,5142 g do álcool trimetilpropano (TMP) e 15 mL de tolueno, usado para solubilizar o álcool. De modo semelhante à reação de obtenção dos biolubrificantes via catálise heterogênea, esta reação ocorreu por 6 horas, agitação magnética, atmosfera inerte com N₂ e temperatura de 107 °C (ponto de fusão do catalisador). O produto reacional foi esfriado a temperatura ambiente, lavado com solução de bicarbonato de sódio 10% até completa neutralização. Sulfato de sódio anidro foi utilizado para remover o restante de água do material e depois, este agente secante foi separado do óleo esterificado por filtração à vácuo. O produto foi levado a rotaevaporação a 80 °C para a retirada do tolueno.

4.5 Caracterização dos biolubrificantes

4.5.1 Caracterização química dos produtos

Os produtos obtidos foram caracterizados por espectroscopia na região do infravermelho - FTIR, utilizando um equipamento Shimadzu - FTIR-8300, onde foram feitas pastilhas de KBr e os espectros obtidos na faixa de 4000 - 600 cm⁻¹.

A caracterização das amostras também foi realizada por Ressonância Magnética Nuclear de ¹H e ¹³C. Cerca de 20 mg das amostras foram dissolvidas em clorofórmio deuterado e analisadas em espectrômetro Bruker, modelos, Avance DRX-500 e DPX-300. Foram realizados os experimentos em tubo padrão de RMN de 5 mm, e os espectros foram processados com auxílio do software 1D NMR Processor Academic Edition.

4.5.2 Propriedades físico-químicas e estabilidade oxidativa dos produtos

As análises foram realizadas de acordo com as normas NBR 10441 e ABNT NBR 14065 para a viscosidade e massa específica, respectivamente. Foi utilizado um viscodensímetro digital da marca ANTON PAAR, modelo DA3000.

O índice de viscosidade foi calculado utilizando as seguintes equações, abaixo:

$$VI = 100 + \left[\frac{\text{antilog}N-1}{0,00715} \right] \quad (\text{Equação 1})$$

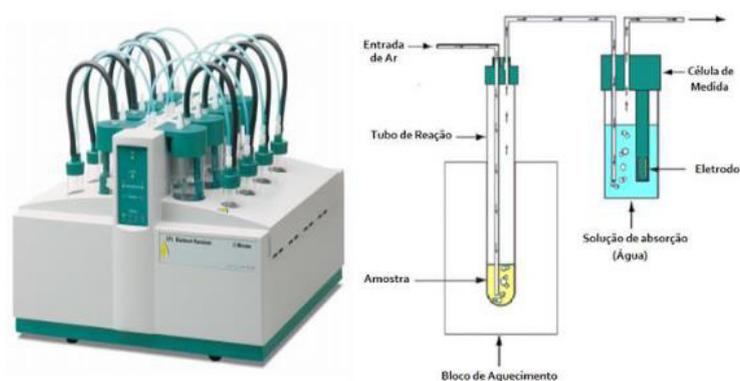
$$N = \frac{\log H - \log U}{\log Y} \quad (\text{Equação 2})$$

Onde: U e Y são os valores de viscosidade cinemática a 40 °C e 100 °C do óleo, respectivamente; H é o valor obtido a partir da tabela disponibilizada na norma ASTM D 2270. Esta equação é utilizada quando $U < H$ (BANKOVIĆ-ILIĆ et al. 2012).

Os resultados obtidos nesta análise foram realizados de acordo com a norma da ASTM D-97, sendo utilizado o aparelho CPP5Gs – Ponto de Fluidez e Ponto de Névoa da ISL.

As análises de estabilidade oxidativa foram realizadas utilizando um equipamento (Figura 6) Rancimat da METROHM® de acordo com a norma EN 14112, a 100 °C, 10 L/h, 200 µS/cm e 48 h.

Figura 6: Aparelho Rancimat da METROHM®.



Fonte: Google Imagens.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

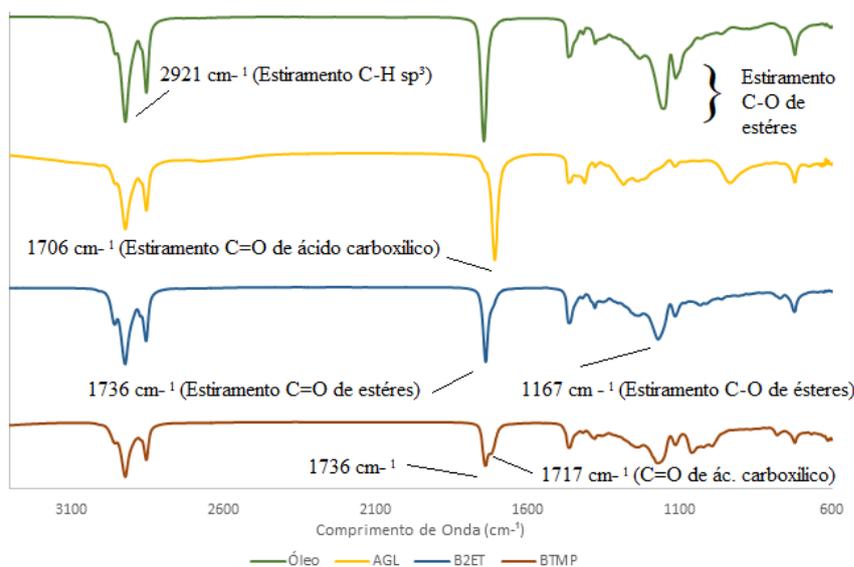
5.1 Caracterização química dos biolubrificantes

5.1.1 Infravermelho (FTIR)

A espectroscopia na região do infravermelho foi realizada com o objetivo de acompanhar as principais mudanças químicas ocorridas no óleo de carnaúba através da

geração de compostos nas etapas de hidrólise e esterificação. A figura 7 apresenta os espectros do óleo, ácidos graxos livres e dos ésteres B2ET e BTMP.

Figura 7: Espectro FTIR para o óleo de carnaúba, seus ácidos graxos livres e os produtos das reações de esterificação com o 2-etilhexanol e o trimetilolpropano com os catalisadores Amberlyst-15 e Ácido p-toluenosulfônico, respectivamente.



Fonte: Autora.

Nos espectros de infravermelho observa-se para o óleo de carnaúba absorções entre 1110 cm⁻¹ e 2921 cm⁻¹, referentes às bandas nas vibrações de estiramento C-O, C=O e C-H. Na região entre 1110 cm⁻¹ e 1149 cm⁻¹ são observadas duas bandas, uma de menor intensidade e outra de maior, sendo esta característica da ligação C-O em ésteres. Já a presença da banda intensa em 1742 cm⁻¹ é característica da ligação C=O de ésteres alifáticos. A ocorrência da ligação C-H é observada na banda de absorção em 2921 cm⁻¹. Após a reação de hidrólise do óleo, foi observado o desaparecimento da banda em 1742 cm⁻¹ e o surgimento de uma banda forte em 1706 cm⁻¹ que é relativa ao estiramento C=O em ácidos carboxílicos. A banda em 1149 cm⁻¹ não é observada no espectro do óleo hidrolisado, indicando prevalência dos ácidos graxos do óleo no estado livre.

Nos espectros dos biolubrificantes, para o B2ET, foi verificado novamente a presença da banda em 1736 cm⁻¹ que está dentro da faixa de 1750 a 1735 cm⁻¹ relativa a ésteres alifáticos normais. Duas bandas de menor e maior intensidade em 1112 cm⁻¹ e 1167 cm⁻¹ também foram observadas, indicando a presença de vibração de estiramento C-O em ésteres. Segundo a literatura, esta absorção aparece entre 1300 e 1150 cm⁻¹ na maioria dos

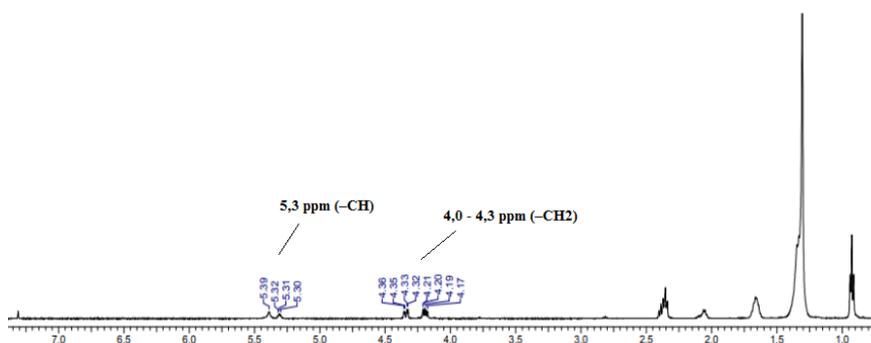
ésteres comuns, sendo que em ésteres de ácidos graxos saturados absorvem mais próximo da frequência mais baixa (VALLE, 2015).

No espectro do biolubrificante obtido com o PTSA são observadas bandas em 1736 e em 1717 cm^{-1} características de éster e ácido carboxílico respectivamente, essas bandas aparecem na mesma amostra analisada quando a conversão dos reagentes em produtos não é completa. Uma banda em 1161 cm^{-1} que corresponde a C-O em éster também aparece. (HAZMI et al., 2013; MADANKAR et al., 2013).

5.1.2 Ressonância Magnética Nuclear (RMN)

No espectro de RMN de ^1H no óleo de carnaúba (figura 8), verifica-se a existência de deslocamentos químicos característicos de glicerídeos: multipletos em aproximadamente 4,0 - 4,3 ppm, referente aos prótons metilênicos ($-\text{CH}_2$) ligados a porção glicerol e multipletos do hidrogênio do ($-\text{CH}$) do glicerol. Os demais deslocamentos químicos são relativos aos hidrogênios dos grupos metilênicos ($-\text{CH}_2$) e ($-\text{CH}_3$) terminal presente ao longo da cadeia carbônica dos ácidos graxos componentes de cada óleo.

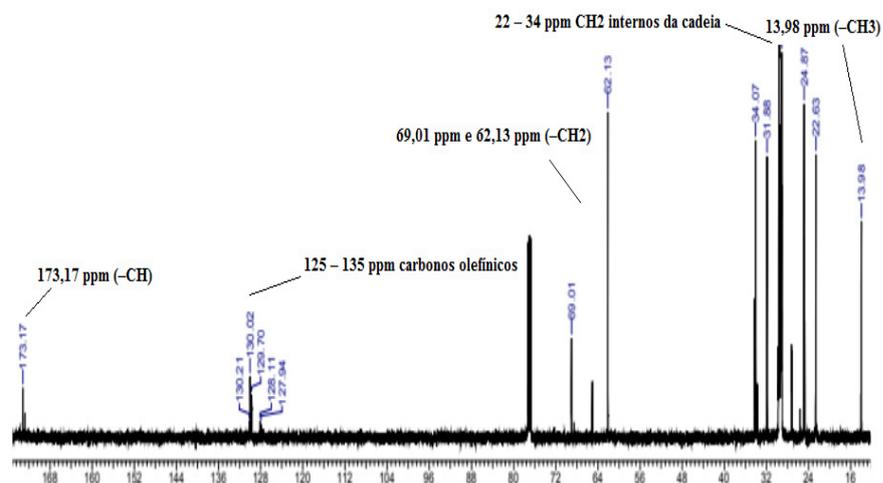
Figura 8– Espectro de RMN de ^1H do Óleo da amêndoa de Carnaúba em CDCl_3



Fonte: Autora.

No espectro de RMN de ^{13}C do óleo de carnaúba (figura 9), os sinais em 69,01 ppm e 62,13 ppm são referentes aos carbonos ($-\text{CH}_2$) e ($-\text{CH}$) ligados a porção glicerol, e a carbonila da função éster $\delta = 173,17$ ppm. Os sinais entre $\delta = 22 - 34$ ppm são de carbonos de grupos CH_2 internos da cadeia e em $\delta = 13,98$ ppm de hidrogênios do grupo ($-\text{CH}_3$) terminal da cadeia carbônica dos ácidos graxos.

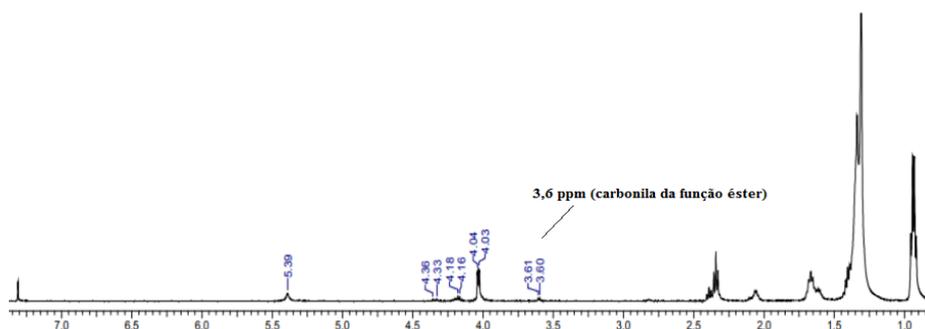
Figura 9 – Espectro de RMN de ^{13}C do Óleo da amêndoa de Carnaúba em CDCl_3



Fonte: Autora.

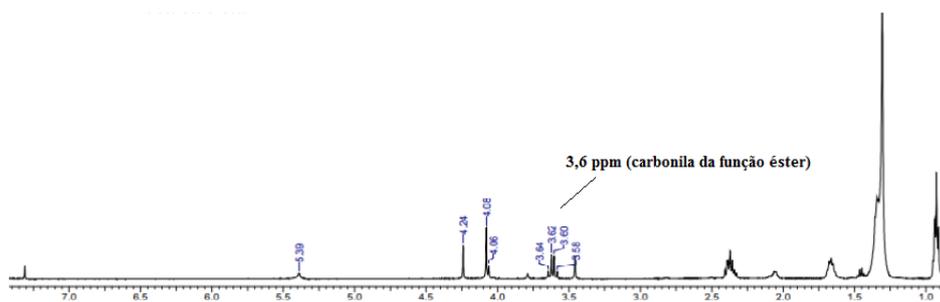
Nos espectros de RMN de ^1H dos ésteres do óleo de carnaúba (figuras 10 e 11) o surgimento do singlete intenso em $\delta = 3,6$ ppm, é relativo a carbonila da função éster. Os sinais apresentados nos espectros de RMN de ^{13}C das figuras 12 e 13 são típicos de ésteres derivados de ácidos graxos. Os picos em $\delta = 22 - 34$ ppm são de carbonos de grupos CH_2 internos da cadeia. Os carbonos olefinicos são observados em $\delta = 125 - 135$ ppm.

Figura 10 – Espectro de RMN de ^1H dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com 2-etilhexanol em CDCl_3



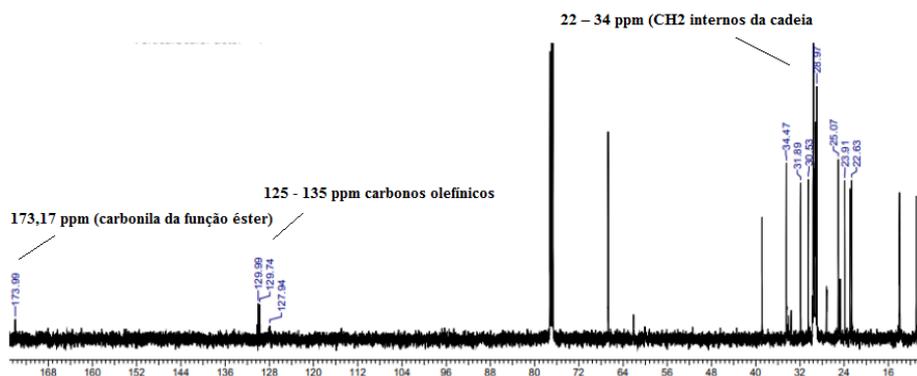
Fonte: Autora.

Figura 11 – Espectro de RMN de ^1H dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com trimetilolpropano em CDCl_3



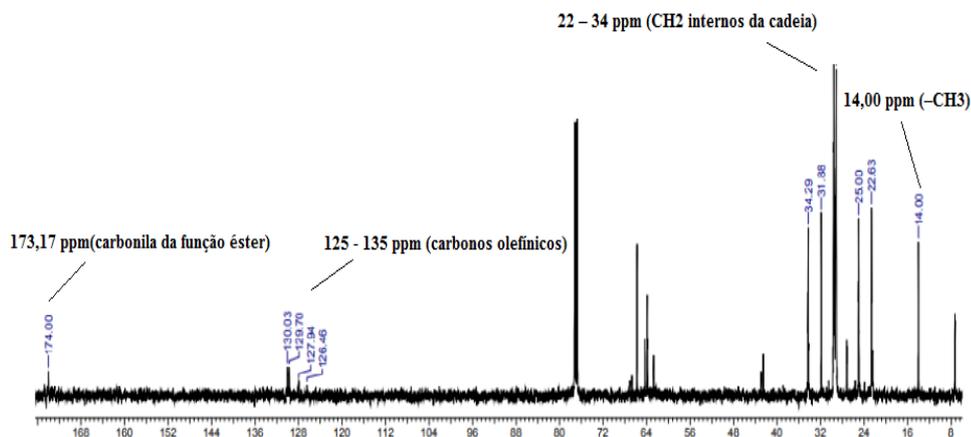
Fonte: Autora.

Figura 12 – Espectro de RMN de ^{13}C dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com 2-etilhexanol em CDCl_3



Fonte: Autora.

Figura 13 – Espectro de RMN de ^{13}C dos Ésteres do Óleo de Carnaúba obtidos com trimetilolpropano em CDCl_3



Fonte: Autora.

5.2 Propriedades físico-químicas e estabilidade oxidativa dos produtos

Os resultados das caracterizações físico-químicas do óleo da amêndoa de carnaúba estão dispostos na (Tabela 3).

Tabela 3 – Propriedades físico-químicas do óleo da amêndoa da carnaúba.

<i>Análises</i>	<i>Unidades</i>	<i>Resultados</i>
Índice de Acidez	mg KOH/g	0,14
Índice de Iodo	gI ₂ /100g	26,9
Índice de Peróxido	mEq/1000g	14,3
Viscosidade a 40°C	mm ² /s	27.360
Viscosidade a 100°C	mm ² /s	6,024
Índice de Viscosidade	-	+174
Estabilidade Oxidativa 110°C	Horas	6,0

Fonte: Elaborada pela autora.

Nos resultados obtidos foi observado uma diminuição da viscosidade com a diminuição da temperatura, este fato é esperado, e o mesmo ocorre de forma semelhante nos óleos minerais (RIBEIRO, et. 2019). Considerando os padrões (EN), (ASTM) e (ANP) os valores obtidos estão, no geral, dentro dos limites estabelecidos (SILVA et al. 2016).

O óleo de carnaúba apresentou baixa acidez (0,14 mg KOH/g), a presença de um epicarpo carnosos levando o óleo a nenhuma exposição ao sol, umidade e microrganismos é a possível responsável por essa característica.

Através do teste de peróxido foi visto que o óleo de carnaúba apresenta menor susceptibilidade a oxidação (14,3 mEq/1000g) que o óleo de mamona (2,56 mEq/1000g), por exemplo, pois este possui mais de 89 % de insaturações (VALLE, 2015).

Através dos resultados obtidos no teste de estabilidade oxidativa foi observado um tempo de indução inferior ao obtido com a macaúba, 6,02 horas (SILVA et al. 2016) e 17,05 horas para a carnaúba. Através desta análise é possível prever o tempo em que o óleo e seus derivados podem permanecer à temperatura ambiente sem passar por modificações em suas propriedades físico-químicas. Uma maior estabilidade oxidativa e índices de peróxido e iodo baixos são características de óleos com grau de insaturação menor (SILVA et al. 2016).

O índice de viscosidade (IV) foi proposto pela primeira vez em 1929 para mostrar o efeito da temperatura sobre a viscosidade cinemática de lubrificantes e seus óleos básicos. De lá para cá, pesquisadores e profissionais da área de lubrificantes e de refinarias de petróleo especificam de forma quantitativa a influência da temperatura sobre a viscosidade, usando o

IV como o parâmetro principal da determinação da qualidade de lubrificação e definindo possíveis aplicações de um óleo em uma ampla faixa de temperatura. Assim, quanto maior for o IV do óleo, menos a viscosidade vai variar em certa mudança de temperatura (FREITAS et al. 2016). O índice de viscosidade do óleo de carnaúba obtido foi de 174.

Após a obtenção do óleo por extração por soxhlet, foi feita hidrólise para obtenção dos ácidos graxos livres e em seguida fez-se as reações de esterificação via catálise heterogênea e homogênea.

Os biolubrificantes obtidos foram o B2ET (catálise heterogênea) e o BTMP (catálise homogênea). Na tabela 4 estão os resultados adquiridos de suas análises físico-químicas.

Tabela 4 – Propriedades físico-químicas dos biolubrificantes obtidos com o óleo da amêndoa de carnaúba.

<i>Análises</i>	<i>Unidades</i>	<i>Biolubrificantes</i>	
		B2ET	BTMP
Índice de Acidez	mg KOH/g	10	6,6
Índice de Iodo	gI ₂ /100g	17,8	17,8
Índice de Peróxido	mEq/1000g	2,5	7,9
Massa específica a 25°C	g/cm ³	0,89	0,92
Viscosidade a 40°C	mm ² /s	8,539	33,367
Viscosidade a 100°C	mm ² /s	2,602	5,86
Índice de Viscosidade	-	+147	+119
Ponto de Fluidez	°C	- 21,4	-3,0
Estabilidade Oxidativa a 110°C	horas	6,81	3,8

Fonte: Elaborada pela autora.

Ramificações nas cadeias dos ácidos graxos a partir da inserção das moléculas dos álcoois, foram responsáveis pelos valores obtidos de fluidez a temperaturas negativas (VALLE, 2015). Os biolubrificantes obtidos com o catalisador amberlyst-15 foram congelados a temperatura de -21,4 °C, um valor considerado bom, já que o biolubrificante deve permanecer fluido mesmo em temperaturas abaixo de 0. Já o produto produzido por catálise homogênea apresentou ponto de fluidez de -3°C, um valor não tão bom quanto o obtido com o amberlyst. Uma hipótese para isso seria a presença de ácidos graxos saturados que não reagiram, certas quantidades de ácidos graxos no óleo lubrificante em seu processo de resfriamento, formam cristais que interagem entre si formando uma rede tridimensional, diminuindo a capacidade de fluxo e elevando sua viscosidade até o completo congelamento

do óleo em temperaturas ainda mais baixas. Além disso, trabalhos realizados com ésteres sintetizados com TMP, apresentaram predominância de valores de fluidez mais elevados para amostras com percentuais altos de ácidos graxos saturados (GHOSH, 2008; SRIPADA et al. 2013).

A redução da viscosidade com a elevação da temperatura é atribuída às distâncias entre as moléculas causadas pelo aquecimento. Assim, o aumento dessas distâncias reduz as forças atrativas entre as moléculas aumentando a fluidez (SILVA et al. 2016). Viscosidades cinemáticas foram determinadas a 40 °C e 100 °C. Para os ésteres produzidos via catálise heterogênea as viscosidades cinemáticas foram 8,5394 mm²/s à 40 °C e 2,6018 mm²/s à 100 °C, já para o triéster obtido com o álcool TMP os valores de viscosidade encontrados foram 33,366 mm²/s à 40 °C e 5,8598 mm²/s à 100 °C. Segundo (SILVA et al. 2016) a viscosidade aumenta com o aumento dos carbonos do álcool, e isso é explicado pelo número maior de interações do tipo dipolo-induzido. SRIPADA (2013) fez um estudo sobre a viscosidade de um biolubrificante obtido com TMP derivado do óleo de canola e verificou que a viscosidade apresentou valores de 40,5 mm²/s e 7,8 mm²/s a 40 °C e 100 °C, respectivamente. Valores de viscosidade também foram vistos para ésteres obtidos com óleo de palma e palmiste, ambos obtidos com o TMP, a 40 °C 39,7 mm²/s e 54,1 mm²/s, e a 100 °C os valores obtidos foram respectivamente de 7,7 mm²/s e 9,8 mm²/s (Yunus et al. 2003).

A variação da viscosidade de um lubrificante com a temperatura é inversamente proporcional ao seu índice de viscosidade. Åkerman et al. (2011) em um estudo observou que ésteres TPM de ácidos graxos contendo 5 a 18 carbonos apresentaram valores de IV de 80 a 208. Nos triésteres de palma, por exemplo encontraram o valor de 167 (Yunus et al. 2003). DE MATOS et al. (2018) obteve um IV para diésteres do óleo de macaúba com valor 277. Neste trabalho, para o biolubrificante feito via catálise homogênea, foi encontrado o IV com valor de 119,3, e 147 para o biolubrificante sintetizado com o 2-etilhexanol (B2ET).

Os índices de acidez obtidos para os biolubrificantes foram 10 mg KOH/g (B2ET) e 6,65 mg KOH/g (BTMP), valores estes elevados.

O teste de estabilidade oxidativa do BTMP apresentou valor abaixo do obtido com o óleo da carnaúba e o biolubrificante feito com amberlyst-15 não apresentou alteração. Ambos os resultados de acidez e de oxidação podem estar atrelados aos processos de purificação das amostras, resquícios do catalisador PTSA pode ter ficado no BTMP, já no B2ET, a presença de ácidos graxos livres não convertidos deve ter contribuído para a alta acidez do biolubrificante. Temperaturas próximas à 180 °C nos processos de destilação para

retirada do álcool pode ter contribuído para a deterioração da amostra BTMP. Os valores de índice de peróxido em relação ao óleo diminuíram, 2,48 mEq/1000g (B2ET) e 7,99 mEq/1000g (BTMP).

A preferência por processos utilizando catalisadores heterogêneos e a realização de tratamento da amostra com solução de bicarbonato de sódio a 10%, por exemplo, reduziriam esses valores de acidez. Índices de acidez elevados indicam a necessidade de fazer um tratamento desses produtos a fim de minimizar possíveis processos de corrosão em peças de metal (VALLE, 2015). Em trabalhos feitos com a macaúba através de reações de transesterificação, foram encontrados os valores de 55,2 mg KOH/g e 6,58 mg KOH/g para o óleo da polpa e os ésteres derivados do óleo, respectivamente e em outro estudo foram obtidos os valores de 7,38 mg KOH/g para o óleo da polpa da macaúba, 0,77 mg KOH/g para seus derivados diésteres, 1,42 mg KOH/g no óleo da amêndoa e 0,48 mg KOH/g em seus derivados diésteres (SOUZA et al. 2016; DE MATOS et al. 2018).

A massa específica obtida dos derivados do óleo da amêndoa da carnaúba foi de 0,8991 g/cm³ (B2ET) e 0,9221 g/cm³ (BTMP) a 25 °C. Valores semelhantes foram encontrados para o óleo de dendê (0,9118 g.cm-3), óleo de babaçu (0,9153 g.cm-3) e óleo de mamona (0,9578 g.cm-3) (GUNSTONE et al. 2002). Através dos valores de acidez dos ácidos graxos da carnaúba, obtidos nas reações de hidrólise e os materiais sintetizados nas reações de esterificação, foi possível estimar a conversão dos produtos, 95% na catálise heterogênea e 96% na catálise homogênea, a acidez inicial era 222 e 160 mg KOH/g, respectivamente.

6 CONCLUSÕES

Através das análises realizadas foi possível verificar que o óleo de carnaúba pode ser utilizado como matéria prima para produção de biolubrificantes, já que apresenta excelentes resultados para essa aplicação como lubrificante biodegradável. O baixo valor de acidez (0,14 mg KOH/g) e o elevado índice de viscosidade (174) competem ao óleo, capacidade satisfatória de sua utilização em sistemas metálicos diminuindo as chances de ocorrer corrosão, além de manter a lubricidade mesmo variando a temperatura. A estabilidade a oxidação pode ser melhorada através da utilização de aditivos.

A aplicação do óleo da amêndoa da carnaúba na síntese de biolubrificantes apresentou bons resultados. Para o B2ET a viscosidade, ponto de fluidez e massa específica ficaram próximos dos valores apresentados por biolubrificantes oriundos de óleos já estudados para a

mesma finalidade, como o óleo de mamona, macaúba, dendê e babaçu. O BTMP, apresentou um ponto de fluidez maior, podendo ser sugerida para a diminuição do ponto de fluidez a utilização de aditivos, já que bons valores de fluidez em temperaturas negativas sugerem a utilização de biolubrificantes em países de clima frio.

Os valores elevados de acidez 10 mg KOH/g (B2ET) e 6,65 mg KOH/g (BTMP) indicam a necessidade de tratamento desses produtos com a finalidade de minimizar possíveis processos de corrosão em peças de metal. A preferência por processos utilizando catalisadores heterogêneos e a realização de tratamento da amostra com solução de bicarbonato de sódio a 10%, por exemplo, reduziriam esses valores de acidez.

Nos ensaios de estabilidade oxidativa os resultados obtidos não foram satisfatórios, 6,81 horas para o B2ET e 3,78 para o BTMP. Alternativas de remoção do álcool a temperaturas menos elevadas através de bombas de vácuo mais eficientes seria sugerido para melhorar esta estabilidade.

Portanto, pode-se concluir que o óleo da amêndoa de carnaúba pode ser utilizado como matéria prima para síntese de biolubrificantes através de reações de esterificação com o álcool 2-etil hexanol e o catalisador amberlyst-15 em processos de catálise heterogênea, e com o álcool trimetilopropano e o catalisador p-toluenossulfônico em catálise homogênea, sendo necessário estudos posteriores visto que há necessidade de otimização dos processos.

REFERÊNCIAS

- ALMASI, Sara *et al.* A review on bio-lubricant production from non-edible oil-bearing biomass resources in Iran: recent progress and perspectives. **Journal Of Cleaner Production**, Iran, v. 290, p. 125830, mar. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.125830>.
- ALVES, Maria Odete; COELHO, Jackson Dantas. TECNOLOGIA E RELAÇÕES DE PRODUÇÃO NO EXTRATIVISMO DA CARNAÚBA NO NORDESTE BRASILEIRO. In: **XLIV CONGRESSO DA SOBER**, 44., 2006, Fortaleza. “Questões Agrárias, Educação no Campo e Desenvolvimento”. Fortaleza: Sociedade Brasileira de Economia e Sociologia Rural, 2006. p. 1-20.
- ANTONIASSI, Rosemar. MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE OXIDATIVA DE ÓLEOS E GORDURAS. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, Brasil, v. 19, n. 2, p. 353-380, 30 dez. 2001. Universidade Federal do Paraná. <http://dx.doi.org/10.5380/cep.v19i2.1243>.
- ARAÚJO, Kaynara Torquato de; CARVALHO, Ricardo Henrique Rocha de. Avaliação da eficiência da extração do óleo do fruto da carnaúba (*Copernicia prunifera*) por solventes orgânicos. 2018. 11 f. TCC (Graduação) - **Curso de Bacharelado em Ciência e Tecnologia**, Universidade Federal Rural do Semiárido, Mossoró, 2018.
- BALASUBRAMANIAM, Shamala *et al.* Carbon-based solid acid catalyst derived from *Undaria pinnatifida* and its application in esterification. *Algal Research*, Japan, v. 55, p. 102272, maio 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.algal.2021.102272>.
- BANKOVIĆ-ILIĆ, Ivana B *et al.* Biodiesel production from non-edible plant oils. **Renewable And Sustainable Energy Reviews**, Serbia, v. 16, n. 6, p. 3621-3647, ago. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2012.03.002>.
- BORSATO, Dionisio *et al.* Oxidation kinetics of biodiesel from soybean mixed with synthetic antioxidants BHA, BHT and TBHQ: determination of activation energy. **Fuel Processing Technology**, Brazil, v. 127, p. 111-116, nov. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.05.033>.
- CALVALCANTE, Phelipe Matheus Moraes *et al.* Proposta de preparação e caracterização de ésteres: um experimento de análise orgânica na graduação. **Educación Química**, México, v. 26, n. 4, p. 319-329, out. 2015. Universidad Nacional Autónoma de México. <http://dx.doi.org/10.1016/j.eq.2015.07.003>.
- CASTRO, Waleska *et al.* The effect of chemical structure of basefluids on antiwear effectiveness of additives. **Tribology International**, USA, v. 38, n. 3, p. 321-326, mar. 2005. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2004.08.020>.

CAVALCANTI, Synara Lucien de Lima. **Caracterização do óleo de carnaúba para uso como biolubrificante**. 2014. 77 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

CAVALCANTI, Synara Lucien de Lima. **Desenvolvimento e caracterização de biolubrificante a partir do óleo de carnaúba aditivado com micro**. 2018. 105 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2018.

CECILIA, Juan Antonio *et al.* An Overview of the Biolubricant Production Process: challenges and future perspectives. **Processes**, Spain, v. 8, n. 3, p. 257, 25 fev. 2020. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/pr8030257>.

CHOWDARY, Krishna *et al.* A review of the tribological and thermophysical mechanisms of biolubricants based nanomaterials in automotive applications. **Journal Of Molecular Liquids**, Egypt, v. 339, p. 116717, out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.molliq.2021.116717>.

COSTA, Vera Lúcia dos Santos; GOMES, Jaíra Maria Alcobaça. Crédito e conservação ambiental no extrativismo da carnaúba (*Copernicia prunifera* (Mill.) H. E. Moor. **Interações (Campo Grande)**, Mato Grosso do Sul, v. 17, n. 1, p. 4-14, 29 fev. 2016. Universidade Católica Dom Bosco. <http://dx.doi.org/10.20435/1518-70122016101>.

DEMARTELAERE, Andréa Celina Ferreira *et al.* UTILIDADES E A IMPORTÂNCIA ECONÔMICA DA COPERNICIA PRUNIFERA PARA O RIO GRANDE DO NORTE: uma espécie em extinção / utilities and economic importance of copernicia prunifera for rio grande do norte. **Brazilian Journal Of Development**, Rio Grande do Norte, v. 7, n. 1, p. 5065-5088, jan. 2021. Brazilian Journal of Development. <http://dx.doi.org/10.34117/bjdv7n1-344>.

ERHAN, Sevim Z.; SHARMA, Brajendra K.; PEREZ, Joseph M.. Oxidation and low temperature stability of vegetable oil-based lubricants. **Industrial Crops And Products**, Usa, v. 24, n. 3, p. 292-299, nov. 2006. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2006.06.008>.

FEITOSA, Johnny P.M. *et al.* Evaluation of sun-oxidized carnauba wax as warm mix asphalt additive. **Construction And Building Materials**, Brazil, v. 115, p. 294-298, jul. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.219>.

FERREIRA, Maresa Custodio Molinari. **Aplicação de técnicas analíticas instrumentais e físico-químicas com quimioterapia para avaliação da qualidade e discriminação de óleos vegetais e azeites de oliva extra virgem**. 2015. 82 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Tecnologia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2015.

GHOSH, Pranab *et al.* Study of the influence of some polymeric additives as viscosity index improvers and pour point depressants – Synthesis and characterization. **Journal Of Petroleum Science And Engineering**. India, p. 79-84. jul. 2014.

GOMES, Jaíra Maria Alcobaça. **Cadeia produtiva da cera de carnaúba: diagnóstico e cenários**. EDUFPI, 2006.

GUIMARÃES, Wellinson Gadêlha *et al.* EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF FATTY ACIDS IN CARNAÚBA SEED OIL. **Revista Caatinga**, Mossoró, v. 27, n. 4, p. 246-250, 04 out. 2014.

HAZMI, Ahmad Syafiq Ahmad *et al.* Producing Jatropha oil-based polyol via epoxidation and ring opening. **Industrial Crops And Products**, Malasia, v. 50, p. 563-567, out. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.08.003>.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ – IAL. **Normas analíticas: métodos químicos e físicos para análises de alimentos**. 3. ed. São Paulo: IAL, 1985. v. 1, 533 p.

KAMALAKAR, K.; RAJAK, Amit Kumar; PRASAD, R.B.N.; KARUNA, M.s.L.. Rubber seed oil-based biolubricant base stocks: a potential source for hydraulic oils. **Industrial Crops And Products**, India, v. 51, p. 249-257, nov. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.08.058>.

KANDA, Luis Ricardo Shigueyuki *et al.* Kinetics evaluation of the ethyl esterification of long chain fatty acids using commercial montmorillonite K10 as catalyst. **Fuel**, Brazil, v. 193, p. 265-274, abr. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2016.12.055>.

KNOTHE, Gerhard. Dependence of biodiesel fuel properties on the structure of fatty acid alkyl esters. **Fuel Processing Technology**, [S.L.], v. 86, n. 10, p. 1059-1070, 25 jun. 2005. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuproc.2004.11.002>.

KNOTHE, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J.; RAMOS, P. L. **Manual do Biodiesel**, Editora Blucher, São Paulo, 2006. 352p.

LEONARDI, Jéssica Gabriela; AZEVEDO, Bruna Marcacini; ROMANO, Luis Henrique. AVALIAÇÃO DAS INSATURAÇÕES DE AZEITES EXTRAS VIRGENS PELO ÍNDICE DE IODO (MÉTODO DE WIJS). **Revista Saúde em Foco**, Brasil, v. 10, p. 17-30, 2018.

LUNA, F. M. T. de. **Estudos de avaliação e melhoramento de produtos para indústria de petróleo e de bioderivados**. 2012. 217 f. Tese (Doutorado) Curso de Engenharia Química-Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2012.

MADANKAR, Chandu S.; DALAI, Ajay K.; NAIK, S.N.. Green synthesis of biolubricant base stock from canola oil. **Industrial Crops And Products**, India, v. 44, p. 139-144, jan. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.11.012>.

MARQUES, Cláudia Joana Saraiva. **Análise comparativa de azeites virgem extra de vários DOP: caracterização reológica, físico-química e cromatográfica**. 2016. 153 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Farmácia, Departamento de Ciências Toxicológicas e Bromatológicas, Universidade de Lisboa, Lisboa, 2016.

MATOS, Paulo Roberto Rodrigues de *et al.* Thermostability and physicochemical properties of two macauba oils and their derivatives related to their use as a lubricant base. **Journal Of Thermal Analysis And Calorimetry**, [S.L.], v. 132, n. 1, p. 293-303, 11 dez. 2017. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10973-017-6877-0>.

MURUGESAN, A. *et al.* Bio-diesel as an alternative fuel for diesel engines—A review. **Renewable And Sustainable Energy Reviews**, India, v. 13, n. 3, p. 653-662, abr. 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2007.10.007>.

NEGI, Prateek; SINGH, Yashvir; TIWARI, Kritika. A review on the production and characterization methods of bio-based lubricants. **Materials Today: Proceedings**, India, v. 46, p. 10503-10506, 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.12.1211>.

NOGALES-DELGADO, Sergio; ENCINAR, José María; CORTÉS, Álvaro González. High oleic safflower oil as a feedstock for stable biodiesel and biolubricant production. **Industrial Crops And Products**, Spain, v. 170, p. 113701, 15 out. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.113701>.

NOGUEIRA, Dijauma Honorio. **Qualidade e potencial de utilização de frutos de genótipos de carnaubeira (Copernicia prunifera) ori.** 2009. 134 f. Tese (Doutorado) - Curso de Agronomia, Centro de Ciências Agrárias, Universidade Federal da Paraíba, Paraíba, 2009.

QUEIROGA, V. P.; RAMOS, G. A.; ASSUNÇÃO, M. V.; ALMEIDA, F. A. C. **Carnaubeira: Tecnologias de Plantio e Aproveitamento Industrial**. 2ª Edição; Editora Universidade de Campina Grande; 2016.

RIBEIRO FILHO, Paulo Roberto Campos Flexa *et al.* AVALIAÇÃO DA LUBRICIDADE DO ÓLEO DE COCO (Orbignya Phalerata Mart) E DO ÓLEO DE ANDIROBA (Carapa Gui. **Revista Brasileira de Energias Renováveis**, Brasil, v. 8, n. 1, p. 204-215, 2019.

RODRIGUES, Iara de Melo. **Estudo da composição lipídica e compostos voláteis formados pela termoxidação de óleos vegetais**. 2018. 70 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Paraná, 2018.

SILVA, Francinaldo Leite da *et al.* Valorization of an agroextractive residue—Carnauba straw—for the production of bioethanol by simulta. **Renewable Energy**, Brazil, v. 127, p. 661-669, nov. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.renene.2018.05.025>.

SILVA, Larissa Noemi; CARDOSO, Cláudia Cristina; PASA, Vanya M D. Syntesis and characterization of esters from different alcohols usina Macaúba almond oil to substitut. **Fuel**, Brazil, n. 166, p. 453-460, 15 fev. 2016.

SILVA, Maria Elisa Scarpelli Ribeiro e *et al.* Síntese, caracterização e estudo reológico de melhoradores do índice de viscosidade para óleos lubrificantes automotivos. Blucher Proceedings: Anais do **XXIV Simpósio Internacional de Engenharia Automotiva**, Minas Gerais, v. 3, n. 1, p. 1-12, set. 2016. Editora Edgard Blücher. <http://dx.doi.org/10.5151/engpro-simea2016-pap40>.

SOARES, Rogério Manhães. AVALIAÇÃO TÉCNICA, MERCADOLÓGICA E DE TENDÊNCIAS DA UTILIZAÇÃO DE ÓLEOS LUBRIFICANTES DE BASE VEGETAL. 2013. 131 f. Dissertação (Mestrado) - **Curso de Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos**, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2013.

SOUSA, Rodrigo Ferreira de *et al.* ETHNOECOLOGY AND ETHNOBOTANY OF THE PALM CARNAUBA WAX IN BRAZILIAN SEMI-ARID. **Cerne**, Lavras, v. 21, n. 4, p. 1-5, 19 abr. 2016.

SOUZA, Gredson Keiff *et al.* Synthesis of ethyl esters from crude macauba oil (*Acrocomia aculeata*) for biodiesel production. **Fuel**, Maringá, n. 165, p. 360-366, 01 fev. 2016.

SRIPADA, Phani K.; SHARMA, Rajesh V.; DALAI, Ajay K.. Comparative study of tribological properties of trimethylolpropane-based biolubricants derived from methyl oleate and canola biodiesel. **Industrial Crops And Products**, Canada, v. 50, p. 95-103, out. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.07.018>.

SUAREZ, P. A. Z. **Produção de Biodiesel na Fazenda**. Viçosa-MG: CPT, 2000.

TONK, Ravinder. The science and technology of using nano-materials in engine oil as a lubricant additives. **Materials Today: Proceedings**, India, v. 37, p. 3475-3479, 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.384>.

VALLE, Camila Peixoto do. **Síntese e caracterização de éstres lubrificantes a partir da modificação do óleo da mamona (*Ricinus communis*) e óleo das vísceras da tilápia (*Oreochromis***

niloticus). 2015. 114 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química, Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2015.

VILLANUEVA, Eudes *et al.* Influence of antioxidants on oxidative stability of the oil Chia (*Salvia hispanica* L.) by rancimat. **Scientia Agropecuaria**, Peru, v. 8, n. 1, p. 19-27, 31 mar. 2017. Universidad Nacional de Tujillo. <http://dx.doi.org/10.17268/sci.agropecu.2017.01.02>.

VRIES, Johannes G. de; JACKSON, S. David. Homogeneous and heterogeneous catalysis in industry. **Catalysis Science & Technology**, Uk, v. 2, n. 10, p. 2009, 2012. Royal Society of Chemistry (RSC). <http://dx.doi.org/10.1039/c2cy90039d>.

XIMENES NETO, Francisco Rosemiro Guimarães; CRISPIM, Francisca Sandra da Ponte; BRAGA, Petrônio Emanuel Timbó. Processos produtivos de trabalhadores rurais no extrativismo da palha de carnaúba. **Interações (Campo Grande)**, Brasil, v. 20, n. 4, p. 1263-1273, dez. 2019. Universidade Católica Dom Bosco. <http://dx.doi.org/10.20435/inter.v20i4.1880>.

ZANELA, J., LORENZETTI, E., HULLER, C. T. & RODRIGUES, M. B. Avaliação da influência de luz no índice de peróxido em óleo de soja degomado. **Synerg. Scientifica** 3, p.3-4, 2008.