



VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA  
VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING  
18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil  
August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil

## PRODUÇÃO DE BIODIESEL ETÍLICO DE ÓLEOS E GORDURAS RESIDUAIS (OGR) EM REATOR QUÍMICO DE BAIXO CUSTO

João Batista da Silva Filho, [jb\\_consuloria@click21.com.br](mailto:jb_consuloria@click21.com.br)<sup>1</sup>

Lívia Mari Assis, [Livia@utfpr.edu.br](mailto:Livia@utfpr.edu.br)<sup>2</sup>

Ana Mena Barreto Bastos, [anamenabarreto@cefetam.edu.br](mailto:anamenabarreto@cefetam.edu.br)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Amazonas – IFAM, Av. Sete de Setembro, 1975 – Centro, CEP 69020-120 – Manaus – AM – Brasil,

<sup>2</sup>Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Av. Sete de Setembro, 3165 Bloco L 4º Andar – Rebouças, CEP 80230-901 – Curitiba – PR – Brasil.

**Resumo:** Este trabalho trata da produção de biodiesel etílico de óleos e gorduras residuais (OGR). As amostras de OGR coletadas foram filtradas e dispostas em um único recipiente, uma amostra de 3 L foi seca sob vácuo e analisada. O processo de produção de biodiesel foi conduzido em duas etapas, a primeira etapa foi realizada em bancada laboratorial, utilizando-se de um planejamento fatorial visando a otimização das seguintes condições reacionais: a porcentagem de catalisador, a temperatura e o tempo. A segunda etapa foi realizada em um protótipo piloto simplificado, onde pretendeu-se produzir 50 L de biodiesel etílico, empregando as condições otimizadas na primeira etapa. Após a produção do biodiesel etílico em escala de bancada, este foi purificado empregando-se lavagem alternada com água e ácido fosfórico 0,5 mol/L na temperatura de 50°C, seguida de secagem. Para calcular o rendimento em massa (%), empregou-se o método gravimétrico e para o rendimento em éster (%) utilizou-se a cromatografia em coluna. A melhor performance reacional da catálise alcalina foi verificada para as condições: catalisador de 0,8%, temperatura de 50°C e tempo de 60 min.

**Palavras-chave:** óleos e gorduras residuais (OGR), biodiesel etílico, cromatografia em coluna.

### 1. INTRODUÇÃO

O sistema elétrico brasileiro é composto por duas grandes zonas de fornecimento, o Sistema Interligado Nacional (SIN) e os Sistemas Isolados. Os Sistemas Isolados atendem atualmente cerca de 1,4 milhões de consumidores e abrangem integralmente os Estados do Acre, Amazonas, Amapá, Rondônia, Roraima e alguns municípios dos estados do Pará e Mato Grosso, além de três pequenas localidades no Nordeste (Fernando de Noronha, Batavo e Ilha de Camamu). Os sistemas isolados localizados na região Norte, respondem por 96% de toda a potência nominal instalada na área não interligada e se destacam ainda pelos elevados índices de exclusão elétrica (SANTOS, 2008).

Neste contexto, buscam-se soluções viáveis para o atendimento às demandas de combustíveis nestas regiões tão carentes. Dentre as alternativas de maior interesse citam-se as fontes de biomassa, consideradas adequadas e disponíveis para a consolidação de programas de energia renovável.

A utilização de biomassa vegetal, disponível na região amazônica ou oriunda do processamento de alimentos em centros urbanos como a cidade de Manaus, como propõe este trabalho, denominada de óleos e gorduras residuais (OGR), deve reduzir os custos dos combustíveis usados na geração de energia elétrica e no transporte (motores dos barcos), tornando-os mais acessíveis para as populações isoladas que dependem do óleo diesel.

O biodiesel é um combustível produzido a partir de óleos vegetais ou gorduras animais e um álcool (metanol ou etanol), na presença de um catalisador ácido ou básico, processo chamado de transesterificação, sendo uma excelente alternativa para substituição do óleo diesel (FERRARI, 2005).

Assim, o reaproveitamento de resíduos gerados na indústria alimentícia para produção de biodiesel em função do crescimento da população consumidora, é uma possibilidade de incremento da produção e da conscientização sobre a importância da preservação ambiental, tendo em vista a grande necessidade de buscar alternativas energéticas limpas como forma de contribuir para um desenvolvimento sustentável menos poluente (COSTA NETO, 2000).

O Desenvolvimento Sustentável, busca conciliar o desenvolvimento econômico com a preservação ambiental e, ainda, o fim da pobreza no mundo. A humanidade de hoje tem a habilidade de desenvolver-se de uma forma sustentável, entretanto é preciso garantir as necessidades do presente sem comprometer as habilidades das futuras gerações em encontrar suas próprias necessidades.

Este trabalho apresenta um estudo sobre a produção de biodiesel etílico de OGR obtido na cidade de Manaus (AM), que possui grande disponibilidade de matéria-prima, visto que possui uma população de cerca de 1.646.602 habitantes (Censo IBGE 2005) e conta com mais de 140 grandes restaurantes (Prefeitura de Manaus) e aproximadamente 180 cozinhas industriais (Suframa).

## 1.1. Objetivos

### 1.1.1. Objetivo Geral

Produzir biodiesel etílico de óleos e gorduras residuais (OGR), para utilização em motores diesel, usados na geração de energia elétrica.

### 1.1.2. Objetivos Específicos

Os objetivos específicos deste trabalho consistem em:

- Preparar amostras de OGR para produção de biodiesel etílico com catálise alcalina;
- Caracterizar as amostras de OGR empregando os índices de saponificação, acidez e iodo;
- Empregar um planejamento fatorial nos experimentos de produção de biodiesel etílico com catálise alcalina, em bancada laboratorial;
- Construir um protótipo de baixo custo, usado na produção de biodiesel em escala piloto.

## 2. BIODIESEL

### 2.1. Definição geral

O termo biodiesel associa-se em geral, a um combustível para uso em motores a combustão interna com ignição por compressão, renovável e biodegradável, derivado de óleos vegetais ou de gorduras animais, que possa substituir parcial ou totalmente o óleo diesel de origem fóssil (Lei nº 11.097 de 13 de janeiro de 2005).

### 2.2. Definição Técnica

O termo biodiesel pode ser definido como combustível renovável produzido por reações catalíticas de transesterificação de triglicerídeos com alcoóis de cadeia curta, Fig. (2.1). A Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) define biodiesel como “*combustível composto de alquilésteres de ácidos graxos de cadeia longa, derivados de óleos vegetais e ou de gorduras animais*” (RESOLUÇÃO ANP 7, 2008).

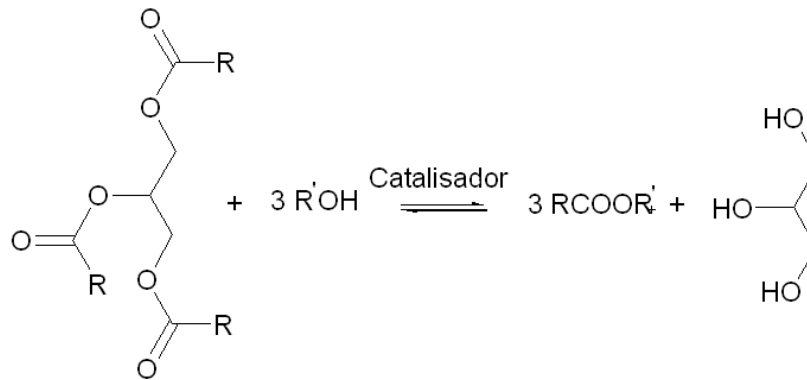


Figura 2.1. Reação de transesterificação de óleos vegetais.

### 2.3. Matérias-Primas

#### 2.3.1. Óleos e Gorduras Virgens (OV) e Residuais (OGR)

A principal matéria-prima na obtenção de biodiesel são os óleos vegetais extraídos de oleaginosas e gorduras de origem animal.

Os óleos e gorduras são formados basicamente por triglicerídeos (REDÁ e CARNEIRO, 2007), e existe uma grande variedade de oleaginosas que são potenciais fontes de óleos vegetais para produção de biodiesel.

No Brasil, as opções de matéria-prima para fabricação de biodiesel são os óleos de amendoim, algodão, mamona, soja, girassol, gergelim, canola e dendê. Além dessas alternativas, porém de menor domínio tecnológico, podem ser citados como fonte de matéria-prima o babaçu, o pinhão-mansão, a macaúba e a oiticica (COSTA NETO et al., 2000; LIMA et al., 2007; PERES, 2006; FERRARI et al., 2005; GRIMALDI et al., 2005; MENEGHETTI et al., 2006). Existem fatores importantes que devem ser considerados na escolha desta matéria-prima.

A relação entre o percentual de óleo da semente e o rendimento por hectare, além do tipo de oleaginosa economicamente disponível na região devem ser considerados na escolha do óleo vegetal. A Tab. (2.1) apresenta a composição em ácidos graxos de alguns óleos vegetais (PINTO et al., 2005; REDÁ e CARNEIRO, 2007; GRIMALDI et al., 2005; ABREU et al., 2004).

**Tabela 2.1. Composição de ácidos graxos de alguns óleos vegetais (%)**

Óleo vegetal	Palmítico (16:0)	Esteárico (18:0)	Oléico (18:1)	Linoléico (18:2)
Algodão	29	1	13	57
Milho	6	2	44	48
Soja	14	4	24	52
Girassol	6	3	18	73
Palma	41	5	42	10
Piqui	40	2	47	4

Os ácidos graxos, salvo raras exceções, são os componentes mais abundantes de qualquer óleo ou gordura. Geralmente, eles não estão presentes como ácidos graxos livres e quando estão nesta forma livre, encontram-se em pequenas quantidades (HARWOOD e APARÍCIO, 2000). Os ácidos graxos dos óleos vegetais comuns são formados por uma cadeia hidrocarbonica, não ramificada, em geral com um número par de carbonos, apresentando ou não insaturações sob a forma de duplas ligações e tendo duas extremidades polares, uma constituída pelo grupo metílico  $\text{CH}_3$  e outra a que está ligada a função ácido  $\text{COOH}$  (COSTA, 1986). A Tabela (2.2) apresenta alguns ácidos graxos mais frequentes nos óleos e gorduras.

**Tabela 2.2. Identificação e fórmulas químicas de alguns Ácidos Graxos (adaptado de Heimann, 1982)**

Ácidos Graxos Saturados			Ácidos Graxos Monoinsaturados		
Nome	Formulas		Nome	Formulas	
ácido láurico	$\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_2$	C12:0	ácido caproleico	$\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_2$	C10:1
ácido mirístico	$\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{O}_2$	C14:0	ácido miristoleico	$\text{C}_{14}\text{H}_{26}\text{O}_2$	C14:1
ácido palmítico	$\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$	C16:0	ácido palmitoleico	$\text{C}_{16}\text{H}_{30}\text{O}_2$	C16:1
ácido esteárico	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$	C18:0	ácido oléico	$\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$	C18:1
ácido araquídico	$\text{C}_{20}\text{H}_{40}\text{O}_2$	C20:0	ácido $\alpha$ -11,12-ecosenoico	$\text{C}_{20}\text{H}_{38}\text{O}_2$	C20:1
ácido biênico	$\text{C}_{22}\text{H}_{44}\text{O}_2$	C22:0	ácido erúico	$\text{C}_{22}\text{H}_{42}\text{O}_2$	C22:1
ácido lignocérico	$\text{C}_{24}\text{H}_{48}\text{O}_2$	C24:0	ácido $\alpha$ -15,16 tetracosenoico	$\text{C}_{24}\text{H}_{46}\text{O}_3$	C24:1
ácido cerótico	$\text{C}_{26}\text{H}_{52}\text{O}_2$	C26:0	ácido ximénico	$\text{C}_{26}\text{H}_{50}\text{O}_2$	C26:1
Ácidos Graxos Poli-insaturados					
Nome	Formulas				
ácido linoléico	$\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_2$	C18:2			
ácido linolênico	$\text{C}_{18}\text{H}_{30}\text{O}_2$	C18:3			
ácido araquidônico	$\text{C}_{20}\text{H}_{32}\text{O}_2$	C20:4			

A estrutura química das gorduras animais é semelhante a dos óleos vegetais, pois ambas apresentam triglicerídeos de ácidos graxos. No entanto, essas estruturas diferem no tipo e distribuição desses elementos, quando se combinam com o glicerol.

As principais gorduras animais passíveis de serem transformadas em biodiesel são o sebo bovino, os óleos de peixes, o óleo de mocotó e a banha de porco. Neste caso, o alto teor de ácidos graxos saturados determina o aumento do ponto de névoa e do ponto de entupimento de filtro a frio, propriedades indesejadas. Por outro lado, o biodiesel obtido de gorduras animal apresenta maiores número de cetano e poder calorífico (LEBEDEVAS et al., 2006).

Os triglicerídeos constituídos predominantemente por ácidos graxos saturados com número de átomos de carbonos maior ou igual a 10 são sólidos. Os óleos, líquidos a temperatura ambiente, são constituídos em maior proporção por triglicerídeos formados em maior quantidade por ácidos graxos insaturados (REDÁ e CARNEIRO, 2007; VIANI e BRAZ FILHO, 1996).

### 2.3.2. Álcool

A reação de transesterificação pode ocorrer na presença de vários tipos de álcool de cadeia curta como o metanol, etanol, propanol, butanol e o álcool amílico (MA e HANNA, 1999). O metanol é o álcool mais utilizado pelo seu baixo preço (MA e HANNA, 1999; LOTERO et al., 2005), contudo, o etanol produzido a partir de matérias-primas vegetais, exerce um efeito menos prejudicial sobre o meio ambiente, sendo um perfeito candidato para a produção de combustíveis provenientes apenas de materiais biológicos (DEMIRBAS, 2003). Atualmente, o caso mais comum de utilização de etanol para este fim é o do Brasil, com uma imposição de mistura de 5 % de biodiesel em todo o diesel consumido no país.

Segundo MACEDO e NOGUEIRA (2004), a transesterificação etílica é significativamente mais complexa do que a metílica, pois, com o aumento da cadeia carbônica do álcool utilizado, maior o impedimento espacial do álcool com o triglicerídeo. O mesmo confirma PARENTE (2003), ao considerar que, técnica e economicamente, a reação via metanol é muito mais vantajosa do que a reação via etanol.

O álcool mais utilizado na produção do biodiesel, até o momento, é o metanol. Porém, este estudo irá considerar a rota etílica de fabricação, visto que este é um álcool menos tóxico e de fonte renovável, além de ser mais vantajoso para o Brasil, pois o país já é produtor de etanol, tem a tecnologia necessária já desenvolvida e um mercado consolidado.

Vale observar que apenas o etanol anidro (ausência de água) tem sido apontado como eficiente na produção do biodiesel; pois de acordo com RAMOS (2003), ao se utilizar um etanol hidratado, a água comprometeria a velocidade e o rendimento da reação de transesterificação, visto que esta tem caráter reversível. A presença de água reduz o percentual de conversão, quando empregado transesterificação alcalina e dificulta a separação de fases.

### 2.3.3. Catalisadores

Os catalisadores utilizados podem ser homogêneos e heterogêneos. Entre os homogêneos estão as enzimas, os ácidos e os básicos.

A utilização de enzimas como catalisadores oferecem algumas vantagens em relação aos catalisadores ácidos e alcalinos; dentre elas, estão a menor sensibilidade à presença de água, a melhor recuperação do catalisador e a facilidade na separação do biodiesel. Esta tecnologia, no entanto, ainda se encontra em estudo no Brasil; sabe-se que em 1984 foi obtida uma patente relativa ao uso de guanidinas suportadas por polímeros orgânicos, porém é considerada uma alternativa de médio a longo prazo (VIANA, 2006), pois os rendimentos ainda não são satisfatórios.

O catalisador ácido mais comumente empregado é o ácido sulfúrico, porém, a velocidade da reação ainda é muito lenta quando comparada ao uso de um catalisador alcalino. Além disso, antes da utilização do produto final, para evitar danos aos motores, faz-se necessária a sua completa remoção.

Por outro lado, a catálise alcalina é muito rápida, gerando bons rendimentos, em geral superiores a 90 %, em relação à quantidade de óleo utilizada. No entanto, os catalisadores básicos são muito sensíveis à presença de água e ácidos graxos livres, os quais, mesmo em teores reduzidos, afetam o rendimento da reação, pois consomem o catalisador formando géis e sabões.

Atualmente, o hidróxido de sódio (NaOH) é o catalisador mais usado nos estudos brasileiros e mundiais, tanto por razões econômicas como pela sua disponibilidade no mercado. Este trabalho, no entanto, considerará o biodiesel produzido na presença de KOH como catalisador.

## 2.4. A Reação Química: Transesterificação

O processo de produção de biodiesel empregado mundialmente é a transesterificação de triglicerídeos, que compreende os óleos vegetais e as gorduras animais, com um álcool (geralmente metanol ou etanol) na presença de um catalisador (usualmente alcalino) para formar, em maior quantidade, ésteres monoalquílicos, que compõem o biodiesel, e glicerol (VARGAS et al., 1998 e ZAGONEL e RAMOS, 2001).

A reação de transesterificação fornece como co-produto, ao lado do biodiesel, o glicerol, um líquido incolor de alta viscosidade e alto ponto de ebulição, o qual tem inúmeras aplicações. Na indústria alimentícia, é usado como estabilizante, antioxidante, umectante e emulsificante. Na indústria farmacêutica, encontra uso em cosméticos e medicamentos. Na indústria química, é utilizado na obtenção de resinas e poliésteres (ARRUDA et al., 2007).

A reação de transesterificação é um processo reversível em que o equilíbrio depende da reatividade e da relação molar entre os reagentes. A velocidade da reação diminui na seguinte ordem:  $\text{CH}_3\text{OH} > \text{álcool primário} > \text{álcool secundário} > \text{álcool terciário}$ . Assim, esterificações com alcoóis terciários são as mais lentas.

O álcool, que é considerado o agente de transesterificação, deve conter até no máximo oito átomos de carbono em sua cadeia. No entanto, devido às propriedades conferidas ao produto, os alcoóis metílico e etílico, são os agentes de transesterificação mais empregados no processo (DARNOKO e CHERIAN, 2000; BARNWAL e SHARMA, 2005).

Observa-se, em decorrência da estequiometria da reação, que teoricamente a partir de um mol de triglicerídeo são obtidos três moles de ésteres como mostra a Fig. (2.3).

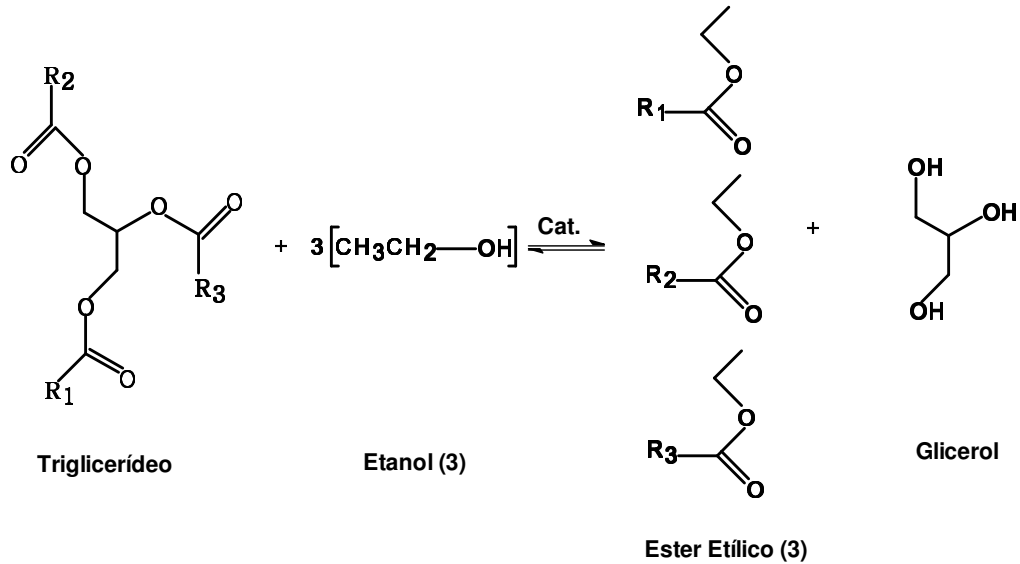


Figura 2.3. Esquema da reação geral de transesterificação do triglicerídeo.

### 2.5. Produção do Biodiesel em Reator Batelada

Na produção do biodiesel em reator batelada, misturam-se o álcool e o catalisador em um tanque com um agitador. A mistura é transferida para um reator fechado que, é usualmente aquecido a 70 °C, onde se acrescenta o óleo vegetal (MACEDO e NOGUEIRA, 2004). Ao final da reação, a carga que sai do reator contém todos os produtos da reação e o excesso de reagentes. Faz-se necessário, portanto, retirar os ésteres da massa resultante, assegurando-se, dessa forma, a pureza do produto final, obtendo-se desse modo, o teor máximo de glicerina aceito, que no caso brasileiro, varia de acordo com as especificações contidas nas normas técnicas estabelecidas para o biodiesel como combustível para uso em motor diesel (Portaria ANP Nº 255, 2005, RANP 7-2008). Além disso, para que o álcool em excesso possa ser reaproveitado, precisa ser separado.

A massa que deixa o reator é constituída de duas fases, separáveis por decantação e/ou centrifugação. A fase mais densa é composta de glicerina, impregnada com excessos de álcool, água e impurezas inerentes à matéria-prima, enquanto que a fase leve é constituída de uma mistura de ésteres solúvel no excesso de álcool e também contendo impurezas.

A glicerina constituente da fase de fundo deve ser sempre purificada, pois dessa forma apresentará maior valor de mercado, tornando mais competitivo o custo de venda do biodiesel. Normalmente, esta purificação é realizada por evaporação para a eliminação dos constituintes voláteis, que serão condensados posteriormente em um condensador, e por destilação a vácuo para a retirada de impurezas.

Quanto à fase leve, para a purificação do éster, é necessária a recuperação do álcool, que segue o mesmo procedimento utilizado na recuperação deste da glicerina: é realizada uma evaporação seguida de condensação, em condensador. O álcool recuperado das duas fases ainda contém quantidades significativas de água, sendo então necessário passar por uma destilação, no caso do metanol, e desidratação, no caso do etanol, pois neste último a dificuldade de separação da água é maior, visto que formam uma mistura azeotrópica (PARENTE, 2003).

Caso a purificação seja insuficiente ou a transesterificação tenha sido incompleta, o biodiesel produzido pode ficar contaminado com glicerol, triglicerídeos e álcool, sendo necessária, portanto, lavagem, centrifugação e posterior desumidificação, pois do contrário, a presença desses contaminantes pode ser prejudicial para os motores e para o meio ambiente.

## 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Os procedimentos experimentais deste trabalho foram realizados em duas etapas distintas. Na primeira etapa foi realizada a preparação e caracterização da amostra de OGR.

Na segunda etapa foi realizado o estudo das variáveis que interferem no processo de produção do biodiesel de OGR através de um planejamento fatorial, construiu-se um reator e produziu-se 56 L de biodiesel.

A Figura (3.1) apresenta um diagrama esquemático dos procedimentos experimentais adotados nesse trabalho.

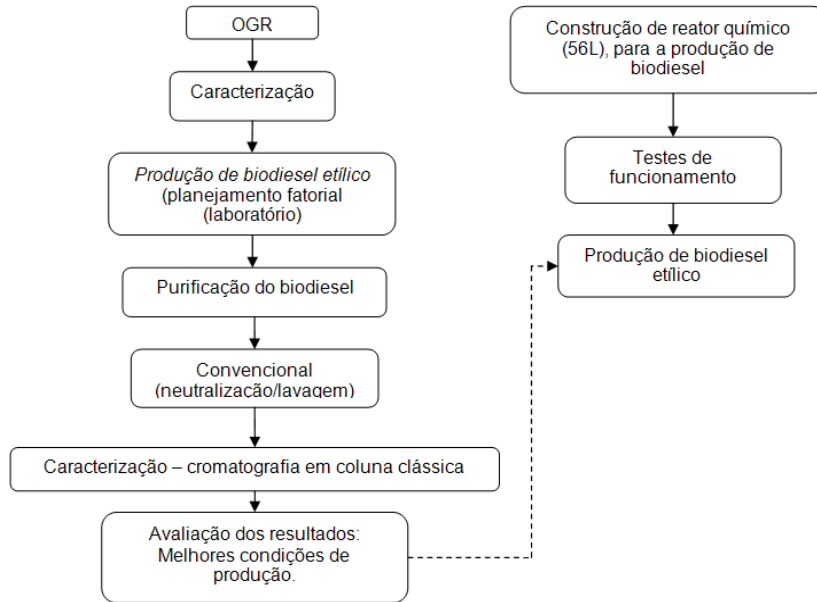


Figura 3.1. Diagrama esquemático mostrando as etapas do trabalho experimental.

### 3.1. Preparação da Matéria-prima

Os óleos e gorduras residuais (OGR) para o desenvolvimento deste trabalho foi cedida por uma empresa de realização de eventos, e que prepara os salgadinhos por imersão em óleo de soja aquecido.

#### 3.1.1. Filtração

As amostras de OGR foram retiradas do fornecedor em baldes plásticos de 15 kg., sendo necessário compor em uma única amostra para homogeneização. O conteúdo de cada balde foi filtrado utilizando-se um sistema de pré-filtragem em uma peneira de nylon com um chumaço de lã de aço para reter as partículas maiores. Em seguida utilizou-se um processo de filtração a vácuo usando um filtro sintético para café, para reter as partículas.

Após a filtragem dos OGR individualizados, estes foram misturados em um tambor plástico de 200 L, para a homogeneização da matéria-prima de partida para as etapas subsequentes: determinação de umidade e secagem.

#### 3.1.2. Secagem

Após a homogeneização dos OGR, uma amostra de 3L foi coletada para determinação de umidade. Este material foi seco sob vácuo, por 1 h 30 min. A 80°C em um sistema, montado com um Kitassato sobre uma chapa aquecedora acoplado a uma bomba de vácuo.

#### 3.1.3. Transesterificação Etilica do OGR

A produção do biodiesel em escala de laboratório foi realizada em bateladas de 100 g de OGR, que foi previamente aquecido no banho-maria do rota-evaporador (Fig. 3.2) obedecendo-se as condições reacionais para cada ensaio contido no planejamento experimental (Tabela 3.1).

O etanol e o KOH foram misturados a parte até a solubilização total do catalisador, mantendo-se a mesma temperatura do OGR.

A síntese iniciou-se com a adição do agente transesterificante ao balão contendo o OGR, e manteve-se a mistura reacional em temperatura e agitação constantes até o tempo determinado pelo experimento.





Figura 3.2. Rota-evaporador para a reação de transesterificação.

#### 3.1.4. Decantação das Fases Biodiesel/Glicerina

Após a reação de transesterificação, a mistura obtida passou por um processo de destilação a pressão reduzida, para a remoção do álcool em excesso. Em seguida, a mistura éster/glicerina foi transferida para um funil de decantação, e mantida em repouso por 12 h, obtendo-se duas fases: biodiesel e glicerina (Figura 3.3).



Figura 3.3. Decantação da glicerina e do biodiesel

#### 3.1.5. Purificação do Biodiesel Etilico de OGR e Caracterização

O biodiesel etílico de OGR foi lavado inicialmente com água destilada a 50 °C, a segunda lavagem foi realizada com solução de  $H_3PO_4$  0,5 M e as demais com água destilada a 50 °C. Em todas as lavagens utilizou-se um pulverizador com o objetivo de se obter uma maior eficiência na remoção dos resíduos de catalisador, álcool e contaminantes.

Completada a etapa de lavagem, deixou-se a mistura (biodiesel/água) em repouso em um funil de decantação por 20 min., a fim de promover a completa separação das fases.

O quantitativo de lavagens é estabelecido pelo monitoramento do pH da água de lavagem que deve ficar em torno de 7, idêntico ao da água destilada, indicando desta forma a completa remoção do catalisador e neutralizante.

Finalizou-se o processo secando o biodiesel sob vácuo em chapa aquecedora a 100 °C por 1 h, em seguida, foi resfriado e pesado para cálculo de rendimento.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Análises físico-químicas do OGR.

A reação de transesterificação é influenciada pelas propriedades físico-químicas do óleo. Embora não exista uma especificação oficial para os óleos (para a produção de biodiesel), estudos revelaram que altos índices de acidez e umidade, reduzem o rendimento da reação (CANAKCI, 2001). Os resultados na Tab. (4.1) ilustram que o índice de acidez está um pouco acima, mas o teor de umidade no OGR está abaixo do limite considerado aceitável para produção de biodiesel (2 mg KOH/g óleo e 0,5 %, respectivamente).

**Tabela 4.1. Resultados da caracterização do OGR**

Parâmetros	Amostra de OGR
Umidade (%)	0,26
Índice de Acidez (mg KOH/g óleo)	2,3
Índice de Saponificação (mg KOH/g óleo)	191,71
Densidade (g/mL)	0,92

### 4.2. Produção do biodiesel etílico de OGR em laboratório

Os rendimentos obtidos durante a produção estão diretamente relacionados com a qualidade das matérias-primas e das condições utilizadas. A Tabela 4.2 apresenta os resultados do planejamento fatorial usado na produção do biodiesel etílico de OGR em laboratório.

Verifica-se que os rendimentos após a lavagem com água variaram de 67%, na condição 3 (+,-,-) a 89%, na condição 2 (-,-,-). Sendo observadas perdas expressivas durante o processo de purificação empregando a lavagem com água, especialmente nas condições em que as proporções de uso do catalisador alcalino foram maiores como nas condições 3 (+,-,-) e 5 (+,+,-), onde as perdas foram de 20% e 14% respectivamente. Isto indica que o catalisador alcalino reagiu com os ácidos graxos livres produzindo sabões, solúveis em água, que foram removidos nesta etapa de purificação, diminuindo ainda mais o rendimento.

A reação do hidróxido de potássio com o álcool leva à formação de água e, na presença do catalisador básico, poderá levar à hidrólise de algum éster produzido, com conseqüente formação de sabão, como mostra a Figura 2.5. Esta saponificação indesejável reduz o rendimento do éster e dificulta consideravelmente a recuperação do glicerol, devido à formação de emulsão. Além disso, o consumo do catalisador reduz a eficiência da reação gerando dificuldades de purificação, formação de emulsões e perdas de rendimento. Portanto, para uma transesterificação catalisada por bases, tanto os óleos e gorduras e o álcool devem ser isentos de água (GERIS, 2007).

Na determinação dos teores de éster presentes nos extratos após a lavagem foi observado que os rendimentos da conversão foram muito baixos, variando de 14% na condição (-,+,-) a 31% na condição (-,-,-). Isto pode estar relacionado com a cinética da reação de saponificação, em que uma maior temperatura favorece o rendimento desta reação e conseqüente consumo do catalisador; desfavorecendo a reação de transesterificação; ou a presença de água no álcool que também favorece a saponificação dos ésteres já formados.

A Figura 4.1 mostra a representação gráfica dos efeitos individuais e interações das variáveis sobre a resposta rendimento em massa (%) do experimento fatorial da reação de transesterificação, após a purificação dos extratos.

Considerando-se a influência das variáveis controláveis sobre o rendimento após a lavagem, comprovou-se que o aumento do percentual do catalisador alcalino apresentou efeito negativo significativo sobre o rendimento, ou seja, quando o percentual de catalisador usado passou de 0,8% para 1,6%, o rendimento do processo reduziu em 15%.

Tendo em vista que LEUNG e GUO (2006), CORDEIRO (2003), CORTES LEITE (2008) produziram biodiesel etílico de OGR com catálise alcalina obtendo-se excelentes resultados de conversão em ésteres, atribui-se os baixos percentuais de conversão obtidos a qualidade dos reagentes catalisador, álcool referente a pureza e quantidade de água respectivamente e OGR referente a ácidos graxos livres (AGL) e % de água; como também as condições de umidade local que de certa forma incorpora-se aos reagentes no decorrer do tempo.

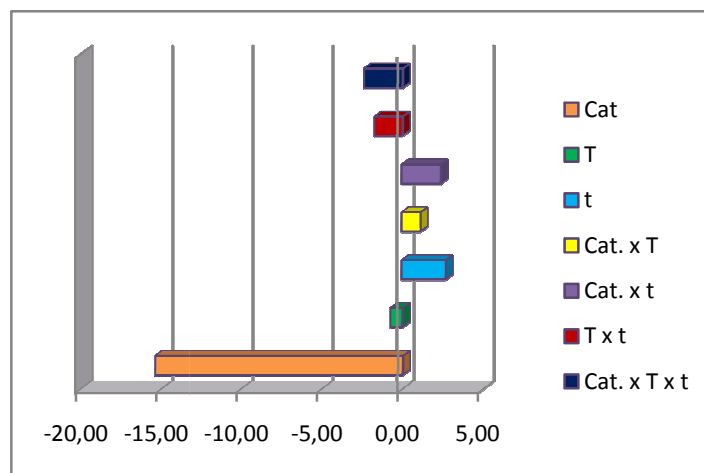


**Tabela 4.2. Resultados da produção do biodiesel etílico de OGR em laboratório.**

Amostras	CAT (%)	T (°C)	t (min.)	Rend.Bruto (%)	Rend. Após L/S (%)	Perdas (Lavagem) (%)
<b>1</b>	1,2	60	75	<b>90</b>	<b>85</b>	<b>6</b>
<b>2</b>	0,8	50	60	<b>98</b>	<b>89</b>	<b>9</b>
<b>3</b>	1,6	50	60	<b>84</b>	<b>67</b>	<b>20</b>
<b>4</b>	0,8	70	60	<b>94</b>	<b>86</b>	<b>9</b>
<b>5</b>	1,6	70	60	<b>83</b>	<b>72</b>	<b>14</b>
<b>6</b>	1,2	60	75	<b>91</b>	<b>85</b>	<b>7</b>
<b>7</b>	0,8	50	90	<b>94</b>	<b>88</b>	<b>6</b>
<b>8</b>	1,6	50	90	<b>85</b>	<b>77</b>	<b>10</b>
<b>9</b>	0,8	70	90	<b>96</b>	<b>87</b>	<b>9</b>
<b>10</b>	1,6	70	90	<b>83</b>	<b>73</b>	<b>12</b>
<b>11</b>	1,2	60	75	<b>89</b>	<b>79</b>	<b>11</b>

Com os resultados expressos na Tabela 4.2 e utilizando o programa Minitab 14, obteve-se os valores dos efeitos de cada parâmetro (catalisador, Temperatura e tempo de reação) sobre o rendimento em massa e teor de ésteres. Efetuou-se a análise da influência dos parâmetros em função das duas respostas. Para tanto é necessário determinar quais parâmetros realmente apresentam influência estatística significativa ao nível de significância de 95 %.

Na interação dos fatores temperatura de reação e catalisador observou-se que nos menores níveis, o rendimento em massa aumenta, pois para temperaturas próximas ao ponto de ebulição do álcool, a reação que é favorecida é a de saponificação, se no meio reacional existir ácidos graxos livres. Neste caso a reação de transesterificação é favorecida por uma temperatura baixa. Um tempo máximo de 80 min. é o suficiente para ter um elevado rendimento em massa de Biodiesel.

**Figura 4.1. Representação gráfica da análise dos efeitos individuais e interações das variáveis estudadas**

## 5. CONCLUSÕES

A produção de biodiesel etílico utilizando OGR com acidez de 2,23 mg KOH/g óleo não apresentou resultados satisfatórios, pois apesar de o rendimento em massa ter apresentado resultado razoável, com o melhor desempenho em torno de 89%, o percentual em ésteres apresentou-se muito abaixo do valor mínimo para ser utilizado como combustível, em torno de 31 %. Isto deve-se a baixa qualidade dos reagentes utilizados e ao elevado nível de umidade presente.

No estudo do planejamento fatorial levando-se em conta o rendimento em massa a única variável que teve influência, e de forma negativa foi o catalisador, pois com o aumento deste o rendimento tende a diminuir.

O reator químico de produção de biodiesel, construído nesse trabalho, funcionou perfeitamente sendo necessários somente pequenos ajustes para o uso continuado

Na produção do biodiesel em escala piloto não ocorreu a separação de fases, apesar da melhor condição reacional obtida no laboratório com o planejamento fatorial ter sido estendida para esse formato ampliado, possivelmente não se tenha conseguido retirar todo o álcool em excesso do meio reacional e também excesso de água.

## 6. REFERÊNCIAS

- ABIGOR, R. D.; UADIA, P. O.; FOGLIA, T. A.; HAAS, M. J.; JONES, K. C.; OKPEFA, E.; OBIBUZOR, J. U.; BAFOR, M. E. Lipase-catalysed production of biodiesel fuel from some Nigerian lauric oils. **Biochem. Soc. Trans.** 28, 979, 2000.
- ABREU, F. R.; LIMA, D. G.; HAMÚ, E. H.; WOLF, C.; SUAREZ, P. A. Z. Utilization of metal complexes as catalysts in the transesterification of brazilian vegetable oils with different alcohols. **J. Mol. Catal. A.: Chem.**, 209, 29, 2004.
- ANTOLÍN, G.; TINAUT, F.V.; BRICEÑO, Y.; CASTAÑO, V.; PÉREZ, C.; RAMÍREZ, A. I. Optimisation of biodiesel production by sunflower oil transesterification. *Bioresource Technology*, 83:11-114, 2003.
- ARRUDA, P. V.; RODRIGUES, R. C. L. B.; FELIPE, M. G. A. Glicerol: um subproduto com grande capacidade industrial e metabólica. **Analytica**, 26, 56, 2007.
- BARNWAL, B. K.; SHARMA, M. P. Prospects of biodiesel production from vegetable oils in India. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 9:363, 2005.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E.; Planejamento e Otimização de Experimentos, 2a ed., Editora Unicamp, Campinas, SP, 1996, 60-131.
- BONDIOLI, P. The preparation of fatty acid esters by means of catalytic reactions. **Top. Catal.**, 27, 77, 2004.
- BOURNAY, L.; CASANAVE, D.; DELFORT, B.; HILLION, G.; CHODORGE, J. A. New heterogeneous process for biodiesel production: a way to improve the quality and the value of the crude glycerin produced by biodiesel plants. **Catal. Today**, 106, 190, 2005.
- CANAKCI, M., GERPEN, J. Van. The performance and emissions of a diesel engine fueled with biodiesel from yellow grease and soybean oil. *Transactions ASAE*. **44**: 1429, 2001.

## 7. DIREITOS AUTORAIS

### PRODUCTION OF BIODIESEL ETHYL OF RESIDUAL OILS AND FATS (OGR) IN CHEMICAL REACTOR OF LOW COST

João Batista da Silva Filho, [jb\\_consuloria@click21.com.br](mailto:jb_consuloria@click21.com.br)<sup>1</sup>  
Lívia Mari Assis, [Livia@utfpr.edu.br](mailto:Livia@utfpr.edu.br)<sup>2</sup>  
Ana Mena Barreto Bastos, [anamenabarreto@cefetam.edu.br](mailto:anamenabarreto@cefetam.edu.br)<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Amazonas – IFAM, Av. Sete de Setembro, 1975 – Centro, CEP 69020-120 – Manaus – AM – Brasil,

<sup>2</sup>Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Av. Sete de Setembro, 3165 Bloco L 4º Andar – Rebouças, CEP 80230-901 – Curitiba – PR – Brasil.

#### ABSTRACT

This work deals with the production of biodiesel ethyl oils and fats from (OGR). OGR samples collected were filtered and prepared in a single container, a sample of 3 L was dried under vacuum and analyzed. The process of biodiesel production was conducted in two stages, the first stage was conducted in laboratory bench, through a factorial design in order to optimize the following reaction conditions: the percentage of catalyst, temperature and reaction time. The second stage was performed in a simplified prototype pilot, which aimed to produce 50 L of biodiesel ethyl, using the optimized conditions in the first step. After the production of biodiesel ethyl on a bench, it was purified using alternating washing with water and phosphoric acid 0.5 mol / L at 50 ° C and subsequent drying. To calculate the mass yield (%), employed the gravimetric method and the ester yield (%) used the column chromatography. The best performance of the catalyzed reaction was found to alkaline conditions: catalyst 0.8%, temperature 50 ° C and time 60 min.

**Keywords:** Waste oils and fats (OGR), biodiesel ethyl, column chromatography.

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.