

# Caracterização de biodiesel metílico obtido em transesterificação por catálise ácida a partir de óleos residuais de soja

## RESUMO

Óleos de soja residuais de fritura, coletados em estabelecimentos comerciais e domésticos, foram caracterizados quanto ao índice de acidez, índice de peróxido, índice de saponificação e quantificados quanto aos ácidos graxos por Cromatografia Gasosa e Detecção por Ionização de Chama (CG-DIC). Após essa análise preliminar foram submetidos a reação de transesterificação em processo catalítico ácido, utilizando  $H_2SO_4$  (1,25%),  $NH_4Cl$  (0,20%) e  $AlCl_3$  (0,25%) em metanol anidro (razão molar 6:1), sob refluxo por 1 h, sendo submetidos a processo de purificação, lavagem com água e filtração com sulfato de sódio anidro, para obtenção de biodiesel metílico. Como resultados, os óleos residuais relativamente degradados, com acidez de até  $76,72 \text{ mg KOH g}^{-1}$ , índice de peróxidos de até  $51,65 \text{ meq O}_2 \text{ kg}^{-1}$ , porcentagem de éster considerada muito baixa, de apenas 57,57 % e com redução significativa dos ácidos graxos poli-insaturados obtiveram rendimento em massa nas reações entre 87,25 e 92,23% e em ésteres metílicos, de até  $971,1 \text{ mg g}^{-1}$ , sendo que apenas uma das amostras de biodiesel obtida não atendeu aos parâmetros de umidade e índice de acidez de acordo com a Agência Nacional de Petróleo e Gás Natural (ANP). Observou-se que a matéria prima utilizada não interferiu na qualidade final do biodiesel obtido.

**PALAVRAS-CHAVE:** Transesterificação ácida; biodiesel metílico; óleo residual; cromatografia gasosa.

**Edmilson Antonio Canesin**

[prof.canesin@gmail.com](mailto:prof.canesin@gmail.com)  
<http://orcid.org/0000-0002-5067-4113>  
Coordenação de Licenciatura em Química (COLIQ), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Apucarana, Paraná, Brasil.

**Thais Marques Amorin**

[thaismarquesamorin@gmail.com](mailto:thaismarquesamorin@gmail.com)  
Coordenação de Tecnologia em Processos Químicos (COPEQ), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Apucarana, Paraná, Brasil.

**Anna Flávia de Faria Veroneze**

[annafaviaveroneze@hotmail.com](mailto:annafaviaveroneze@hotmail.com)  
Coordenação de Tecnologia em Processos Químicos (COPEQ), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Apucarana, Paraná, Brasil.

**Rubia Michele Suzuki**

[rubiasuzuki@utfpr.edu.br](mailto:rubiasuzuki@utfpr.edu.br)  
Coordenação de Licenciatura em Química (COLIQ), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Apucarana, Paraná, Brasil.

**Vanessa Vivian de Almeida**

[vanessavivian@utfpr.edu.br](mailto:vanessavivian@utfpr.edu.br)  
Coordenação de Licenciatura em Química (COLIQ), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Apucarana, Paraná, Brasil.

**Nilson Evelásio de Souza**

[nesouza@utfpr.edu.br](mailto:nesouza@utfpr.edu.br)  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina, Londrina, Paraná, Brasil.

**Elton Guntendorfer Bonafé**

[eltonbonafe@utfpr.edu.br](mailto:eltonbonafe@utfpr.edu.br)  
Coordenação de Licenciatura em Química (COLIQ), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Apucarana, Paraná, Brasil.

## INTRODUÇÃO

Muitos dos problemas ambientais atuais estão relacionados com as formas de obtenção e utilização das matrizes energéticas, não só no Brasil, mas de uma maneira global. Ouve-se com frequência termos como: chuva ácida, efeito estufa, elevação da temperatura global, camada de ozônio, destruição de fauna e flora entre outros, e esses termos são relacionados com a geração de energia, sem a qual não há crescimento econômico (RABONI *et al.*, 2014).

Com a certeza de que as fontes de petróleo têm a tendência de se tornarem cada vez mais escassas e um natural aumento do preço do petróleo bruto tornará seus derivados cada vez mais caros, a busca por formas alternativas não deve encontrar fronteiras nem desculpas para seu desenvolvimento e sim a cada dia trazer novidades nas metodologias de produção (JITPUTTI *et al.*, 2006; LEE *et al.*, 2013).

O descarte irregular de óleos de fritura no meio ambiente pode contaminar rios, lagos, solo e prejudicar a vida de diversas espécies. Além dos graves problemas ambientais, o despejo de óleos impróprios para consumo pode provocar entupimento nas instalações internas das residências e nas redes de coleta de esgotos, em função disso programas de coleta de óleos usados têm sido comumente realizados em municípios, sendo uma das formas para reaproveitar os óleos de fritura de origens doméstica e comercial por meio da produção de biocombustível (de GODOY *et al.*, 2010).

Segundo a Agência Nacional de Petróleo e Gás Natural (ANP) biodiesel é um combustível diesel alternativo, composto de mono ésteres alquílicos de ácidos graxos, derivados de óleos e gorduras de origem vegetal ou animal, a partir de uma rota catalítica ácida ou básica de transesterificação de óleos ou gorduras animais ou vegetais, com álcoois de cadeia curta (de MORAIS *et al.*, 2013; ANP, 2014).

Fontes alternativas que sejam capazes de suprir as necessidades energéticas da população, sem colocar o futuro do planeta em risco, são objeto de pesquisa de muitos setores da ciência, e o biodiesel vem fazendo parte dessa solução, pois é um produto biodegradável, não é tóxico, pode ser produzido a partir de diversas fontes de energia renováveis, como óleos vegetais de baixo valor comercial, através de reações de transesterificação, sendo menos nocivo para o ambiente do que o óleo diesel a base de petróleo (LOBO; FERREIRA; CRUZ, 2009).

Os óleos de soja utilizados para fritura podem sofrer processos de aquecimento contínuo, que normalmente são utilizados nos estabelecimentos comerciais ou descontínuo, onde, neste segundo caso o óleo é aquecido e depois armazenado para nova utilização o que é comum nas utilizações caseiras. Os dois casos provocam alterações físico-químicas nos óleos, como a oxidação e a hidrólise, podendo levar à produção de compostos tóxicos como peróxidos, aldeídos, cetonas, radicais livres, ácidos graxos trans e outros, prejudiciais à saúde humana, bem como alterações de sabor, cor e odor (OSAWA; GONÇALVES; MENDES, 2010).

Podem-se citar três vantagens decorrentes da utilização de óleos residuais de fritura como matéria-prima para produção de biodiesel. A tecnológica, caracterizada pela dispensa do processo de extração do óleo. A econômica, associada ao custo da matéria prima, pois o mesmo tem seu preço de mercado estabelecido, bem abaixo do valor de mercado do óleo novo, e a ambiental, pela

destinação adequada de um resíduo que, em geral, é descartado inadequadamente impactando o solo e o lençol freático e, conseqüentemente, a biomassa desses sistemas (BORUGADDA; GOUD, 2012; MOECKE *et al.*, 2012).

Esse estudo teve como objetivo avaliar a qualidade físico-química de óleos residuais de soja obtidos em processos de fritura comercial e doméstica e, produzir biodiesel por um processo de transesterificação ácida metílica com a finalidade de avaliar o rendimento e observar se o biodiesel obtido atende a alguns parâmetros de qualidade da ANP.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### AMOSTRAGEM

Foram separadas 9 amostras de óleos residuais de soja, de origens variadas e uma amostra de óleo de soja refinado novo de marca conhecida adquirido no comércio (Quadro 1).

**Quadro 1.** Amostras de óleo de soja residual submetidas a transesterificação ácida, suas origens e denominações

Origem do óleo de soja	Número da Amostra e Característica
Doméstica	1 Amostras que foram submetidas a apenas um processo de fritura/aquecimento
	2
	3
	4 Amostras submetidas a, no mínimo, 3 processos de fritura/aquecimento
	5
	6
Comercial	7 Equipamentos de fritura elétricos
	8 (Aquecimento contínuo por no mínimo 4 horas ininterruptas)
	9
Óleo de soja refinado	10 Óleo de soja refinado novo de marca conhecida

O recolhimento ocorreu por um período de 30 dias. No laboratório, as amostras foram aquecidas a 60 °C, para diminuir a viscosidade e facilitar o processo de filtração, o qual foi realizado inicialmente em peneiras (60 *mesh*) e posteriormente filtrados usando filtro comercial 100,0 % polipropileno e sulfato de sódio anidro para redução da umidade, após esse procedimento de preparação foram armazenadas em recipientes de vidro de 1 L, à temperatura ambiente e ao abrigo da luz.

### CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DAS AMOSTRAS DE ÓLEOS RESIDUAIS

A avaliação de algumas características físico-químicas dos óleos residuais, para obtenção de biodiesel, foi útil para verificar a possível degradação dos mesmos em

função dos diferentes processos de frituras aos quais foram submetidos. Esta degradação pode influenciar em um decréscimo no rendimento da obtenção dos ésteres metílicos para uso como combustível (da SILVA; NETO, 2013; SAHAR *et al.*, 2018).

### ÍNDICE DE ACIDEZ

As amostras de óleos foram tituladas usando-se  $0,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$  (em triplicatas) em erlenmeyer de 125 mL, onde adicionou-se 10,0 mL de uma mistura 1:1 (v/v) de etanol:éter etílico para solubilização do óleo e gotas de fenolftaleína (0,1% em etanol) como indicador. Procedeu-se a titulação dos ácidos graxos livres com solução aquosa de KOH  $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ , devidamente padronizada com solução de biftalato de potássio (AOCS, 1998; ANVISA, 2005; ALPTEKIN; CANAKCI, 2009).

### ÍNDICE DE PERÓXIDO

Solubilizou-se cerca de  $5,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$  de óleo (em triplicata), em 30,0 mL de uma mistura de ácido acético/clorofórmio (3:2 v/v) em erlenmeyer com rolha, adicionou-se excesso de iodeto na amostra, este reagiu com os peróxidos presentes para formação de  $\text{I}_2$ . Na forma de  $\text{I}_2$  a solubilidade em água é baixa, mas com excesso de iodeto ocorre a formação de tri-iodeto ( $\text{I}_3^-$ ) que é muito solúvel. O iodo formado foi titulado com tiosulfato de sódio ( $0,01 \text{ mol L}^{-1}$ ) na presença solução de amido (0,70% m/v) como indicador. As amostras foram conservadas ao abrigo da luz, tampadas e conservadas na temperatura de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  em estufa termostatizada (Marca Solab – DBO 20) durante o procedimento minimizando as perdas de iodo, e consequentes erros de titulação (ISO, 1978; GÓMEZ *et al.*, 2009; HAGE; CARR, 2012).

### ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

Usou-se  $1,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$  de óleo (em triplicata), em balões de fundo chato e junta esmerilhada 24/40 com capacidade de 250,0 mL. Adicionou-se 20,0 mL de solução alcoólica de KOH ( $50 \text{ g L}^{-1}$  em etanol) e aqueceu-se sob refluxo por 90 min. Após o esfriamento, titulou-se o KOH excedente com solução de HCl  $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ , previamente padronizada usando fenolftaleína como indicador. Para cada amostra preparou-se também um branco contendo apenas a solução de KOH alcoólico (ISO, 1978). Este índice foi usado para uma rápida avaliação do potencial de formação dos ésteres através da Equação 1, onde IS é o índice de saponificação e IA é o índice de acidez.

$$\% \text{ Éster} = [100 \times (\text{IS} - \text{IA})]/\text{IS} \quad \text{Equação 1}$$

### QUANTIFICAÇÃO DOS ÉSTERES METÍLICOS DE ÁCIDOS GRAXOS

Para identificação e quantificação dos ácidos graxos presentes foram selecionadas duas amostras de óleo de soja descritas no Quadro 1, uma de óleo

residual (Amostra 1), e outra de óleo de soja novo (Amostra 10), para avaliar a resposta do detector e condição do padrão interno. Os ésteres metílicos de ácidos graxos foram separados em um cromatógrafo a gás CP-3380 (Varian, EUA), equipado com detector de ionização de chama e coluna capilar de sílica fundida CP-7420 (100m, 0,25mm e 0,25 $\mu$ m i.d, 100% cianopropil ligado, Varian, EUA). As vazões dos gases foram de 1,4 mL min<sup>-1</sup> para o gás de arraste (H<sub>2</sub>); 30 mL min<sup>-1</sup> para o gás auxiliar (N<sub>2</sub>) e 30 e 300 mL min<sup>-1</sup> para o gás H<sub>2</sub> e para o ar sintético da chama, respectivamente. A razão de divisão da amostra (*split*) foi de 1/80, as temperaturas do injetor e detector foram 235 °C. A temperatura da coluna foi de 170 °C por 6 min, sendo então elevada para 230 °C a uma taxa de 3 °C min<sup>-1</sup>, permanecendo nesta temperatura por 2 min. O tempo total de análise foi de 28 minutos. As áreas dos picos foram determinadas pelo software Star (Varian). As injeções foram realizadas em triplicatas em volumes de 1 $\mu$ L. A identificação dos ácidos graxos foi baseada na comparação dos tempos de retenção com os dos ésteres metílicos das misturas padrão contendo os isômeros geométricos dos ácidos linoléico (Sigma) e alfa-linolênico e nos valores de comprimento equivalente da cadeia (ECL), e as quantificações foram efetuadas em relação ao padrão interno, tricosanato de metila (23:0) (VISENTAINER; FRANCO, 2006).

### SÍNTESE DO BIODIESEL

O método utilizado para a obtenção do biodiesel foi a transesterificação ácida de óleos residuais de soja na qual os óleos foram submetidos a reação em razão molar 6:1 com metanol, com os catalisadores, ácido sulfúrico (1,25% m/v), cloreto de alumínio (0,25% m/v) e cloreto de amônia (0,20% m/v) dissolvidos, usando a relação (m/v) em relação ao volume de metanol. Neste processo, realizado em duplicata, os óleos permaneceram a uma temperatura de 55 °C sob agitação de 3200 rpm durante 1 h em reação sob refluxo. Após a reação, o sistema permaneceu em repouso para a decantação da glicerina e excesso do metanol, que foram separados em funil de decantação. Após esta etapa submeteu-se a mistura de ésteres a lavagens sucessivas, usando NaOH 0,01% (m/v) inicialmente em água a 60 °C e em seguida apenas com água a 60 °C. Após as lavagens o biodiesel obtido foi filtrado com sulfato de sódio anidro para retirada da umidade.

### CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE BIODIESEL: ÍNDICE DE IODO

Para a determinação em triplicata, adicionou-se 0,25 g  $\pm$  0,1 mg do biodiesel, em erlenmeyer de 250,0 mL, adicionando-se 10,0 mL de hexano para solubilização e em seguida 20,0 mL de reagente de Wijs. Tampou-se e agitou-se mantendo em estufa a 20°C, no escuro por 30 min. Adicionou-se 10,0 mL de solução de KI a 15,0% (m/v), 100 mL de água destilada recém fervida e fria, titulou-se com solução de tiosulfato de sódio 0,10 mol L<sup>-1</sup>, usando-se solução de amido (0,70% m/v) próximo ao ponto final, como indicador (ISO, 1978).

### CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE BIODIESEL: UMIDADE POR KARL FISCHER

Utilizou-se a titulação de Karl-Fischer para a determinação do teor de água, através de um titulador semiautomático (QUIMIS modelo Q349) (AKOH e MIN,

2008). O método é baseado na titulação potenciométrica, com detecção por eletrodo de platina (SKOOG; HOLLER; WEST, 2009; ANP, 2014).

O reagente Karl-Fischer, composto de iodo, dióxido de enxofre e metanol, sem piridina (marca Vetec) sendo a estequiometria da reação entre água e iodo na razão 1:1. O método baseou-se na norma ASTM D6304 (ANP, 2014), usando-se como solvente clorofórmio/metanol (3:1 v/v). Inicialmente calibrou-se o reagente de Karl Fischer com cerca de 20 µL de água, usando-se micro seringa previamente aferida em balança com precisão de 0,1 mg. Em seguida foram tituladas amostras de biodiesel em triplicatas com cerca de 0,2000 ± 0,1 mg, com a inserção da amostra diretamente no copo reator para evitar umidade.

#### CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE BIODIESEL: DENSIDADE

Utilizou-se um conjunto de densímetros (Mercúrio, com certificação do INMETRO no. 14438426), de acordo com a NBR 7148 (ANP, 2014), em conjunto com sistema de circulação (MARQLABOR), ultra termostatizado a 15,0 ± 0,1°C, que mantinha a amostra na temperatura de análise através de um sistema de camisa, por onde circulava a água de refrigeração.

#### CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE BIODIESEL: VISCOSIDADE

Utilizou-se um viscosímetro microprocessado (QUIMIS, modelo Q860M26). Para garantir a temperatura do biocombustível durante a medida acoplou-se um sistema de circulação ultra termostatizado (SOLAB), para estabilização da temperatura das amostras em 40,0 ± 0,1°C. O equipamento foi previamente calibrado através de um padrão de glicerina p.a. (Vetec, 99,9% de pureza), conforme recomendação do fabricante.

#### CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE BIODIESEL: PONTO DE FULGOR E PONTO DE COMBUSTÃO

Utilizou-se um aparelho de ponto de fulgor vaso aberto do tipo Cleveland, (QUIMIS modelo Q292) que atende a norma ASTM D92 para todos os derivados de petróleo com ponto de fulgor acima de 79°C, sendo que o ponto de combustão foi determinado no mesmo instrumento na sequência da determinação do ponto de fulgor (ANP, 2014; MONTEIRO *et al.*, 2008).

#### CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE BIODIESEL: RENDIMENTO PERCENTUAL EM MASSA TOTAL DO BIODIESEL

Verificou-se o rendimento, em massa, do biodiesel obtido após todas as etapas de purificação, a partir da massa de óleo utilizada no processo de transesterificação. Para isso, antes de cada síntese, aferiu-se a massa de óleo residual em balança analítica diretamente no próprio balão da reação, e após todas as etapas, e do processo de filtração, verificou-se a massa total de biodiesel obtido.

## CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE BIODIESEL: RENDIMENTO PERCENTUAL EM ÉSTERES METÍLICOS

Para avaliação do rendimento percentual em ésteres metílicos obtidos no biodiesel, utilizou-se uma massa média das amostras de biodiesel de 0,0100 g aferidas em balança analítica em tubos ependorf, às quais foram adicionados 200  $\mu\text{L}$  de padrão C23:0 (Sigma-Aldrich) com concentração de  $1,0 \text{ mg mL}^{-1}$  e 800  $\mu\text{L}$  de heptano. Após agitação foi injetado 1  $\mu\text{L}$  no cromatógrafo, nas mesmas condições de quantificação citadas anteriormente para os óleos. Todas as amostras e injeções foram realizadas em triplicata.

### ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados obtidos na quantificação dos ésteres metílicos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a 5% de probabilidade, pelo teste de Tukey, através do software Statistic (SPSS for Windows, versão 13.0).

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi realizada a quantificação dos ésteres metílicos de uma amostra de óleo de soja refinado e uma de óleo de soja residual (Residual 1) (Tabela 1), utilizando um método conhecido da literatura (BANNON *et al.*, 1982) para uma comparação do efeito de altas temperaturas sobre a composição química dos ésteres metílicos que compõem o biodiesel. Observou-se uma sensível diminuição dos AGP (Ácidos Graxos Poli-insaturados) em torno de 10%, um aumento significativo dos AGM (Ácidos Graxos Monoinsaturados) acima de 20%, e um aumento na concentração dos AGS (Ácidos Graxos Saturados), acima de 15%.

**Tabela 1-** Concentração dos ésteres metílicos em  $\text{mg g}^{-1}$  de amostra  $\pm$  desvio padrão obtidos em óleo de soja refinado e óleo de soja residual 1 através do método Bannon, *et al.* de transesterificação

EMAG	Óleo de soja refinado	Óleo de soja Residual 1	Diferença %
EMAGS	148 $\pm$ 4	171 $\pm$ 5	+ 15,5%
EMAGM	256 $\pm$ 4	308 $\pm$ 6	+ 20,3%
EMAGP	522 $\pm$ 5	466 $\pm$ 3	- 10,7%
EMAG <i>trans</i>	11,7 $\pm$ 4,8	3,65 $\pm$ 0,15	-68,8%
Total*	938 $\pm$ 8	949 $\pm$ 13	-

NOTA: \*Soma dos EMAGS (Ésteres Metílicos de Ácidos Graxos Saturados), EMAGM (Ésteres Metílicos de Ácidos Graxos Monoinsaturados), EMAGP (Ésteres Metílicos de Ácidos Graxos Poli-insaturados) e EMAG *trans* (Ésteres Metílicos de Ácidos Graxos *trans*).

Pode-se considerar que essas alterações encontradas no óleo de soja residual em comparação ao óleo de soja refinado podem alterar algumas propriedades físico-químicas do biodiesel obtido, como a diminuição dos ácidos graxos poli-insaturados (AGP) (KARAVLAKIS *et al.*, 2011).

O menor número de insaturações, devido a presença de maior quantidade de ésteres metílicos de ácidos graxos monoinsaturados (EMAGM) pode aumentar a viscosidade do biodiesel e conseqüentemente alterar sua pulverização na câmara de combustão (McCORMICK *et al.*, 2007). O aumento da concentração dos ésteres metílicos de ácidos graxos saturados (EMAGS) pode causar turbidez, em baixas temperaturas, e até formação de precipitados, em função da solidificação desses ésteres, devido ao seu menor ponto de fusão, porém são ésteres que contribuem para um aumento do ponto de fulgor do biodiesel (TSOLAKIS *et al.*, 2007).

Os óleos residuais também foram avaliados em algumas propriedades físico-químicas o que foi útil para avaliar a possível degradação dos óleos em função dos processos aos quais foram submetidos (Quadro 1). Esta degradação pode influenciar em um decréscimo no rendimento da obtenção dos ésteres. A determinação da presença de hidroperóxidos em óleos, contribuiu para a avaliação do nível de degradação, resultante principalmente da exposição a altas temperaturas que foram observadas nas amostras utilizadas (JEFFERY *et al.*, 1992).

O índice de acidez (IA), também é um valor qualitativo dos óleos, os ácidos graxos livres possuem diversas origens, entre elas as altas temperaturas ou processos de oxidações na presença de peróxidos ou luz (FERNANDO *et al.*, 2007). De forma geral não foi observada uma relação direta das formas como os óleos foram utilizados (Quadro 1) com as propriedades físico-químicas apresentadas na Tabela 2 (CORSINI; JORGE, 2006; FREIRE *et al.*, 2013).

**Tabela 2-** Propriedades físico-químicas dos óleos residuais de soja (Amostras 1 a 9), e do óleo de soja novo (Amostra 10), utilizados para obtenção de biodiesel metílico

Amostras	Índice de Acidez (mg KOH g <sup>-1</sup> )	Índice de Peróxidos (meq O <sub>2</sub> kg <sup>-1</sup> )	Índice de Saponificação (mg KOH g <sup>-1</sup> )	% de Éster
1	49,63 <sup>a</sup> ± 4,51	37,16 <sup>b</sup> ± 0,30	185,43 <sup>a,b,e</sup> ± 3,38	73,23 ± 3,32
2	14,24 <sup>b</sup> ± 4,86	18,25 <sup>a</sup> ± 0,30	180,88 <sup>a</sup> ± 6,52	92,12 ± 5,59
3	76,72 <sup>e</sup> ± 6,31	51,65 <sup>f</sup> ± 0,60	180,82 <sup>a</sup> ± 3,47	57,57 ± 4,13
4	4,8 <sup>b,c</sup> ± 2,36	16,38 <sup>a,c</sup> ± 0,00	194,84 <sup>a,c</sup> ± 5,91	97,53 ± 4,40
5	3,05 <sup>b</sup> ± 3,48	16,06 <sup>a,c</sup> ± 0,44	179,55 <sup>a</sup> ± 1,61	98,30 ± 2,31
6	61,52 <sup>d</sup> ± 6,13	34,94 <sup>b,e</sup> ± 0,77	178,18 <sup>f</sup> ± 0,10	65,47 ± 3,44
7	54,35 <sup>a</sup> ± 1,08	33,52 <sup>e</sup> ± 2,19	205,62 <sup>b,c,d,e</sup> ± 1,72	73,56 ± 0,99
8	5,39 <sup>b,c</sup> ± 0,56	24,24 <sup>d</sup> ± 1,05	199,96 <sup>g</sup> ± 2,84	97,30 ± 1,46
9	1,30 <sup>c</sup> ± 0,31	4,83 <sup>g</sup> ± 0,30	188,29 <sup>a,e</sup> ± 6,16	99,30 ± 3,38
10*	0,28 ± 0,04	3,23 ± 0,62	195,06 ± 1,60	99,86 ± 0,83

NOTA: Resultados expressos como média ± desvio padrão. Letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas (P<0,05) pelo Teste de Tukey entre as amostras. \*A amostra 10 foi excluída do Teste de Tukey, óleo novo com propriedades distintas dos residuais.

Comparados com o óleo de soja refinado, que apresenta % de Éster 99,86%, os demais óleos apresentaram porcentagem de ésteres inferiores, em alguns casos, como nas amostras 1 (73,23%), 3 (57,57%), 6 (65,47%) e 7 (73,56%), muito abaixo do que recomenda a ANP (mínimo de 96,5%) para a realização de catálises alcalinas (ANP, 2014). Estes valores de % de éster muito baixos, devido à acidez



elevada, podem ser considerados inviáveis para efetuar uma catálise básica e a produção de biodiesel (ANP, 2014), mas para uma catálise ácida resultaram em um bom rendimento de reação, conforme mostra a Tabela 3 (KOUZU *et al.*, 2008; LIU, McDONALD; WANG, 2010).

**Tabela 3.** Rendimento da reação de obtenção de biodiesel metílico por catálise ácida a partir das amostras de óleos de soja residuais (1 a 9) e óleo de soja refinado (10).

Amostra de Óleo	Rendimento % em massa do biodiesel obtido	*Total de ésteres metílicos no biodiesel obtido em mg g <sup>-1</sup>
1	88,77 ± 3,210	967,4 ± 13,40
2	89,76 ± 2,173	955,2 ± 11,10
3	91,84 ± 2,851	971,1 ± 10,80
4	90,88 ± 3,005	961,7 ± 12,20
5	88,75 ± 5,950	958,5 ± 14,20
6	92,23 ± 3,430	965,5 ± 13,10
7	89,58 ± 4,960	958,3 ± 10,30
8	87,25 ± 4,295	970,2 ± 11,70
9	88,16 ± 5,475	965,3 ± 10,20
10	92,98 ± 2,270	959,8 ± 12,60

NOTA: \*Resultados expressos como média ± desvio padrão das injeções em triplicata no cromatógrafo.

A catálise ácida que foi proposta neste trabalho evitou que os ácidos graxos livres fossem convertidos em sabões, o que diminuiria sensivelmente o rendimento do biodiesel nas amostras de elevada acidez, devido à reação de saponificação que ocorreria rapidamente no caso de uso de catalisadores alcalinos constituídos por hidróxidos de sódio ou potássio (LIU; McDONALD; WANG, 2010). O processo proposto, ou seja, uso de catalisador de natureza ácida (SCHUCHARDT, SERCHELI; VARGAS, 1998) mostrou-se eficiente na conversão dos ácidos graxos livres uma vez que o rendimento percentual em massa não foi inferior a 87,25%, e mesmo para a amostra 3, que possuía acidez de  $76,72 \pm 6,31$  mg KOH g<sup>-1</sup>, obteve-se um rendimento superior a 91%.

Para comercialização, o biodiesel de qualquer origem, precisa estar em conformidade com uma série de características físico-químicas estabelecidas pela ANP (Agência Nacional de Petróleo e Gás Natural) (ANP, 2014), de forma a garantir um melhor funcionamento e durabilidade dos motores diesel, dispensando qualquer procedimento de adaptação. Os parâmetros físico-químicos que foram avaliados para as amostras de biodiesel obtidos, mostram, de acordo com a Tabela 4, que apenas a amostra de biodiesel sintetizada do óleo 7, não atendeu aos valores exigidos pela ANP para o índice de acidez e umidade por Karl Fischer. A acidez elevada no biodiesel quantifica o teor de ácidos graxos livres (AGL) no combustível recém preparado e os AGL derivados da degradação no combustível estocado. No caso de uso de ácidos minerais nos processos de produção, este parâmetro ajuda a determinar a sua presença. A acidez é influenciada pelo tipo de matéria-prima, mas principalmente pelo processo de purificação ou refinamento do biodiesel. A elevada acidez é indesejável devido a processos de corrosão e formação de depósitos dentro do motor (MA e HANNA, 1999).

A umidade é um fator que está associado aos processos de purificação e não de eficiência de reação, a mesma causa transtornos principalmente no armazenamento, devido à hidrólise dos ésteres (TANAMATI *et al.*, 2010). A ANP estabelece que este parâmetro não seja superior a 500 ppm para a comercialização e recomenda que o biodiesel seja centrifugado, sendo que este processo, além de aumentar a eficiência da separação de água, também torna mais rápido no processo produtivo. No caso deste trabalho as amostras foram filtradas com sulfato de sódio e armazenadas, mostrando-se um processo eficiente, apesar de lento, pois a grande maioria das amostras atendeu à exigência da ANP.

Os demais parâmetros que foram avaliados atenderam às normas da ANP (Tabela 4), porém é importante ressaltar parâmetros como o índice de iodo, que apresentou valores abaixo de 100 mg I<sub>2</sub> 100 g<sup>-1</sup> do biocombustível em todas as amostras obtidas de óleo de soja usado, o que pode ser considerado normal, uma vez que a exposição a altas temperaturas nos processos de frituras contribui para diminuir a concentração de cadeias poli-insaturadas (TANAMATI *et al.*, 2010).

**Tabela 4.** Resultados das análises físico-químicas realizadas nas amostras de biodiesel metílico obtido dos óleos de soja residuais (Amostras 1 a 9) e óleo de soja refinado novo (Amostra 10) e parâmetros da ANP.

Bio	Parâmetros Avaliados						
	<i>d</i> (g cm <sup>-3</sup> )	V 40°C (mPa s)	PF (°C)	PC (°C)	InI (mg I <sub>2</sub> 100g <sup>-1</sup> )	IA (mg KOH g <sup>-1</sup> )	KF (ppm)
1	0,886	5,05	166 ± 1	186 ± 2	95,97	0,30 ± 0,05	320 ± 41
2	0,887	5,08	163 ± 1	185 ± 3	95,64	0,32 ± 0,12	352 ± 62
3	0,885	4,88	162 ± 2	186 ± 2	97,14	0,23 ± 0,03	317 ± 55
4	0,880	4,18	179 ± 1	193 ± 2	95,17	0,23 ± 0,11	328 ± 80
5	0,881	4,91	178 ± 2	190 ± 4	98,38	0,22 ± 0,08	330 ± 90
6	0,878	4,78	173 ± 2	195 ± 3	87,07	0,23 ± 0,15	392 ± 51
7	0,879	5,18	175 ± 1	195 ± 3	89,68	0,60 ± 0,05	602 ± 36
8	0,890	5,53	167 ± 1	192 ± 2	94,10	0,51 ± 0,09	505 ± 48
9	0,873	5,26	171 ± 3	190 ± 3	92,00	0,54 ± 0,10	515 ± 25
10	0,880	5,42	180 ± 1	194 ± 3	112,1	0,48 ± 0,08	482 ± 38
<b>ANP</b>	<b>0,850 a 0,900</b>	<b>3,0 a 6,0</b>	<b>&gt;100</b>	<b>-</b>	<b>Anotar</b>	<b>0,50</b>	<b>500</b>

NOTA: Bio = Amostra do biodiesel, *d* = Densidade, V40 °C = Viscosidade determinada a 40 °C, PF = Ponto de fulgor, PC = Ponto de combustão, InI = Índice de Iodo, IA = Índice de Acidez e KF = Umidade por Karl Fischer.

Além disso, o uso de catalisador ácido, neste caso o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, no processo de transesterificação também contribui para redução destas cadeias, pelo ataque do catalisador às duplas ligações (SOLOMONS e FRYHLE, 2009). A norma europeia estabelece um limite de até 120 g I<sub>2</sub> 100 g<sup>-1</sup> para o índice de iodo, uma vez que, um menor número de insaturações significam uma melhor estabilidade oxidativa no processo de armazenamento.

O controle da densidade é importante para compensar o menor poder calorífico do biodiesel, pois uma densidade mais elevada, irá resultar em maior massa de combustível injetada por unidade de volume, o que enriquece a mistura

e proporciona mais potência (DEMIRBAS, 2006; SANLI; CANACKI, 2008), sendo que para as amostras sintetizadas o menor valor determinado foi de  $0,878 \text{ g cm}^{-3}$  que representa um valor de 2,7% acima do valor mínimo exigido pela ANP, fator que, combinado com os valores de viscosidade, que também atenderam aos limites da ANP, permitem um bom processo de aspersão do combustível na câmara de combustão e poderão resultar um melhor rendimento no poder calorífico.

O ponto de fulgor representa a temperatura na qual o combustível se torna uma mistura que vai iniciar um processo de combustão quando exposta a uma faísca ou chama, sendo uma propriedade bastante significativa no rendimento do motor, e importante para os processos de armazenamento e transporte. Já o ponto de combustão indicará a temperatura na qual a combustão irá persistir, sem a necessidade da faísca externa. A presença de metanol residual, resultante dos processos de transesterificação afeta diretamente estes parâmetros, também conhecidos como *flash point* e *fire point* respectivamente (KARMAKAR *et al.*, 2018).

Os motores a óleo diesel de petróleo possuem um funcionamento com valor médio de  $52 \text{ }^\circ\text{C}$  para o ponto de fulgor e, de acordo com as normas ASTM D6751 (2008), o biodiesel deve possuir um valor mínimo de  $131 \text{ }^\circ\text{C}$  para esta propriedade (FERNANDO *et al.*, 2007; MONTEIRO *et al.*, 2008). Quando o ponto de fulgor está acima deste valor mínimo, dispensa-se a análise de metanol residual, já o ponto de combustão não apresenta valores mínimos determinados pelas normas de comercialização (ANP, 2014), mas a literatura traz informações de que valores próximos dos  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ , aumentam o poder calorífico do biocombustível, tornando-o mais eficiente (TSOLAKIS *et al.*, 2007; MURUGAN; RAMASWAMY; NAGARAJAN, 2008; ALPTEKIN e CANACKI, 2009; GÓMEZ *et al.*, 2009), e temperaturas muito elevadas para o ponto de combustão (acima de  $210 \text{ }^\circ\text{C}$ ) podem significar uma quantidade muito elevada de mono, di e triacilgliceróis, diminuindo muito a qualidade do biocombustível (FERNANDO *et al.*, 2007).

## CONCLUSÕES

O nível de degradação dos óleos residuais utilizados como matéria prima pode ser considerado muito alto, devido à alta acidez apresentada que reduziu significativamente as porcentagens de éster disponíveis nos óleos, o que poderia tornar a catálise alcalina inviável para este tipo de amostra, porém a catálise ácida que foi proposta para a transesterificação mostrou-se eficiente, pois, mesmo com acidez muito elevada, o catalisador ácido promove a formação de mono ésteres alquílicos de interesse para o biodiesel.

A origem dos óleos residuais não interferiu nas propriedades físico-químicas avaliadas e não interferiu em características do biodiesel obtido. O uso da catálise ácida proporcionou um índice de iodo com valor muito satisfatório indicando uma possível estabilidade ao armazenamento e menor tendência à formação de polímeros demonstrada por uma sensível diminuição da concentração dos ésteres com cadeias poli-insaturadas que foi verificada através do processo de quantificação do óleo novo e da amostra de óleo usado e confirmada através do índice de iodo de todas as amostras de biodiesel sintetizadas, além disso a catálise proposta apresentou um bom rendimento em ésteres metílicos.

## Characterization of methyl biodiesel obtained in transesterification by acid catalysis from residual soybean oils

### ABSTRACT

Waste soybean oils by frying collected in commercial and domestic, were characterized by acidity index, peroxide index, saponification index and quantified by gas chromatography and flame ionization detection (GC-FID). After preliminary analysis, they were submitted to transesterification in acid catalytic process, with  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1.25 %),  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (0.20 %) and  $\text{AlCl}_3$  (0.25 %) in anhydrous methanol (6:1 molar ratio), under reflux for 1 h, realizing a purification process with distilled water and filter with anhydrous sodium sulfate to obtain methyl biodiesel. With results, residual oils with an acidity the  $76.72 \text{ mg KOH g}^{-1}$ , peroxide index up to  $51.65 \text{ meq O}_2 \text{ kg}^{-1}$ , percentage of ester of only 57.75 % and with a significant reduction in fatty acids polyunsaturated obtained mass yield in the reactions between 87.25 and 92.23 % yield in methyl esters, of up to  $971.1 \text{ mg g}^{-1}$ , being that only one of the samples of biodiesel obtained, did not meet the parameters of humidity an acidity index according to the National Petroleum and Natural Gas Agency (ANP). Was observed that the raw material used does not affect the final quality of the biodiesel obtained.

**KEYWORDS:** Acid transesterification; methyl biodiesel; waste oil; gas chromatography.

## REFERÊNCIAS

AKOH, C. C. and MIN, D. B. **Food Lipids - Chemistry, Nutrition and Biotechnology**. 3. ed. New York: CRC Press, 2008.

ALPTEKIN, E.; CANAKCI, M. Characterization of the key fuel properties of methyl ester-diesel fuel blends. **Fuel**, v. 88, n. 1, p. 75-80, 2009.

ANP-Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Disponível em <<http://www.anp.gov.br/?id=268>>, Acesso em: 08 dez. 2014.

ANP-Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. **Resolução no. 45 de 25/08/2014; Diário Oficial da União de 26/08/2014**. Disponível em: <[http://nxt.anp.gov.br/NXT/gateway.dll/leg/resolucoes\\_anp/2014/agosto/ranp%2045%20-%202014.xml?f=templates\\$fn=document-frame.htm\\$3.0\\$g=\\$x=\\$nc=906](http://nxt.anp.gov.br/NXT/gateway.dll/leg/resolucoes_anp/2014/agosto/ranp%2045%20-%202014.xml?f=templates$fn=document-frame.htm$3.0$g=$x=$nc=906)>. Acesso em: 21 jan. 2015.

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos**. Brasília-MS: Instituto Adolf Lutz, 2005.

AOCS - American Oil Chemists' Society. **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society**, 5. ed. Illinois: Press Champaign, 1998.

ASTM – American Society of Testing Materials. **D6751**. Biodiesel Standards and Testing. 2008.

BANNON, C. D.; BREEN, G. J.; CRASKE, J. D.; HAI, N. T.; HARPER, N. L. Analysis of fatty acid methyl esters with high accuracy and reliability: III. Literature review of and investigations into the development of rapid procedures for the methoxide-catalysed methanolysis of fats and oils. **Journal of Chromatography**, v. 247, p. 63-69, 1982.

BORUGADDA, V. B.; GOUD, V. V.; Biodiesel production from renewable feedstocks: Status and opportunities. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 16, n. 7, p. 4763-4784, 2012.

CORSINI, M. da S.; JORGE, N. Estabilidade oxidativa de óleos vegetais utilizados em frituras de mandiocas palito congelada. **Cienc. Tecnol. Aliment.**, v. 26, n. 1, p. 27-32, 2006.

da SILVA, T. A. R.; NETO, W. B.; Estudo da redução da acidez do óleo residual para a produção de biodiesel utilizando planejamento fatorial fracionado. **Revista Virtual de Química**, v. 5, n. 5, p. 828-839, 2013.

DEMIRBAS, A. Biodiesel production via non-catalytic SCF method and biodiesel fuel characteristics. **Energy Conversion and Management**, v. 47, p. 2271-2282, 2006.

de GODOY, P. O.; OLISKOVICZ, K.; BERNARDINO, C. M.; CHAVES, W. R.; PIVA, C. D.; RIGO, A. S. N. Consciência limpa: reciclando o óleo de cozinha. **Anuário da produção científica discente**, v. 13, n. 17, p. 205-217, 2010.

de MORAIS, V. S.; de CASTRO, E. V. R.; CARNEIRO, M. T. W. D.; BRANDÃO, G. P.; JÚNIOR, R. F.; de SENA, D. R. Cor ASTM: um método simples e rápido para determinar a qualidade do biodiesel produzido a partir de óleos residuais de fritura. **Química Nova**, v. 36, n. 4, p. 587-592, 2013.

FREIRE, P. C. M.; FILHO, J. M.; FERREIRA, T. A. P. de CASTRO. Principais alterações físico-químicas em óleos e gorduras submetidas ao processo de fritura por imersão: regulamentação e efeitos na saúde. **Revista de Nutrição**, v. 26, n. 3, p. 353-368, 2013.

FERNANDO, S.; KARRA, P.; HERNANDEZ, R.; JHA, S. K. Effecty of incompletely converted soybean oil on biodiesel quality. **Energy**, v. 32, p. 844-851, 2007.

GÓMEZ, M. F. D.; LOZANO, O. E. L.; REGUEIFERIO, M. G.; MANCHEÑO, R. G.; BARRAGÁN, M. S. A. and FORCE, E. M. Estudio comparativo de La ozonización de aceites de girasol modificados genéticamente y sin modificar. **Química Nova**, v. 32, n. 9 p. 2467-2472, 2009.

HAGE, D. S.; CARR, J. D. **Química Analítica e Análise Quantitativa**. 1. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2012.

ISO - International Organization for Standardization. **ISO 5509**. Animal and vegetable fats and oils – Preparation of methyl esters of fatty acids, 1978.

JEFFERY, G. H.; BASSET, J.; MENDHAM, J.; DENNEY, R. C. **Vogel: Análise Química Quantitativa**. Rio de Janeiro: Editora LTC, 1992.

JITPUTTI, J.; KITIYANAN, B.; RANGSUNVIGIT, P.; BUNYAKIAT, K.; ATTANATHO, L.; JENVANITPANJAKUL, P. Transesterification of crude palm kernel oil and crude coconut oil by different solid catalysts. **Chemical Engineering Journal**, v. 116, n. 1, p. 61-66, 2006.

KARAVALAKIS, G.; HILARI, D.; GIVALOU, L.; KARONIS, D.; STOURNAS, S. Storage stability and ageing effect of biodiesel blends treated with different antioxidants. **Energy**, v. 36, n. 1, p. 369-374, 2011.

KARMAKAR, R.; KUNDU, K.; RAJOR, A. Fuel properties and emission characteristics of biodiesel produced from unused algae grown in India. **Petroleum Science**, v. 15, p. 385-395, 2018.

KOUZU, M.; KASUNO, T.; TAJIKA, M.; SUGIMOTO, Y.; YAMANAKA, S.; HIDAKA, J. Calcium oxide as a solid base catalyst for transesterification of soybean oil and its application to biodiesel production, **Fuel**, v. 87, n. 12, p. 2798-2806, 2008.

LEE, H. V.; TAUFIQ-YAP, Y. H.; HUSSEIN, M. Z.; YUNUS, R. Transesterification of jatropha oil with methanol over Mg-Zn mixed metal oxide catalysts. **Energy**, v. 49, p. 12-18, 2013.

LIU, S.; McDONALD, T.; WANG, Y. Producing biodiesel from high free fatty acids waste cooking oil assisted by radio frequency heating. **Fuel**, v. 89, n. 10, p. 2735-2740, 2010.

LOBO, I. P.; FERREIRA, S. L. C.; da CRUZ, R. S. Biodiesel: parâmetros de qualidade e métodos analíticos. **Química Nova**, v. 32, n. 6, p. 1596-1608, 2009.  
MA, F.; HANNA, M. A. Biodiesel production: a review. **Bioresour. Technol.**, v. 70, n. 1, p. 1-15, 1999.

McCORMICK, R.L.; RATCLIFF, M.; MOENS, L.; LAWRENCE, L. Several factors affecting the stability of biodiesel in standard accelerated tests. **Fuel Processing Technology**, v. 88, n. 7, p. 651-657, 2007.

MONTEIRO, M. R.; AMBROZIM, A. R. P.; LIÃO, L. M.; FERREIRA, A. G. Critical review on analytical methods for biodiesel characterization. **Talanta**, v. 77, n. 2, p. 593-605, 2008.

MOECKE, E. H. S.; WERNER, S. M.; GELSLEICHTER, Y. A.; AVILA, A. F. A.; SILVEIRA, T. C. Produção de Biodiesel a partir do óleo de frituras usado e o empoderamento da comunidade. **Revista Gestão & Sustentabilidade Ambiental**, v. 1, n. 1, p. 33-40, 2012.

MURUGAN, S.; RAMASWAMY, M. C.; NAGARAJAN, G. A comparative study on the performance, emission and combustion studies of a DI diesel engine using distilled tyre pyrolysis oil-diesel blends. **Fuel**, v. 87, n. 10-11, p. 2111-2121, 2008.

OSAWA, C. C.; GONÇALVES, L. A. G.; MENDES, F. M. Avaliação dos Óleos e Gorduras de Fritura de Estabelecimentos Comerciais da Cidade de Campinas/SP. As Boas Práticas de Fritura Estão Sendo Atendidas? **Alim. Nutr – Araraquara**, v. 21, n. 1, p. 47-55, 2010.

RABONI, M.; VIOTTI, P.; CAPODAGLIO, A. P.; A comprehensive analysis of the current and future role of biofuels for transport in the European Union (EU). **Ambiente e Água**, v. 10, n. 1, p. 9-21, 2015.

SANLI, H.; CANACKI, M. Effects of Different Alcohol and Catalyst Usage on Biodiesel Production from Different Vegetable Oils. **Energy Fuels**, v. 22, n. 4, p. 2713-2719, 2008.

SCHUCHARDT, U.; SERCHELI, R.; VARGAS, R. M. Transesterification of vegetables oils: a review. **Journal of Brazilian Chemical Society**, v. 9, n. 3, p. 199-210, 1998.  
SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; WEST, D. M. **Fundamentos de química analítica**. São Paulo: Thomson Learning, 2009.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYLHE, C. B. **Química Orgânica**. 9. ed. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2009. V2.

SAHAR, S. S.; IQBAL, J.; ULLAH, I.; BHATTI, H. N.; NOUREN, S.; REHMAN, H.; NISAR, J.; IQBAL, M. Biodiesel production from waste cooking oil: An efficient technique

to convert waste into biodiesel. **Sustainable Cities and Society**, v. 41, p. 220-226, 2018.

TANAMATI, A. A. C.; GODOY, H. T.; COTTICA, S. M.; OLIVEIRA, C. C.; SOUZA, N. E.; VISENTAINER, J. V. Parâmetros físico-químicos e quantificação de ácidos graxos *cis-trans* no óleo de soja e mandioca palito submetido a fritura descontínua. **Acta Scientiarum: Technology**, v. 32, n. 4, p. 427-434, 2010.

TSOLAKIS, A.; MEGARITIS, A.; WYSZYNSKI, M. L.; THEINNOI, K. Engine performance and emissions of a diesel engine operating on diesel-RME (rapeseed methyl ester) blends with EGR (exhaust gas recirculation). **Energy**, v. 32, n. 11, p. 2072-2080, 2007.

VISENTAINER, J. V.; FRANCO, M. R. B. **Ácidos graxos em óleos e gorduras: Identificação e quantificação**. São Paulo: Varela, 2006.

**Recebido:** 11 dez. 2016.

**Aprovado:** 16 mar. 2020.

**DOI:** 10.3895/rebrapa.v10n1.5182

**Como citar:**

CANESIN, E. A., P. et al. Caracterização de biodiesel metílico obtido em transesterificação por catálise ácida a partir de óleos residuais de soja. **Brazilian Journal of Food Research**, Campo Mourão, v. 10, n. 1, p. 77-92, jan./mar. 2019. Disponível em: <https://periodicos.utfpr.edu.br/rebrapa>

**Correspondência:**

Edmilson Antonio Canesin

Coordenação de Licenciatura em Química (COLIQ), Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Rua Marçílio Dias, 635, Jd. Paraíso, CEP 86812-460, Apucarana, Paraná, Brasil.

**Direito autorial:** Este artigo está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.

