



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
INSTITUTO DE QUÍMICA
BACHARELADO EM QUÍMICA DO PETRÓLEO**

HÉLIO CUNEGUNDES DOS SANTOS JÚNIOR

**CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DOS BIOCOMBUSTÍVEIS E
ÓLEOS VEGETAIS DERIVADOS DO CÁRTAMO, ÓLEO DE FRITURA
E MAMONA**

**NATAL/RN
2022**

HÉLIO CUNEGUNDES DOS SANTOS JÚNIOR

**CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DOS BIOCOMBUSTÍVEIS E
ÓLEOS VEGETAIS DERIVADOS DO CÁRTAMO, ÓLEO DE FRITURA E
MAMONA**

Trabalho de conclusão de curso da
Universidade Federal do Rio Grande
do Norte, como requisito parcial à
obtenção do título de Bacharel em
Química do Petróleo.

Orientadora: Prof^a. Dra. Amanda
Duarte Gondim

Co-orientadora: Prof^a Dra. Aruzza
Mabel de Moraes Araújo

**NATAL/RN
2022**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN

Sistema de Bibliotecas - SISBI

Catálogo de Publicação na Fonte. UFRN - Biblioteca Setorial Prof. Francisco Gurgel de Azevedo - Instituto Química - IQ

Santos Junior, Helio Cunegundes dos.

Características físico-químicas dos biocombustíveis e óleos vegetais derivados do cártamo, óleo de fritura e mamona / Helio Cunegundes Dos Santos Junior. - Natal: UFRN, 2022.

53 f.: il.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Ciências Exatas e da Terra - CCET, Instituto de Química. Curso de Química do Petróleo Bacharelado.

Orientadora: Profa. Dr.^a Amanda Duarte Gondim.

Coorientadora: Profa. Dr.^a Aruzza Mabel de Moraes Araújo.

1. Pirólise - Trabalho de Conclusão de Curso. 2. Biocombustíveis - Trabalho de Conclusão de Curso. 3. Óleo vegetal - Trabalho de Conclusão de Curso. 4. Qualidade - Trabalho de Conclusão de Curso. I. Gondim, Amanda Duarte. II. Araújo, Aruzza Mabel de Moraes. III. Título.

RN/UF/BSIQ

CDU 54

HÉLIO CUNEGUNDES DOS SANTOS JÚNIOR

**CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DOS BIOCOMBUSTÍVEIS E ÓLEOS
VEGETAIS DERIVADOS DO CÁRTAMO, ÓLEO DE FRITURA E MAMONA**

Trabalho de conclusão de curso da
Universidade Federal do Rio Grande
do Norte, como requisito parcial à
obtenção do título de Bacharel em
Química do Petróleo.

Aprovado em: 29 de Junho de 2022

BANCA EXAMINADORA:

Prof^a Dr^a. Amanda Duarte Gondim
(Orientadora)

Prof^a Dr^a. Aruzza Mabel de Moraes Araújo
(Co-orientadora)

Dr^a. Larissa Sobral Hilário
(Membro externo ao programa - UFRN)

**NATAL/RN
2022**

DEDICATÓRIA

Ao meu bom Deus.

*Especialmente a minha querida mãe
Neide Miriam, que tanto amo.*

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, quero agradecer a Deus, pois sem a Sua graça provavelmente não conseguiria concluir este desafio. Por ter me sustentado no auge das minhas dificuldades e por toda saúde que me concedeu para galgar esta etapa tão importante da minha vida.

À minha mãe, Sr^a Neide Miriam, que me deu mais que a vida, me deu amor, por ser meu sustento em todas as adversidades, sendo um exemplo de ser humano, referência de personalidade e garra para mim. Obrigado mãe, sem o seu apoio, nada nesta vida eu teria construído.

À minha irmã, Hellen Ravany (*in memoriam*) pelo carinho dividido e pelo afago durante as dificuldades que foram tantas. Como também ao meu Pai, Sr. Hélio Cunegundes dos Santos (*in memoriam*) por ser a voz que ecoou em minha cabeça juntamente com os acordes do seu violão. Que tanto se orgulhou de mim desde à minha aprovação, se tornando a minha maior inspiração para seguir nesta área petroquímica. Registro aqui em sinal de agradecimento por tudo que proveu para à nossa família durante a sua existência.

Aos meus sobrinhos que tanto amo, Marina Hevelyn, Mateus Gael e Cauã Vinicius (*in memoriam*) pelos sorrisos e abraços carinhosos que me confortaram durante o curso.

À minha namorada MSc. Hedja Lanna, pela compreensão, amor, apoio e motivação durante a reta final do curso, sem dúvidas um dos mais importantes esteios.

Sou grato a esta instituição por me dar a estrutura que eu requeria para crescer academicamente e pessoalmente. Agradeço as minhas parceiras de trabalho: Prof^ª. Dr^a Amanda Gondim, Prof^ª. Dr^a. Aruzza Mabel e Dr^a. Larissa Hilário, que fizeram realmente a ciência acontecer. Ao Diretor do Instituto de Química da UFRN, Prof. Dr. Eledir Vitor Sobrinho pelo incentivo, como também ao Prof. Dr. Francisco José. Agradeço ao NUPPRAR por disponibilizar a sua infraestrutura, a família LABPROBIO, ao PRH-ANP 37.1 pela oportunidade de participar deste programa fundamental para a conclusão do curso.

Aos meus colegas da universidade, à minha eterna gratidão, vocês serão eternos no meu coração: Sérgio Antônio, Yuri Carlos, Gabriel Joaquim, Matheus Borja, Alessa Bispo, Maria Vitoria, MSc. Adlany Dias, MSc. Mayara Lopes, Dr. João Paulo, Jessica Nicole, Pedro Henrique, Dra. Edjane Buriti, MSc. Gabriella Queiroz, Dr. Breno Bezerra e Dona Francisca.

E a tantas outras pessoas que me ajudaram de forma direta ou indireta para a conclusão deste curso, o meu muito obrigado!

“Louvado Seja o Santíssimo Sacramento”.
São Mateus Moreira, (1645)

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	16
2.	OBJETIVO GERAL	18
2.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	18
3.	ASPECTOS TEÓRICOS	19
3.1	FUNDAMENTAÇÃO LEGAL DA ANP	19
3.2	PADRÕES DE QUALIDADE DOS COMBUSTÍVEIS	19
3.3	BIOMASSA	23
3.4	CÁRTAMO	25
3.5	MAMONA	27
3.6	ÓLEO DE FRITURA	28
3.7	BIO-ÓLEO	29
3.8	BIODIESEL	30
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1	OBTENÇÃO DO ÓLEO DE CÁRTAMO	31
4.2	OBTENÇÃO DO BIODIESEL DE CÁRTAMO	31
4.3	OBTENÇÃO DO ÓLEO DE MAMONA	31
4.4	OBTENÇÃO DO BIO-ÓLEO DE MAMONA	31
4.5	OBTENÇÃO DO ÓLEO DE FRITURA	32
4.6	OBTENÇÃO DO BIO-ÓLEO DE FRITURA	32
4.7	TEOR DE UMIDADE	32
4.8	VISCOSIDADE	33
4.8.1	VISCOSIDADE CINEMATICA	33
4.9	DENSIDADE	34
4.10	ÍNDICE DE ACIDEZ	34
4.11	ANÁLISE DE METAIS E FÓSFORO POR ICP-OES	35
4.12	ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO	37
4.13	ÍNDICE DE PERÓXIDO	38
4.14	TEOR DE CINZAS	39
4.15	ÁCIDOS GRAXOS LIVRES (AGL%)	40
5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	41

5.1	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS ÓLEOS VEGETAIS	41
5.2	PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS BIOCOMBUSTÍVEIS	44
5.2.1	ANÁLISE DOS BIOCOMBUSTÍVEIS POR ICP-OES	47
6.	CONCLUSÃO	49
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Tipos de Energia de biomassa	24
Figura 2	Cultivo do cártamo em campo	26
Figura 3	Óleo de mamona	27
Figura 4	Óleo de fritura	29
Figura 5	Amostra de bio-óleo de mamona	29
Figura 6	Linha do tempo com marcos da introdução e ampliação do uso do biodiesel no Brasil	30
Figura 7	Metrohm Karl Fischer 841 Titrator KF-001	33
Figura 8	Viscosímetro de Strabinger SVM 3000 – Anton Paar	33
Figura 9	ICP-OES - a) Em funcionamento. b) Mecânica	35
Figura 10	a) Mufla com amostras. b) Cadinhos com massa residual	39
Figura 11	Análise do teor de umidade: Óleo de cártamo	42
Figura 12	Análise do teor de umidade: Óleo de mamona	43
Figura 13	Análise do teor de umidade: Óleo de fritura	43
Figura 14	Análise do teor de umidade do biodiesel de cártamo	46
Figura 15	Análise do teor de umidade do bio-óleo de mamona	46
Figura 16	Análise do teor de umidade do bio-óleo de fritura	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Padrões de qualidade dos biocombustíveis/biodiesel. (ANP)	20
Tabela 2	Detalhamento da oferta de energia elétrica Brasil x Mundo	25
Tabela 3	Características físico-químicas do óleo de mamona	27
Tabela 4	Análises físico-químicas dos óleos vegetais	41
Tabela 5	Análises físico-químicas dos bio-óleos	44
Tabela 6	Análises físico-químicas do biodiesel de cártamo	45
Tabela 7	Resultados da análise por ICP-OES	48

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABIPEL	(Associação Brasileira das Indústrias de Pellets)
ANEEL	(Agência Nacional de Energia Elétrica)
ANP	(Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis)
ANVISA	(Agência Nacional da Vigilância Sanitária)
AGL	(Ácidos Graxos Livres)
ASTM	(American Society for Testing and Materials)
CNPE	(Conselho Nacional de Políticas Energéticas)
dy.s/cm ²	(Dina segundo por centímetro quadrado)
EPE	(Empresa de Pesquisa Energética)
g/cm.s	(Grama por centímetro segundo)
IEA	(International Energy Agency)
Kgf.s/m ²	(Quilograma-força segundo por metro quadrado)
LABPROBIO	(Laboratório de Análises Ambientais Processamento Primário e Biocombustíveis)
LIMVE	(Laboratório de Investigação de Matrizes Vegetais Energéticas)
MME	(Ministério de Minas e Energia)
mPas.s	(Milipascal segundo)
N.s/m ²	(Newton segundo por metro quadrado)
P	(Poise)
Pa.s	(Pascal segundo)
Tot.	(Total)
Val.	(Valores)

RESUMO

SANTOS, Hélio Cunegundes Júnior. Características físico-químicas dos biocombustíveis e óleos vegetais derivados do cártamo, óleo de fritura e mamona. 2022. 53f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química do Petróleo), Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Brasil, Natal, 2022

O uso dos biocombustíveis tem se tornado uma questão importante no cotidiano da população. A larga produção do etanol e do biodiesel cresce ano após ano e está se transformando em uma atividade agrícola bastante benéfica para a humanidade e principalmente para os governos que estão incentivando o cultivo de diversos tipos de biomassa. O bio-óleo, está em ascensão, pois através da pirólise rápida é possível obter uma alta quantidade de combustível líquido. Essas são notáveis alternativas para o esgotamento de combustíveis fósseis. Esta pesquisa focou em avaliar a qualidade de três tipos de óleos vegetais: óleo de cártamo, mamona e óleo de fritura para utilização na produção de biodiesel e bio-óleo, confrontando com os principais parâmetros exigidos pela (Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis) - ANP e da (Agência Nacional de Vigilância Sanitária) - ANVISA. As amostras foram analisadas em termos de índices de acidez, ácidos graxos livres, índice de peróxido, índice de saponificação, densidade a 20 °C, análise por ICP-OES, teor de cinzas, umidade (Karl Fisher) e viscosidade cinemática. Ao longo do trabalho, foi possível entender que as matérias primas são promissoras. Análises como índice de acidez, ácidos graxos livres (AGL) e umidade, não apresentaram bons resultados para o produto (biocombustíveis). Demais análises como teor de cinzas, índice de saponificação, detecção de metais, fósforo e entre outras técnicas, apontaram no limítrofe ou atenderam os padrões exigidos pela ANP e ANVISA.

Palavras-chaves: pirólise; biocombustíveis; óleo vegetal; qualidade.

ABSTRACT

SANTOS, Hélio Cunegundes Júnior. Physicochemical characteristics of biofuels and vegetable oils derived from safflower, frying oil and castor oil. 2022. 53s. Undergraduated thesis, Bachelor in Petroleum Chemistry, Institute of Chemistry, Federal University of Rio Grande do Norte, Brazil. Natal, 2022

Biofuels have become an important topic in the daily lives of the world's population. The production of ethanol and biodiesel is growing more and more and is becoming a very profitable agricultural activity for humanity and especially for governments that are encouraging the cultivation of different types of biomass. Bio-oil is on the rise, as through rapid pyrolysis it results in high production of liquid fuel. These are remarkable alternatives to the depletion of fossil fuels. This research focused on evaluating three types of vegetable oils: safflower oil, castor bean and frying oil for use in the production of biodiesel and bio-oil, confronting the main parameters required by the National Agency of Petroleum, Natural Gas and Biofuels – ANP and from the National Health Surveillance Agency – ANVISA. The samples were analyzed in terms of acidity, free fatty acids, peroxide value, saponification value, density at 20 °C with correction factor, analysis by ICP-OES, ash content, moisture (Karl Fisher) and kinematic viscosity. Throughout the research, it was possible to understand that the raw materials are promising. Analyzes such as acidity index, free fatty acids (FFA) and moisture did not show good results for the final product (biofuels). Other analyzes such as ash content, saponification index, detection of metals and phosphorus, among other techniques, pointed to the borderline or met the standards required by ANP and ANVISA.

Keywords: Pyrolysis; biofuels; vegetable oil; quality.

1. INTRODUÇÃO

A necessidade premente de aumentar a produção de energia para atender diversos campos da sociedade tem majorado o desenvolvimento de fontes renováveis de energia, visando diminuir o enorme impacto ambiental causado pelo combustível fóssil. Nesse sentido, os biocombustíveis representam uma importante fonte alternativa para substituir parcialmente os combustíveis fósseis. O Brasil possui enorme potencial para a geração de energia renovável e com o fomento à produção e uso de biocombustíveis, várias opções de biomassa têm sido exploradas para fornecer matéria-prima para o setor (ANP, 2022).

Nesse sentido, o uso desses bioprodutos é uma das primordiais opções para a matriz energética mundial. Segundo a (Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis) – ANP, biocombustível é obtido de misturas de várias correlações, de diesel fóssil, gorduras animais ou ésteres alquílicos de óleos vegetais. Em uma linguagem técnica, o biocombustível, como o biodiesel, é uma mixagem de ésteres alquílicos produzidos pela transesterificação de triacilgliceróis, que são encontrados em óleos vegetais ou gorduras animais com álcoois de cadeia curta, que provavelmente pode ser metanol ou etanol (ANP, 2021). Atualmente os óleos vegetais estão predominando como fontes de matéria prima para a produção de biodiesel e bio-óleo. Nesse sentido, se mostra essencial conduzir análises relacionadas aos impactos na comunidade ocasionadas pelos novos tipos de bioprodutos obtidos pela rota verde de energia (EPE, 2014).

Para que um combustível seja certificado, é imperativo que sua qualidade seja garantida para fornecer propriedades físicas e químicas afáveis em toda a sua composição, buscando atender as especificações das agências reguladoras. Tendo em vista que o seu consumo vai influir diretamente nos aspectos relevantes para a comunidade, seja o distribuidor, o feirante, o responsável pela bomba, o consumidor final e até a própria comunidade (RINALDI, 2007). É essencial o controle da aptidão deste combustível, como o detalhamento entre o óleo puro de suas misturas ou com biodiesel ou com seus adulterantes e até mesmo aditivos. Dentre os principais pontos a serem investigados para a sua certificação podemos elencar: uma possível corrosão no tanque de armazenamento, toxicidade e a segurança durante o transporte ou uso; deterioração das peças do motor, dinamismo do motor e consumo por quilômetro e emissões de poluentes no meio ambiente (MEIRA, 2011).

Por isso, o controle de qualidade deve seguir rígidas especificações, normas e preconizações de verificação bem estabelecidas, que levam em consideração as características

ligadas à condição do poder da matéria-prima, as formas de desenvolvimento, o produto e suas condições de conservação.

A regulamentação da comercialização nacional de biocombustíveis para veículos automotores e os requisitos de qualidade do produto são estabelecidos pela resolução ANP nº 842/21, que está relacionada às resoluções 855/2021 e 857/2021, que regulamentam a prática atividades de produção de biocombustíveis e autorização para operar unidades de produção de biocombustíveis no Brasil (CHRISTOFF, 2006). Os biocombustíveis, além de serem resultantes de fontes renováveis, têm o diferencial de reduzir a emissão de gases poluentes e de serem menos tóxicos ao solo. No entanto, o custo de produção atual é maior (EPE, 2014).

Considerando que as condições especiais de clima e solo do Brasil reproduzem a verdadeira maternidade de associações florísticas, destacando-se entre as muitas espécies de plantas de grande valor, principalmente no semiárido brasileiro, onde há grande diversidade de oleaginosas (ESCOBAR et al. 2021), é plausível garantir um investimento renovável, já que o nosso país se mostra uma escola para novas federações tomarem como exemplo.

Os dados mais recentes mostram que a matéria-prima para a produção de óleo no Brasil é altamente focada na soja. Aproximadamente 90 % das 6 milhões de toneladas de óleo vegetal construídas hoje são provenientes dessa oleaginosa (ABIB BBEER, 2018). Outras oleaginosas mais comuns são: coco, mamona, girassol, caroço de algodão, canola, e amendoim, que contêm a mesma quantidade de óleo que o dendê (CARGININ, 2007).

Os produtos processados agrícolas na forma de pellets e briquetes são considerados fontes primárias para a produção descentralizada de biocombustíveis sólidos. Segundo a (Associação Brasileira da Indústria de pallets) - ABIPEL, a produção anual de pallets em 2012 foi de aproximadamente 60.000 toneladas, com capacidade instalada de aproximadamente 290.000 toneladas (ABIPEL, 2020), mostrando-se um verdadeiro leito para investimentos.

Deste modo, o nosso país tem potencial para transformar seus óbices através de um meio sustentável. É necessário fomentar o investimento em novas tecnologias, para mitigar os impactos ambientais, como também prolongar a vida útil dos motores terrestres.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O propósito deste estudo é avaliar as características físicas e químicas das oleaginosas processadas e de novos bioprodutos. Realizou-se as seguintes apreciações experimentais: índices de acidez, ácidos graxos livres, peróxido, saponificação, análise por ICP-OES, teor de cinzas, ponto de fusão, umidade (karl fisher), viscosidade cinemática e densidade a 20 °C.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- I. Caracterizar os óleos: de cártamo, de fritura e óleo de mamona.
- II. Caracterizar o biodiesel de cártamo.
- III. Caracterizar os bio-óleos: de fritura e mamona.
- IV. Apreciar os parâmetros dos óleos vegetais e biocombustíveis comparando com as normas da ANP resoluções nº: 842/21; 45/2014 e ANVISA - nº 270.

3. ASPECTOS TEÓRICOS

3.1 FUNDAMENTAÇÃO LEGAL DA ANP

De acordo com a lei de número 9.478, de 6 de agosto de 1997, que constituiu o órgão, especificamente no artigo 8º, § I, define que a ANP possui as seguintes atribuições: implementar a política pública nacional de gasolina e gás natural, com foco na defesa dos anseios do usuário em termos de valor, qualidade e desempenho da mercadoria. No inciso dezoito do mesmo artigo traz: especificar as características dos derivados de nafta, do gás natural e seus provenientes, como também dos biocombustíveis.

Em nosso país, a lei nº 11.097/05 preconiza a soma de 2 % de biodiesel a famosa mistura B2. Essa lei que foi instituída em janeiro de 2008, é uma grande conquista na área de energia renovável no país. A lei nº 12.490, de 16 de setembro de 2011, avultou e revisou os parâmetros da lei nº 9.478/1997, se tornando uma extensão da capacidade da ANP a todos os investidores e pesquisadores de biocombustíveis. A lei define todos os desenvolvimentos econômicos relacionados desde a produção a distribuição, avaliando a concordância e certificando a qualidade dos biocombustíveis. A ANP é, portanto o órgão governamental responsável por avaliar e certificar os biocombustíveis.

Também é importante citar a jurisprudência nº 13.263, criada em março de 2016, a qual determina em seu artigo 1º, as alíquotas obrigatórias de acréscimo entre de 8,0 a 10 %, o teor de biodiesel ao óleo diesel comercializado ao consumidor final, em qualquer ponto da nossa federação de 2016 a 2019 .Também estabeleceu, em seu artigo 1/B, segundo o qual, após a execução de ensaios e experimentos nas máquinas que validam a utilização da mistura, seria autorizada a adição de até 15 % em volume de biodiesel ao diesel comercializado ao consumidor final. Por fim, a norma CNPE nº 16/2018 estabeleceu acréscimos à cada ano de 1 % na quantidade de biodiesel no diesel. Essa resolução também originou a definição que coloca à ANP, na esfera de suas competências, enfatizando a defesa dos direitos do usuário.

3.2 PADRÕES DE QUALIDADE DOS COMBUSTÍVEIS

Em uma indústria extremamente necessária para o desenvolvimento da civilização, é importante garantir a qualidade dos biocombustíveis. É essencial definir critérios de feito, visando estabelecer limites de poluição que não afetem negativamente a característica das

emissões de combustão, bem como a execução, a integridade dos motores e a firmeza durante a distribuição e operação (LÔBO, 2009). Como também, carecem ser monitorados para evitar qualquer deterioração do produto durante o processo de armazenamento.

Segundo (BRUGGINK et. Al, 2017), as propriedades do bioproduto pode variar dependendo das estruturas moleculares dos componentes do éster em razão do comportamento de contaminantes provenientes da matéria-prima, de produção ou formados durante o armazenamento como a quantidade e posição da insaturação ou mesmo devido a presença de grupamentos na cadeia como a hidroxila ligada à cadeia carbônica do éster alquílico derivado do ácido ricinoleico da mamona. Poluentes da biomassa, tais como o enxofre, cálcio, fosforo e magnésio, ainda podem estar presentes nos biocombustíveis, principalmente no biodiesel, e devem obedecer a limites definidos, conforme a Tabela 1.

Tabela 1 – Padrões de qualidade dos biocombustíveis/biodiesel. (ANP).

CARACTERÍSTICA	LIMITE	FUNÇÃO/IMPORTÂNCIA DO PARÂMETRO	PERTURBADORES DO PARÂMETRO
Densidade a 20 °C	850 a 900 kg/m ³	Pertuba diretamente o rendimento do motor pois pode atrapalhar a relação ar / combustível ideal injetada na câmara de combustão. É fundamental que a característica não receba grandes variações para não comprometer a massa ideal de combustível a ser injetado na câmara de combustão.	Divisão dos comprimentos das cadeias moleculares do biocombustível que difere dependendo da matéria-prima. Questões como a de armazenamento e manuseio. (contaminação cruzada, calor); presença de produtos de degradação podem interferir.
Viscosidade Cinemática a 40 °C	3,0 a 6,0 mm ² /s	Este parâmetro tem a maior influência no processo de combustão na câmara de combustão. A viscosidade desacerbada pode levar ao desgaste da bomba injetora e causar uma redução na eficiência da pulverização dos bicos injetores e acúmulo de resíduos. Viscosidades extremamente baixas, por sua vez, podem causar vazamentos no sistema de combustível.	Tamanho da cadeia carbônica e presença de insaturações em sua estrutura); saponificação, glicéridos não reagidos (mono-di- e triglicéridos), condições de armazenamento e manuseamento. (Contaminação com outros produtos).
Teor de água, máx.	250 mg/kg produtor 350 mg/kg distribuidor	Dependendo do teor de água no bioproduto, é possível causar reações de hidrólise do biodiesel e crescimento microbiano, resultando em estabilidade oxidativa prejudicada com aumento de produtos de degradação, acidez e majoração da tendência de precipitação de glicerina. Esses fatores indesejáveis podem levar a problemas no motor como perda de potencia. problemas de partida, corrosão, entupimento do sistema de energia e outras partes do veículo.	Processo de produção (Quanto mais amplo e detalhista for o processo de secagem menos água obteremos no produto final); E o mais importante, as condições de armazenamento e manuseio, pois o produto é altamente higroscópico.

CARACTERÍSTICA	LIMITE	FUNÇÃO/IMPORTÂNCIA DO PARÂMETRO	PERTURBADORES DO PARÂMETRO
Ponto de fulgor, mín.	100 °C	Está ligado sobretudo ao transporte e manuseio seguro do combustível, pois, tecnicamente, o ponto de fulgor é a menor temperatura retificada pela pressão de 101,3 kPa (760 mmHg) na qual um combustível solta vapor em quantia suficiente para provocar partida por um calor. Para motores, baixo ponto de fulgor pode afetar adversamente bombas de combustível, vedações e até mesmo causar combustão desigual.	Processo mal feito (quando existe a presença de álcool residual na biocombustível); e estocagem inapropriada e manuseio (contaminação com produtos mais leves).
Teor de éster, mín.	96,5 % massa	Está ligado à eficiência do preparo do biocombustível. Portanto, uma baixa conversão ao produto pode levar a uma alta concentração de produtos indesejados no bioproduto, tais como ácidos graxos livres, resíduos de álcool, glicerina e água, que por sua vez reduzem a eficiência da combustão nos motores a diesel.	Procedimento de produção (contém álcool residual); condições de armazenamento e manuseio (Poluição por produtos leves).
Cinzas, máx.	0,020 % massa	As cinzas são compostas de sais inorgânicos, como óxidos metálicos de sódio ou potássio, elas podem criar gomas no motor, servindo como depósitos e ainda causar danos por desgaste.	Processo de fabricação (presença de catalisador residual não tratado durante a execução de limpeza); condições de armazenamento e manuseio (poluição cruzada; com outros produtos inorgânicos). No caso do solo, pode desenvolver oleaginosas com alto teor de ferro.
Enxofre total, máx.	10 mg/kg	O enxofre é uma composição que pode contaminar o meio ambiente e o motor o qual o biocombustível é utilizado. Emissões: A maior parte do enxofre é convertida em dióxido de enxofre, uma substância que polui gravemente o meio ambiente, em motores para formar chuva ácida em sua forma de óxido e em sua forma combinada. Também contribui para a formação de partículas finas, pois o enxofre é um importante iniciador da formação de partículas finas. Motor: Enxofre causa corrosão e desgaste de peças mecânicas. Ademais, pode afetar as tecnologias de pós-tratamento do escapamento, essenciais para atender aos padrões cada vez mais restritivos de emissão de gases do motor. (WIJAYANTI <i>et al.</i> , 2017; HAMMERSOI <i>et al.</i> , 2018).	Matéria-prima e contaminação por outros produtos adicionados a amostra outros produtos.
Sódio + Potássio, máx.	5 mg/kg	Ajuda na formação de sabão insolúvel que leva à formação de depósitos na máquina Além disso, podem causar intoxicação e perda do potencial dos catalisadores aplicados no sistema de pós-tratamento dos gases de escape.	Podemos citar: presença de catalisador residual em processo de purificação mal sucedido, podendo envolver formação de sabões.
Cálcio + Magnésio, máx.	5 mg/kg	Também ajuda na formação de sabão insolúvel que leva à formação de depósitos na máquina Além disso, podem causar intoxicação e perda do potencial dos catalisadores aplicados no sistema de pós-tratamento dos gases de escape.	Processo de produção (materiais adsorventes usados no processo de purificação, como magnésio ou silicato de cálcio, óxido de cálcio e sulfato de magnésio; ou uso de água dura no processo de lavagem e purificação). Mais uma vez, está presente nas matérias-primas.

CARACTERÍSTICA	LIMITE	FUNÇÃO/IMPORTÂNCIA DO PARÂMETRO	PERTUBADORES DO PARÂMETRO
Fósforo, máx.	10 mg/kg	Contribui para o aumento do teor de cinzas e a formação de depósitos no sistema de injeção de combustível, o que viola a estequiometria da combustão. O monitoramento de fósforo em óleos vegetais e biocombustíveis é importante, já que parte deste se encontra na forma de fosfolípido, que quando não removido, aumenta a formação de gomas causando grandes prejuízos ao consumidor.	Utilização de matérias-primas de origem animal e vegetal. Tais como oleaginosas.
Corrosividade ao cobre, 3h a 50 °C, máx.	1	Seu teor elevado pode em avariar peças metálicas do motor e tanques. Esse dano potencial às peças de metal está principalmente associado à existência de ácidos ou compostos de enxofre.	Matéria-prima obtida de origem vegetal. Os índices podem estourar por contaminação cruzada.
Número de Cetano	Anotar	Está ligado a característica de auto-ignição do combustível do ciclo diesel. Um número de cetano mais alto sinaliza um tempo menor entre a injeção de combustível na câmara de combustão e o início da combustão. Atraso na autoignição, ou seja, quanto maior o tempo entre a injeção e a combustão, mais o combustível queima de forma não estequiométrica, com consequente majoração da taxa de aquecimento do motor ruído, desgaste mecânico das partes móveis, maiores emissões de material particulado e gases poluentes e, em geral, uma menor rendimento dos motores.	A composição química da matéria-prima do biocombustível pode ser crucial para a natureza do processo de produção.
Ponto de entupimento de filtroa frio, máx.	<i>Os valores vão deno máx. 5 °C nos meses de inverno na região Sul a 14 °C no verão das demais regiões</i>	O parâmetro aponta as características do biocombustível à baixas temperaturas. Biocombustível com ponto de vela alta pode solidificar e entupir o filtro de combustível em dias frios (abaixo do ponto de vela frio), fazendo com que o motor morra pela ausência de combustível na câmara de combustão.	Estrutura molecular do biocombustível que depende do material de partida (em particular, o comprimento da cadeia de carbono e a presença de insaturação). Estrutura molecular do biodiesel que depende do material de partida (em particular, o tamanho da cadeia de carbono e a presença de insaturação).
Índice de acidez, máx.	0,50 KOH/g	Acidez elevada no biocombustível aponta que o combustível já dispõe certo grau de degradação, pois os ácidos são agentes da oxidação. Os ácidos acumulados, além de serem um indicativo de desgaste do produto podem desencadear problemas na máquina por meio da corrosão das peças.	O teor de água que ocasiona a hidrólise do combustível. (A maior parte da água vem do mal condicionamento e do manuseio. devido à alta higroscopicidade do produto e ao desenvolvimento de processos de oxidação.
Glicerol livre, máx.	0,02 % massa	Glicerol livre ou glicerol livre está associado ao aumento da liberação de aldeído. Também representa um problema no armazenamento de biodiesel. Também atrai outros componentes polares como a água, monoacilglicerídeos e sabão, ocasionando entupimento de filtros e bicos.	Erro no processo de produção. A purificação mal feita elevará o índice.
Glicerol total, máx.	0,25 % massa	O glicerol total é a totalidade do glicerol livre e glicerol ligado (mono-di- e triacilglicerídeos) usando um fator de conversão de massa. Isso se deve à formação de gomas nos bicos, pistões e válvulas da máquina E também pode desenvolver o entupimento do filtro de combustível.	Ineficiência do processo de produção.

CARACTERÍSTICA	LIMITE	FUNÇÃO/IMPORTÂNCIA DO PARÂMETRO	PERTURBADORES DO PARÂMETRO
Monoacilglicerol, máx.	0,7 % <i>massa</i>	É um dos poluentes formadores de sedimentos mais populares porque, em pequenas frações, pode ser o necessário para formar sedimentos e entupir filtros (PARYANTO, 2019). Além disso, glicerídeos não consumidos na reação podem aumentar a viscosidade do combustível. e eficiência diminuída. Geralmente está presente no biodiesel.	Para descartar alto teor é importante atenção no processo de conversão de triglicerídeos, correspondente à última e mais lenta etapa da geração do biodiesel.
Diacilglicerol e triacilglicerol, máx.	0,20 % <i>massa</i>	Facilita o acúmulo de contaminantes. Isso pode entupir o filtro de combustível e empregar nos componentes da máquina. Dependendo da massa volumétrica pode estar presente no biocombustível. Os glicerídeos não consumidos podem ampliar a viscosidade do combustível e colocar em xeque a eficiência de combustão.	Processo de produção (eficiência do processo de conversão de triglicerídeos)
Metanol e/ou Etanol, máx.	0,20 % <i>massa</i>	Metanol e etanol são álcoois usados na produção de biodiesel, que, se misturados, podem reduzir significativamente o ponto de combustão do biodiesel. Ademais, é importante destacar que o metanol é uma substância extremamente tóxica.	Processos de fabricação e contaminação cruzada de outros produtos.
Estabilidade à oxidação a 110 °C, mín.	12 h	Sinaliza uma etapa de oxidação no biodiesel que compreende a se desenvolver com o tempo e depende do grau de insaturação do biodiesel e da posição das ligações duplas na cadeia carbônica. Estas instalações geralmente promovem reações de oxidação do éster e, por sua vez, formam produtos insolúveis que resultam na formação de gomas e entupimento do sistema de injeção do veículo.	A composição molecular das produções biológicas depende da matéria-prima. Levando em consideração principalmente o grau de insaturação da cadeia carbônica. Como também a presença de aditivos antioxidantes e condições de armazenamento e processamento.

Fonte: Adaptado da Resolução ANP nº 45/2014.

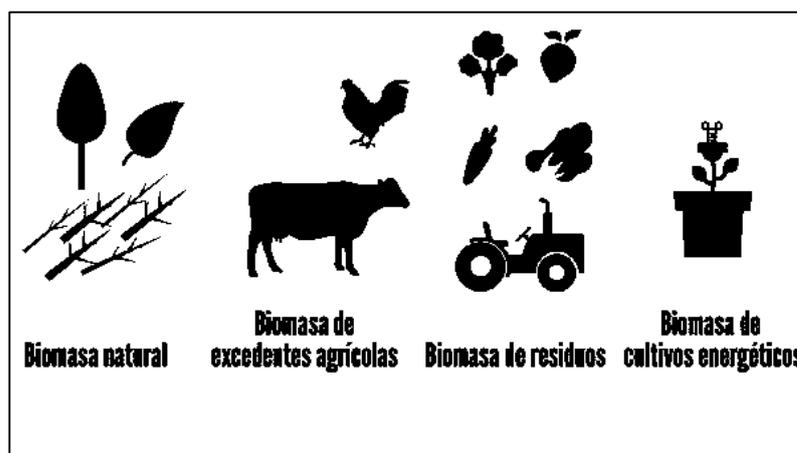
Dentre os padrões definidos nas determinações da ANP, estão os decorrentes da padronização do diesel mineral e os decorrentes da análise de óleos vegetais, frequentemente aplicados na indústria petroquímica. Parâmetros como viscosidade cinemática, ponto de fulgor e enxofre de cinzas, apesar de serem derivados da normalização do diesel mineral, fornecem resultados bastante informativos sobre a qualidade do biocombustível, que servirão de parâmetro para as análises a serem cumpridas.

3.3 BIOMASSA

Biomassa do inglês *biomass*, segundo o MME, é uma composição vegetal ou animal apta a gerar energia. No entanto, a biomassa contém vários tipos de matéria-prima (Figura 1)

que ao serem reaproveitadas recebem o selo 7 da Organização das Nações Unidas - ONU de Energia Acessível e Limpa, aos cidadãos, pois atende os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável - ODS. O Brasil atualmente tem um score de 72.67 de 100 % e ocupa o 53º lugar entre os 193 países avaliados pela ONU (ONU, 2022). A biomassa pode ser produzidos a partir de resíduos industriais e urbanos. Dando assim o destino mais adequado para os resíduos gerados em área urbana, evitando a poluição dos lençóis freáticos que constituem um dos principais óbices ambientais modernos da humanide.

Figura: 1 – Tipos de Energia de biomassa



Fonte: Autossustentável 2017.

A biomassa inclui toda a matéria vegetal. Os produtos da fotossíntese e seus produtos e subprodutos. Esses produtos incluem materiais de colheita e produtos agrícolas, que consistem principalmente de folhas e troncos de plantas que é comumente conhecido como palha. A biomassa produzida como resíduo agroindustrial consiste em biocombustíveis produzidos em plantas industriais que transformam alimentos ou agroenergia. Esses materiais contêm energia química acumulada pela transmutação de energia e podem ser liberados por combustão ou convertidos por diferentes processos (MME, 2007).

Os dados obtidos em 2013 revelam que a matriz energética mundial recebeu a contribuição das seguintes fontes de energia: petróleo – 31,1 %, carvão mineral – 28,9 %, gás natural – 21,4 %, nuclear – 4,8 %, biocombustíveis e resíduos 10,2 %, energia hidrelétrica – 2,4 %, e outras fontes 1,2 %, demonstrando, segundo a agência Internacional de Vitalidade – IEA (2015), que as principais fontes de energia no mundo continuam sendo os combustíveis fósseis. O nosso país ainda possui cerca de 60 % de sua matriz energética proveniente de

combustíveis fósseis conforme a Tabela 2, apesar de ser considerado referência mundial em fontes renováveis de energia (MME, 2015).

Tabela 2 – Detalhamento da oferta de energia elétrica Brasil x Mundo.

Fonte	Brasil		Mundo	
	1973	2018	1973	2018
Petróleo e derivados	7,2	1,5	24,6	3,4
Gás Natural	0,5	8,6	12,2	23,1
Carvão	1,7	2,2	38,3	37,1
Urânio	0	2,5	3,3	10,0
Hidro	89	66,6	21	16,1
Outras não-renováveis	0	1,9	0,1	0,2
Outras renováveis	1,2	16,7	0,6	10,1
Bioenergia sólida	1,2	8,5	0,5	2,1
Eólica	0	7,6	0	5,6
Solar	0	0,54	0	2,0
Geotérmica	0	0	0,1	0,3
Total (%)	100	100	100	100
Renováveis (%)	90,6	83,3	21,5	26,2
Total (TWh)	65	636	6.115	26.669

Fonte: Adaptado do MME (2019)

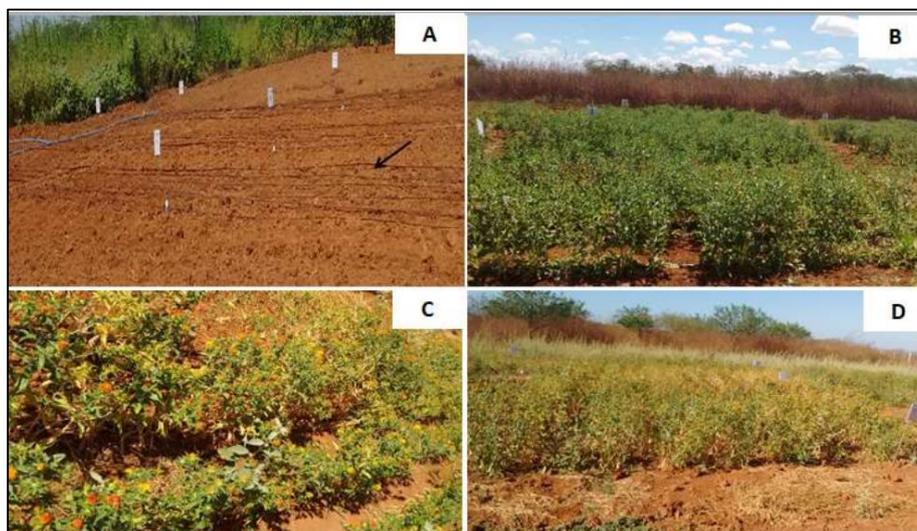
Nesse contexto, a apresentação em ampla escala da biomassa na ementa energética pode outorgar para o alargamento sustentável econômico, social e ambiental. Nos últimos anos, o uso de biomassa aumentou consideravelmente, como mostra a tabela a seguir, sendo que a participação da matriz elétrica no Pau-Brasil foi de 8,5 % em 2018 ante 2,1 % no mundo (MME, 2019). Porém, é urgente compreender o mercado para que a utilização de óleos vegetais se solidifique como matéria-prima para combustível, é preciso expandir a produção de oleaginosas para produção biocombustível, principalmente óleos que não sejam comestíveis, impossibilitando assim a competição com produtos alimentares e aumento do custo deste produto (EVANGELISTA, 2011).

3.4 CÁRTAMO

O cártamo (*Carthamus tinctorius*), também chamado de açafraão-bastardo (Figura 2), é uma oleaginosa cultivada em muitos países, especialmente para a produção de tingidores de roupas (FLEMMER; FRANCHINI; LIDSTRON, 2015). Dados obtidos no ano de 2019 mostram que a semente é cultivada em 21 países (FAO, 2019). O teor do óleo encontrado na

mesma é entorno de 34% (SILVA et al. 2021), de acordo com ZHOU et al. (2014) é possível encontrar na sua composição química ésteres de glicídios do tipo oleico porcentagens próximas a 30 % e 38% linoleico.

Figura: 2 – Cultivo do cártamo em campo; Semeadura (A), Pré-floração (B), Floração; (C) Início da senescência (D). Seta: sistema de irrigação



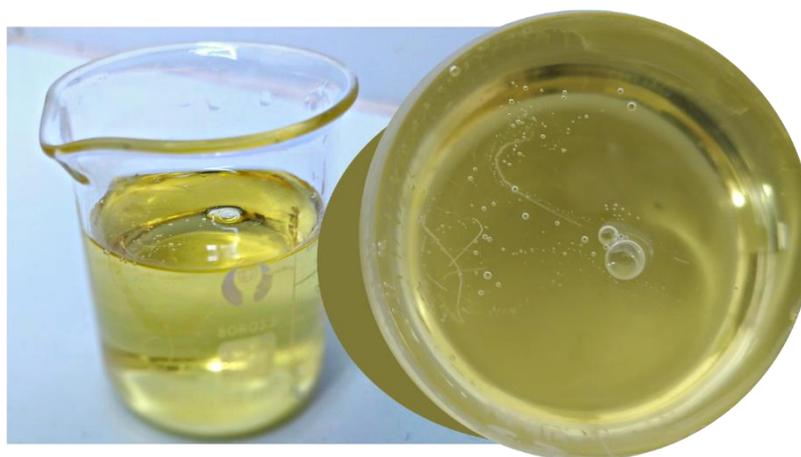
Fonte: (SILVA, 2021)

O plantio de cártamo em localidades mais áridas, pode suprir a penúria de óleo vegetal no Brasil para diversas finalidades, inclusive para o uso de matéria para obtenção de bioprodutos, com possibilidade de cultivo na entressafra (SANTOS; SILVA, 2015). É importante destacar que o cultivo do açafraão-bastardo foi recentemente incluído no cronograma de inovação da cadeia produtiva do biodiesel do Ministério da agricultura Pecuária e Abastecimento do governo federal brasileiro, como uma extraordinária indicação de cultivo no semiárido nordestino (MAPA, 2019). Ademais, (SILVA, 2021) destaca que o Estado do Rio Grande do Norte é uma verdadeira maternidade para a oleaginosa, em termos de germinação, desenvolvimento e produtividade, pois possui condições ideais como vento, calor, solo, umidade e área de preservação.

3.5 MAMONA

A mamona (Figura 3), (*Ricinus communis L.*) pertence à família *Euphorbiaceae* (CEBAJOS, BRITO, VIEIRA, 2020). São bastante resistentes à seca e produz óleo de mamona, amplamente utilizado na indústria química, inclusive na produção de tingidores, vernizes e cosméticos.

Figura 3: Óleo de mamona (*Rícino*)



Fonte: Próprio autor

A retirada do óleo pode ser efetuada por esmagamento a quente ou a frio ou extração empregando solventes orgânicos como hexano ou etanol, porém, o uso destes solventes no processo apresenta alguns inconvenientes, como alta inflamabilidade, alta toxicidade para a o ser humano e do meio ambiente e por ser proveniente de hidrocarbonetos. De acordo com a Associação Brasileira de Química a densidade coerente para o óleo de Mamona à 20 °C é de 0,9245 g.mL⁻¹. A AOCS apresenta especificações para a mamona conforme a Tabela 3.

Tabela: 3 – Características físico-químicas do óleo de mamona

Propriedades físico-químicas	Val. Referência
Massa Específica a 25 °C (g.cm ⁻³)	0,945 – 0,965
Índice de Refração 25 °C	1,473 – 1,477
Densidade (g.Ml-1)	0.8-0,9

Propriedades físico-químicas	Val. Referência
Índice de Iodo ($\text{g I}_2 \cdot 100\text{g}^{-1}$)	81 – 91
Índice de Saponificação ($\text{mg KOH} \cdot \text{g}^{-1}$)	176 – 187
Matéria Insaponificável (%)	-
Acidez ($\text{g ácido oléico} \cdot 100\text{g}^{-1}$)	-
Índice de Peróxido ($\text{meq} \cdot \text{kg}^{-1}$)	-

Fonte: (Campestre, 2008). Adaptado de: Physical and Chemical Characteristics of Oils, Fats and Waxes – AOCS

3.6 ÓLEO DE FRITURA

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA caracteriza a fritura como um processo de cozimento veloz que entrega à alimentação frita características de abastamento, cheiro, gosto e textura. No procedimento de fritura, o alimento é colocado em óleo fervente na presença de ar e, portanto, exposto à oxidação, interagindo com uma série de influentes (ar, água, calor e componentes da fritura) que provocam uma degradação do seu uso prolongado, produzindo sabores totalmente desagradáveis, incluindo substâncias que podem causar riscos ao bem-estar do cliente. Tais como incômodo do trato gastrointestinal, diarreia, entre outros. Nos processos de fritura contínua aplicados na indústria, ocorre preferencialmente a hidrólise, causando a formação de ácidos graxos livres.

Segundo (CHRISTOFF, 2006), as vantagens de usar os óleos residuais (Figura 4) para a obtenção de biocombustíveis são três: não requer processo de obtenção do óleo a matéria-prima não tem despesa por ser resíduo e traz conservação ao meio ambiente por não ser descartado de forma inadequada na natureza.

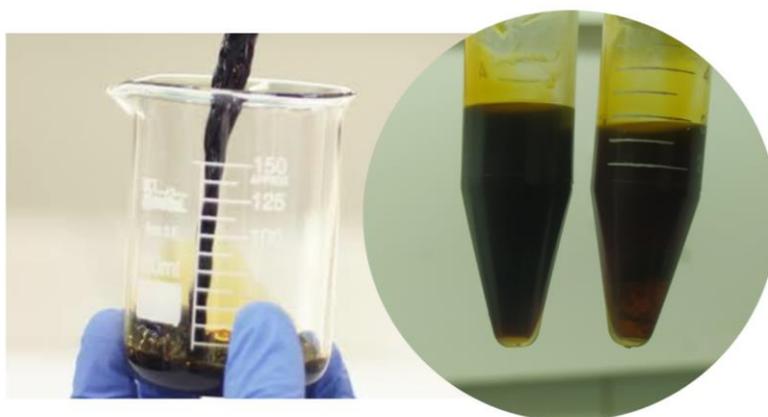
Figura 4 – Óleo de fritura.



Fonte: Próprio Autor

3.7 BIO-ÓLEO

Figura 5: - Amostra de bio-óleo de mamona



Fonte: Próprio autor

O bio-óleo (Figura 5), é um combustível oriundo da biomassa, por isso ele é considerado renovável. De acordo com a literatura sobre o assunto, devido à decomposição térmica rápida ou lenta da biomassa, os oxigenados presentes no bio-óleo têm o potencial de se misturar com combustíveis fósseis utilizados em veículos de transporte (GUEDES et al, 2010). A afinidade das características físicas e químicas das estilhas do biocombustível com os

álcoois combustíveis comercializados no Brasil sinaliza a hipótese de sua utilização em misturas à gasolina ou como substituto do álcool etílico anidro combustível (AEAC).

3.8 BIODIESEL

O biodiesel está inserido na matriz energética brasileira como um aditivo, desde que o marco regulatório, Lei nº 11.097/2005, foi publicado no Diário Oficial da União em 13/01/2005 (Figura6). A mesma lei reconhece o biodiesel como um combustível alternativo de natureza renovável e que pode trazer benefícios socioambientais quando utilizado como substituto total ou parcial do óleo diesel de petróleo em motores automotivos por compressão interna (diesel). Pode ser feito com gorduras animais ou óleos vegetais, e dezenas de plantas são utilizadas no Brasil para produzi-lo, como girassol, soja e dendê (FERRARI et al., 2004).

Quimicamente, o biodiesel é definido como ésteres monoalquílicos de ácidos graxos derivados de lipídios naturais, que podem reagir com triacilgliceróis (ou triglicerídeos) com álcoois (geralmente etanol ou metanol) na presença de catalisadores, e a glicerina é construída em conjunto na presença de ácido (SCHUCHARDT et al., 1998; RAMOS, 1999; RAMOS et al., 2003). A excelente concordância do biodiesel com o diesel comum o caracteriza como uma opção que pode responder a grande parte da frota de motores que usam o diesel já em circulação sem a carência de investimento em tecnologia de desenvolvimento de motores.

Figura: 6 - Linha do tempo com os pontos da introdução e expansão do uso do biodiesel no Brasil.



Fonte: ANP 2021.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 OBTENÇÃO DO ÓLEO DE CÁRTAMO

As oleaginosas de cártamo foram doadas pelo Laboratório de Investigação de Matrizes Vegetais Energéticas - LIMVE, localizado na Universidade Federal do Rio Grande do Norte, coordenado pela Prof. Dr^a Juliana Espada Linchton. Situado no departamento de Botânica e Zoologia. A amostra de 1L foi recebida um dia pós-síntese e armazenada em frasco âmbar em condições normais de temperatura e pressão.

4.2 OBTENÇÃO DO BIODIESEL DE CÁRTAMO

O biodiesel de cártamo foi desenvolvido em parceria com o Laboratório de Investigação de Matrizes Vegetais Energéticas - LIMVE, situado no Departamento de Botânica e Zoologia da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, coordenado pela Prof. Dr^a Juliana Espada Linchton e auxiliado pela MsC. Adlany Dias. A amostra de 150 mL foi recebida um dia pós-síntese, armazenada em frasco âmbar, protegido de qualquer tipo de iluminação e mantido sob refrigeração.

4.3 OBTENÇÃO DO ÓLEO DE MAMONA

Como matéria prima, foi adquirido uma amostra de 1 L, através da empresa Versátil Clean Comércio LTDA, localizada em Guarulhos/SP, sem nenhum tratamento prévio.

4.4 OBTENÇÃO DO BIO-ÓLEO DE MAMONA

Foram fornecidos 150 mL do bio-óleo de mamona, cedidos pelo Laboratório de Análises Ambientais Processamento Primário e Biocombustíveis – LABPROBIO, localizado no NUPPRAR da Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Obtido por meio de pirólise térmica

4.5 OBTENÇÃO DO ÓLEO DE FRITURA

Foi fornecido um litro do óleo vegetal residual de fritura cedido pelo Laboratório de Análises Ambientais Processamento Primário e Biocombustíveis – LABPROBIO, localizado no NUPPRAR da Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Provingo de um restaurante na cidade de Currais Novos/RN. A amostra foi submetida a filtração prévia.

4.6 OBTENÇÃO DO BIO-ÓLEO DE FRITURA

Foram fornecidos 150 mL do bio-óleo de fritura cedidos pelo Laboratório de Análises Ambientais Processamento Primário e Biocombustíveis – LABPROBIO, localizado no NUPPRAR da Universidade Federal do Rio Grande do Norte. O bio-óleo foi obtido por meio de pirólise térmica do óleo de fritura, realizada em um forno de leito fixo Flyever, FT-1200, nas seguintes condições: rampas de aquecimento em 350, 400, 450, 500 e 550 °C. Com taxa de aquecimento de 10 °C/min, permanecendo por 5min. Em cada temperatura e sob o fluxo de 100 mL/min de N₂, seguindo a metodologia de (MACEDO, 2021).

4.7 TEOR DE UMIDADE

A titulação Karl Fischer (Figura 7) é um método único para determinar o teor de umidade da água. É adequado para amostras com alto teor de água (titulação) e para amostras com teor de água em mensurações de ppm. (coulometria). Originalmente foi projetado para líquidos não aquosos, também é capaz de detectar em sólidos se forem solúveis ou se a água que eles contêm, tiver a possibilidade de ser removida por aquecimento em uma corrente de gás ou por extração. Os combustíveis devem responder ao teor de umidade especificado, passar por filtro adicional e tratamento de resina para impedir que os fosfolipídios hidratáveis no óleo reajam com a umidade do ar e formam borracha nos tanques de depósito (MAHANTA; SHRIVASTAVA, 2011).

Para analisar as amostras, foi utilizado o modelo Metrohm Karl Fischer 841 Titrator KF-001, depositando no interior do equipamento cerca de duas gotas de cada amostra. O procedimento foi realizado em triplicata conforme a ASTM D6304.

Figura: 7 - Metrohm Karl Fischer 841 Titrator KF-001.



Fonte: Próprio autor.

4.8 VISCOSIDADE

4.8.1 VISCOSIDADE CINEMÁTICA

Em todas as amostras foram realizadas a análise de viscosidade. Seguindo a norma ASTM D7042, por meio de um viscosímetro de Strabinger SVM 3000 – Anton Paar (Figura 8), pelo método padrão M5-SINGLE POINT, as análises foram realizadas em triplicata e consolidada a média.

Figura: 8 - Viscosímetro de Strabinger SVM 3000 – Anton Paar.



Fonte: Próprio autor.

A viscosidade cinemática refere-se à resistência ao fluxo exercido por um fluido sob a atividade da gravitação (FONTOURA, 2008). Este método nada mais é do que mensurar o período que um determinado volume de líquido leva para correr por um viscosímetro capilar, e o produto da medida do tempo de escoamento pela constante de calibração do tubo do viscosímetro é o valor que representa a viscosidade cinemática. Segundo a (ANP, 1999), é um dos parâmetros mais importantes do biocombustível, que vai preconizar as condições de manuseio e uso do produto.

4.9 DENSIDADE

A análise foi efetuada de acordo com a metodologia da ASTM D4052, por meio do mesmo equipamento (Figura 7) da viscosidade cinemática, um viscosímetro de Strabinger SVM 3000 – Anton Paar.

4.10 ÍNDICE DE ACIDEZ

É importante enfatizar que a resolução da ANP nº 7/2008 cita três opções para a obtenção do índice de acidez:

- ASTM D664 – *Número de Acidez de Produtos Petrolíferos por Titulação Potenciométrica;*
- EN 14104 – *Derivados gordos e de petróleo – Ésteres metílicos de ácidos gordos (FAME) – Determinação do índice de acidez;*
- NBR 14448 – *Produto obtido do Petróleo - Determinação do índice de acidez pelo método de titulação potenciométrica.*

No índice de acidez, foram utilizadas 2,0 g de cada amostra, sendo depositadas cada uma em umrlenmeyer de 125 mL. A seguir, foram acrescentados 25 mL da solução éter-álcool com o intuito de espalhar as moléculas juntamente com três gotas do indicador fenolftaleína. Foi titulado com solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M até apresentar uma coloração

rosa claro, conferindo o ponto de viragem. O volume utilizado foi anotando, seguindo A ASTM D664. Os resultados foram inseridos na seguinte fórmula:

$$IA = \frac{(VA-VB) \times M \times 5,61}{m}$$

Onde:

IA: Índice de Acidez;

VA: Volume da Amostra;

VB: Volume do branco;

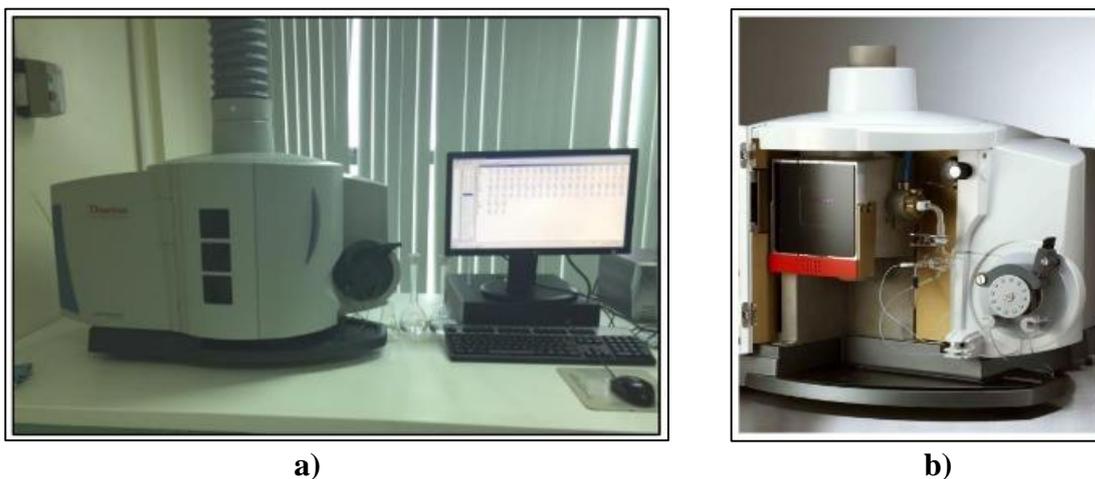
M: concentração de NaOH;

m: é a massa da amostra

[5,61 sendo o fator de correção].

4.11 ANÁLISE DE METAIS E FÓSFORO POR ICP-OES

Figura: 9 – ICP-OES - a) Em funcionamento. b) Mecânica



Fonte: Próprio autor.

As três amostras de biocombustíveis foram previamente preparadas com o auxílio do digestor de preparação de amostras por micro-ondas da marca Cem Corporation, Carolina do Norte Estados Unidos, modelo Mars 5. Foram pesadas massas aproximadamente iguais a 0,25g no recipiente de digestão com adição de 10 mL de HNO 3 (Êxodo Científica, SP, Brasil), a

mistura foi agitada suavemente, aguardou-se 15 minutos antes do seu fechamento e por fim levado ao equipamento seguindo a metodologia para óleo mineral com um único estágio com temperatura igual a 200°C com rampa e permanência iguais por 15 minutos, pressão de 800 psi e potência de (900-1050) Watt, após a digestão parcial as amostras foram filtradas e avolumadas com água miliq de alta pureza, com resistência de 18,2 MΩ cm, concebida pelo sistema Elga Purelab Ultra (Elga Labwater, Reino Unido).

O método EPA 6010c foi utilizado na determinação multielementar das concentrações dos elementos químicos por espectrômetro de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES) de marca Thermo Fisher Scientific, Bremen, Alemanha), modelo iCAP 6300 Duo, com vista axial e radial, detector simultâneo CID (Charge Injection Device). Argônio comercial com pureza de 99,996% (White Martins-Praxair) foi usado para apurar a óptica, origem do plasma, sendo também utilizado como gás de nebulização e assistencial.

Ao inserir a amostra no sistema de introdução, foi aproveitado um nebulizador concêntrico e câmara de nebulização do tipo ciclônica. Nesse sistema, a amostra é elevada até o plasma com uma bomba peristáltica acoplada ao equipamento e seu fluxo era controlado pelo programa (iTeva – Thermo Scientific). Os parâmetros foram estes: Potência da fonte de Raio Freqüência, 1350 W; vazão do gás argônio nebulizador, 0,75 L/min; vazão do gás argônio auxiliar, 0,5 L/min; tempo de estabilização, 10 segundos. Para o metal foram usados dois comprimentos de onda, sendo um comprimento como principal e o segundo para comparação, e após a obtenção das curvas analíticas são observados qual obteve um melhor correlação e intensidade de sinal/ruído assim sendo usado como comprimento de onda titular no desenvolvimento nas análises.

A Faixa linear de cada metal é constituída por um branco e mais 08 pontos com concentrações crescentes, que são os seguintes 10.0; 20.0; 40.0; 80.0; 160.0; 320.0; 640.0; 1280.0 e 2560.0 µg L⁻¹ (ppb) a 10% HNO₃. A curva analítica foi preparada com água de alta pureza, com resistividade de 18,2 MΩ cm, obtida pelo sistema Elga Purelab Ultra (Elga Labwater, Reino Unido). O ácido nítrico utilizado da (Êxodo Científica, SP, Brasil), foi purificado por um sistema sub-boiling sistema de destilação através de radiação infravermelha. Solução padrão multi usada para realização da curva analítica de 1000 mg L⁻¹ (ppm), em 10% ácido nítrico. Marca AccuStandard.

Os limites de detecção (LD) são obtidos a partir do padrão das 10 análises do primeiro ponto da curva analítica que é branco, sendo multiplicado por três e dividido pela inclinação da curva. Já o limite de quantificação (LQ) foi obtido pela multiplicação do LD por três. Os coeficientes de correlação são bem próximos ao valor de 1. A exatidão e a precisão são

calculadas a partir de análises dos padrões internos (padrões da curva) e externos (padrões fora da curva) que são soluções preparadas com diferentes concentrações, sendo analisados como amostras, para obtemos resultados satisfatórios com erros menores que 5%, com a certeza de mais de 95% de precisão e exatidão.

4.12 ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

É a quantidade de miligramas suficientes de hidróxido de potássio (KOH) necessários para saponificar um grama de gordura. De acordo com [MORETTO, 1998], os ácidos graxos livres amplificam o índice de saponificação e quanto maior a saponificação, menor o aproveitamento do biocombustível. A ANVISA, define uma banda de valores aceitáveis que são de 188 – 194 mg de KOH/g. [ANVISA, 1999]. Ainda segundo Moretto et al, [1998], quanto maior o nível de saponificação, menor é a qualidade do biocombustível e maior a geração de sabão.

A análise do índice de saponificação foi efetivada pela metodologia de Moretto [1998]. Os parâmetros foram os seguintes: em um balão de fundo redondo de 100 mL, foi adicionado 2 g da amostra de óleo vegetal. Em seguida, 20 mL da solução alcoólica de Hidróxido de Potássio - KOH, a 4%. O frasco de erlenmeyer foi adaptado a um sistema de refluxo. Em seguida a amostra foi acalorada até ebulição branda, durante 30 minutos. Após o resfriamento, foi adicionado 2 gotas de indicador fenolftaleína de 1%. Logo após, foi titulado com ácido clorídrico 0,5 mol/L até a coloração rosa sumir. O procedimento foi realizado 3 vezes para adquirir uma média. Para o teste em branco, as etapas anteriores foram repetidas sem adicionar a amostra de óleo.

O resultado foi obtido com a diferença entre o número de mililitros de HCl aplicados na titulação da porção e na titulação do branco paralela à quantidade de KOH usada na saponificação. A seguinte fórmula foi então usada para medir o índice de saponificação:

$$IS = \frac{(v - V) \times f \times 28}{P}$$

Onde:

(v - V) = diferença entre o nº de mL de HCl gasto nas duas titulações;

v = volume gasto na titulação da amostra;

V = volume gasto na titulação do branco;

f = fator de correção da padronização do HCl;

P = número de gramas da amostra;

28 = equivalente grama do HCl p/ (solução 0,5 mol/L).

4.13 ÍNDICE DE PERÓXIDO

A técnica seguiu a metodologia indicada pela AOCS Cd 8-53 (2009). Seu objetivo é determinar todas as substâncias que deterioram o iodeto de potássio (KI). Essas substâncias químicas são frequentemente consideradas peróxidos ou outros produtos semelhantes de oxidação lipídica.

Os parâmetros foram os seguintes: inicialmente foi pesado com a ajuda de seringa de 20mL, 5,00 + 0,05g da amostra em erlenmeyer de 250 mL com tampa esmerilhada e anotado o peso. Dentro da capela com exaustão ligada, foi adicionado 30 mL de solução de ácido acético-clorofórmio. Ficou em agitação até a amostra dissolver. Em seguida, com uma pipeta de 1,0 mL, adicionar à amostra 0,5 mL de solução saturada de KI. Mediu-se em proveta, 30mL de água destilada e adicionada na porção analisada. Permaneceu com agitação alentada. A amostra foi retirada da capela em temperatura ambiente, colocada em superfície também com temperatura ambiente para evitar o choque térmico e titulada com tiosulfato de sódio 0,01N com lenta agitação até a coloração começar levemente mudar. Logo após, foi adicionada à amostra 0,5 mL de solução de amido indicador; retomando a titulação agitando vagarosamente até a mudança da coloração azul.

Por fim, foi realizada o teste do branco. Foi medido em bureta graduada ou dispenser, 30 mL da solução ácido acético-clorofórmio e colocado em erlenmeyer de 250 mL.

Obteve-se o resultado através da equação abaixo:

$$IP = \frac{(S - B) \times N \times 1000}{PA}$$

Onde:

S = mL da solução de Tiosulfato 0,01N consumido na titulação da amostra

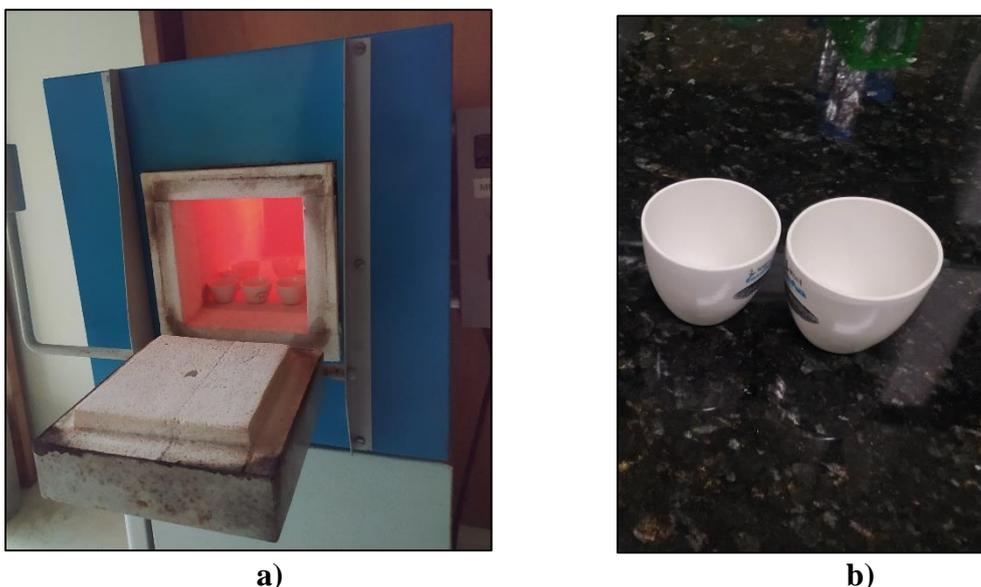
B = mL da solução de Tiosulfato 0,01N consumido na titulação do teste prova em branco.

N = Normalidade da solução de tiosulfato de sódio;

PA = Massa da amostra

4.14 TEOR DE CINZAS

Figura: 10 – a) Mufla com amostras. b) Cadinhos com massa residual.



Fonte: Próprio autor.

No procedimento experimental, foi utilizada a técnica segundo (ARAUJO, 2008). Inicialmente os cadinhos de porcelana foram colocados em mufla para a retirada das impurezas resistentes a lavagem com sabão neutro, modelo do equipamento: Forno Mufla Microprocessado – 4000W da UP Brasil, durante o período de duas horas a $850 \pm 10^\circ\text{C}$. Em seguida, houve o resfriamento prévio na própria mufla até atingir 100°C . Os cadinhos foram transferidos para um dessecador com o auxílio de uma pinça inox de 42 cm. Após 2h, constatando que a temperatura dos cadinhos estavam em torno de 30°C , foram pesados em balança analítica.

Nos cadinhos devidamente tarados incinerou-se 15 g da amostra aquecendo inicialmente esta massa até a temperatura de degradação dos óleos e bioprodutos. Após a calcinação o cadinho foi preparado com 15g de amostra e levado à mufla e submetido à temperatura de $800 \pm 10^\circ\text{C}$ durante duas horas, após este período foram resfriados em dessecador. As análises foram feitas em triplicata, obtendo-se a média das três medidas e o

cálculo do teor foi realizado de acordo com a fórmula abaixo, que envolve a massa da amostra com a massa do resíduo da combustão segundo a norma ASTM D-874.

Resíduo de cinzas é o resíduo não volátil da amostra. Este teste é utilizado para identificar o teor de impurezas inorgânicas presentes na matéria orgânica.

$$\%C = \frac{m_R \times 100}{M_A}$$

Onde:

%C: Porcentagem de cinzas

m_R : massa do resíduo (g)

M_A: massa da amostra (g)

4.15 ÁCIDOS GRAXOS LIVRES

A análise de ácidos graxos livres em óleos e gorduras foi promovida de acordo com o método AOCS Ca 5a-406. Foi pesado 5 g das amostras em um erlenmeyer e adicionado 50 mL de álcool etílico a 95 %. O álcool foi antecipadamente neutralizado com uma solução aquosa padrão de NaOH em torno de 0,1 M. Logo após, a solução foi aquecida sobre chapa térmica até começar a ebulição. Adicionou-se 0,5 mL de solução etanólica da fenolftaleína a 1%, sendo o indicador e seguiu-se a titulação com solução aquosa de NaOH com 0,1 N, observado a coloração rosa permanecer.

A contagem do índice de ácidos graxos livres foi baseada de acordo com a equação abaixo:

$$AGL(\%) = \frac{V \times f \times 28,02}{m}$$

Onde:

AGL = teor de ácidos graxos livres;

V = volume (mL) da solução de hidróxido de sódio a 0,1 M;

f = fator da solução de hidróxido de sódio,

m = massa (g) da amostra

[28,02 sendo o fator de correção.]

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta sessão, são expostos e comentados os resultados das análises obtidas para óleos vegetais (usados como matéria-prima) e os bioprodutos (biodiesel e bio-óleos).

5.1 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS ÓLEOS VEGETAIS

As análises dos óleos vegetais foram executadas com o propósito de prognosticar se eles apresentam condições favoráveis para utilização como matéria-prima. Observando a tabela 4, é possível afirmar que as amostras de óleo vegetal, expuseram diferença significativa em relação a vários parâmetros determinados pela ANVISA, como o índice de acidez, ácidos graxos livres, e teor de cinzas. Amostras de óleo levemente ácida, indica que a acidez está intimamente relacionada com a qualidade da matéria prima, uma vez que, com o tempo pode ocorrer o fenômeno da hidrólise com o aparecimento de ácidos graxos livres (Moretto e Fett, 1989). Essa hidrólise é acelerada na presença de minerais metálicos e de processamento em que ocorram aquecimento. Um alto índice de acidez mostra, portanto, que o óleo ou gordura está sofrendo rupturas progressivas em sua cadeia, produzindo em sua composição principal, os ácidos graxos (MORETTO E FETT, 1989).

Tabela: 4 – Análises físico-químicas dos óleos vegetais.

Propriedades	Limites	Mamona	Fritura	Cártamo
Viscosidade Cinemática (mm ² /S ²)	-	215.18	36,157	31,771
Índice de acidez (mg KOH/g)	<0,50	0,90	0,69	0,2
Ácidos graxos livres (%)	<0,3	0,6	0,45	0,3
Densidade 20 °C (g/cm ³)	-	0,9464	0,9025	0,9038
Índice de saponificação (mgKOH/g)	-	203,01	178,05	154,00

Propriedades	Limites	Mamona	Fritura	Cártamo
Índice de peróxido (meq/Kg)	<10	5,08	8,55	1,9
Cinzas (%)	<0,02	0,44	0,15	0,09

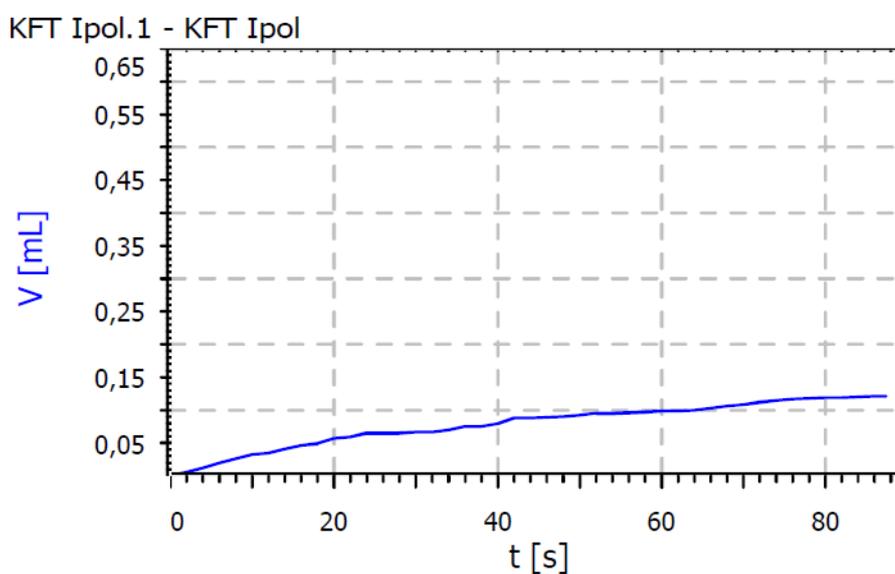
Limites: adaptados conforme a resolução n° 482 de 1999 da ANVISA.

Segundo a Legislação brasileira (ANVISA, 1999), o índice de peróxido não pode passar de 10 meq/Kg para os óleos vegetais comercializados em nosso país. Porém a análise apontou que todos estão dentro do limite.

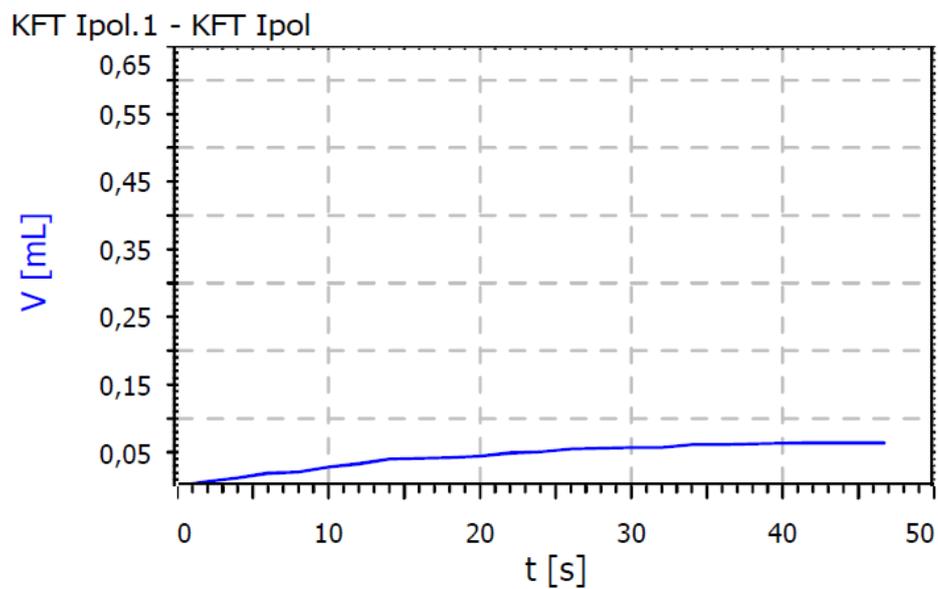
Comparando a viscosidade cinemática entre os óleos, é possível verificar valores um pouco mais elevados, especialmente o óleo de mamona (215,18 mm²/s), apontando que o óleo necessita de um pré-tratamento antes de ser utilizado como matéria-prima. Assim também como o teor de cinzas, em uma possível combustão do produto, seria altamente tóxico ao ser inalado, prejudicando a saúde da comunidade local.

As análises de teor de umidade em triplicata variaram em média $\pm 0,10$. O óleo de cártamo obteve 5,13% (Figura 11); o óleo de mamona 2,03% (Figura 12), e o óleo de fritura 3,60% de umidade (Figura 13), valores que são compatíveis com o que já foi estudado em outras pesquisas.

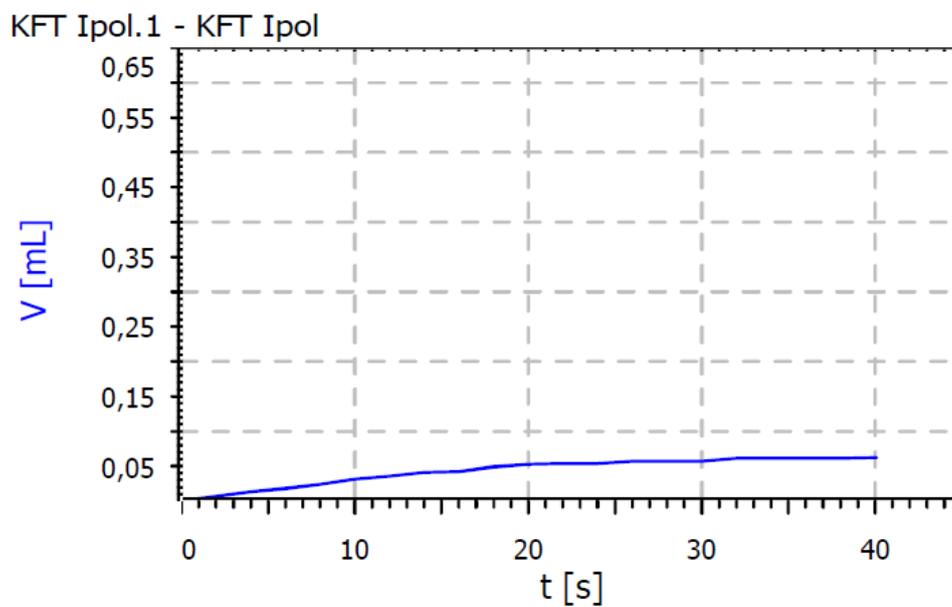
Figura: 11 – Análise do teor de umidade: Óleo de cártamo



Fonte: próprio autor.

Figura: 12 - Análise do teor de umidade: Óleo de mamona

Fonte: próprio autor.

Figura: 13 - Análise do teor de umidade: Óleo de fritura

Fonte: próprio autor.

5.2 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS BIOCOMBUSTÍVEIS

Na análise de viscosidade cinemática (Tabela 6), apenas o biodiesel de cártamo atendeu as especificações, o bio-óleo de mamona (Tabela 5) e o de fritura carecem do uso de algum tipo de aditivo para melhorar a fluidez.

O índice de acidez apontou um resultado bastante alto para o bio-óleo de mamona, já o bio-óleo de fritura pode-se considerar no limítrofe, e o biodiesel do cártamo atende as especificações que define até 0,5 mg KOH/g.

Tabela: 5 – Análises físico-químicas dos bio-óleos.

Propriedades	Limites	Bio-óleo de Mamona	Bio-óleo de Fritura
Viscosidade Cinemática (mm ² /S ²)	2,00 – 4,50	14,527	27,143
Índice de acidez (mg KOH/g)	< 0,3	0,86	0,56
Ácidos graxos livres (%)	0,3	0,8	0,5
Densidade 20 °C (g/cm ³)	-	0,8646	0,9062
Índice de saponificação (mgKOH/g)	-	199,02	182,03
Índice de peróxido (meq/Kg)	-	1,96	3,97
Cinzas (%)	< 0,02	0,40	0,05

Limites: adaptados conforme a Resolução ANP nº 842/2021.

A análise do teor de cinzas indicou a presença de restos inorgânicos na amostra, reafirmando a presença de metais nas oleaginosas conforme a literatura mesmo indica. Portanto, qualquer contaminação que ocorra durante a produção de biodiesel ou bio-óleo (como catalisadores) tornará o biocombustível ainda mais abaixo do padrão, a combustão liberará grandes quantidades de material particulado.

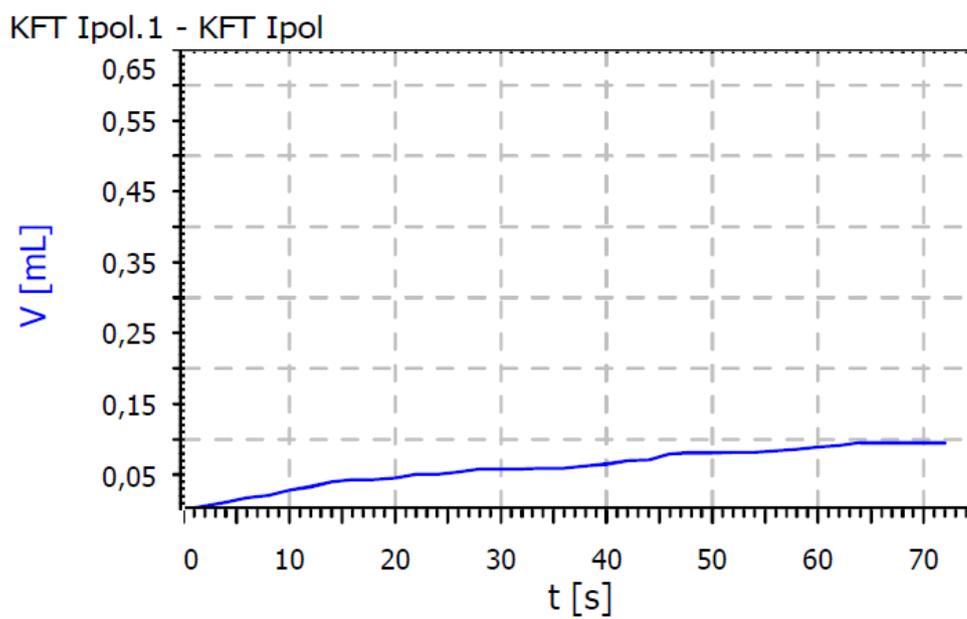
Tabela: 6 – Análises físico-químicas do biodiesel.

Propriedades	Limites	Biodiesel de Cártamo
Viscosidade Cinemática (mm ² /S ²)	3,0 – 6,0	4,15
Índice de acidez (mg KOH/g)	< 0,50	0,25
Ácidos graxos livres (%)	0,30	0,30
Densidade 20 °C (g/cm ³)	0,80 - 0,90	0,86
Índice de saponificação (mgKOH/g)	188,00-194,00	193,06
Índice de peróxido (meq/Kg)	< 10	4,39
Cinzas (%)	< 0,02	0,24

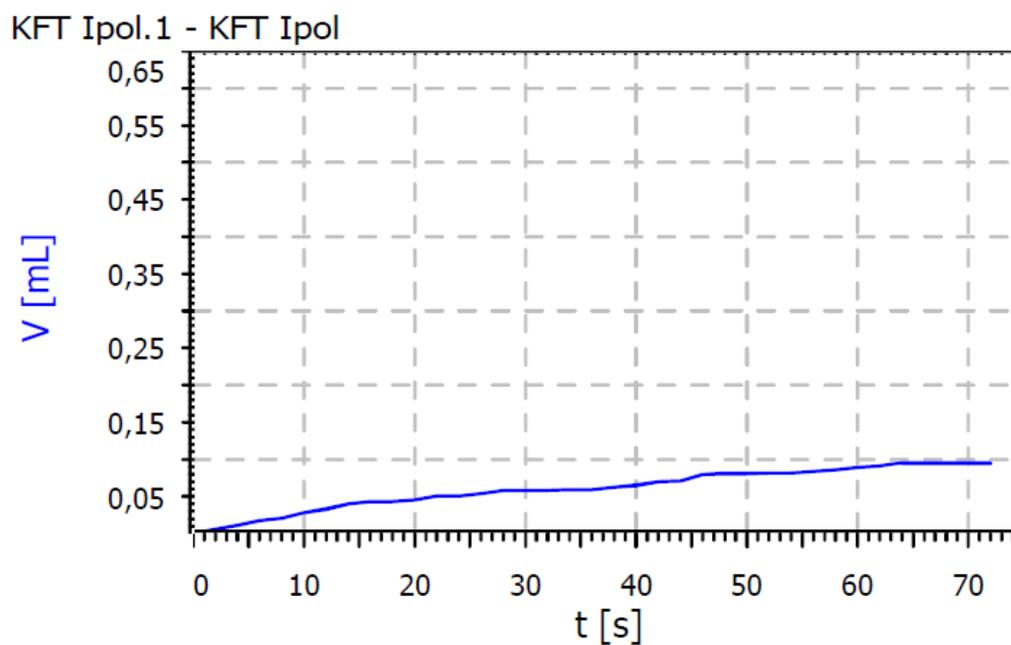
Limites: adaptados conforme a Resolução ANP n° 45/2014.

Na análise do índice de saponificação conforme a tabela 5, mostra o resultante do bio-óleo de mamona que foi de 199,02 mgKOH/g, uma diferença de 5,02 mgKOH/g do limite. Isso pode estar correlacionado ao teor de água na amostra que desenvolve uma produção de sabão foram do padrão. As demais amostras atenderam a resolução do IS.

As análises de teor de umidade em triplicata variaram em média \pm 0,06. O biodiesel de cártamo obteve 5,65% (figura 14); o bio-óleo de mamona 4,49% (Figura 15); e o bio-óleo de fritura 3,30% (Figura 16). A alta umidade da região e a fisiologia vegetal das oleaginosas contribuem para o surgimento de água no parâmetro estudado. Etapas mais refinadas de secagem e mudanças no processo de armazenamento podem ajudar a mitigar o teor obtido.

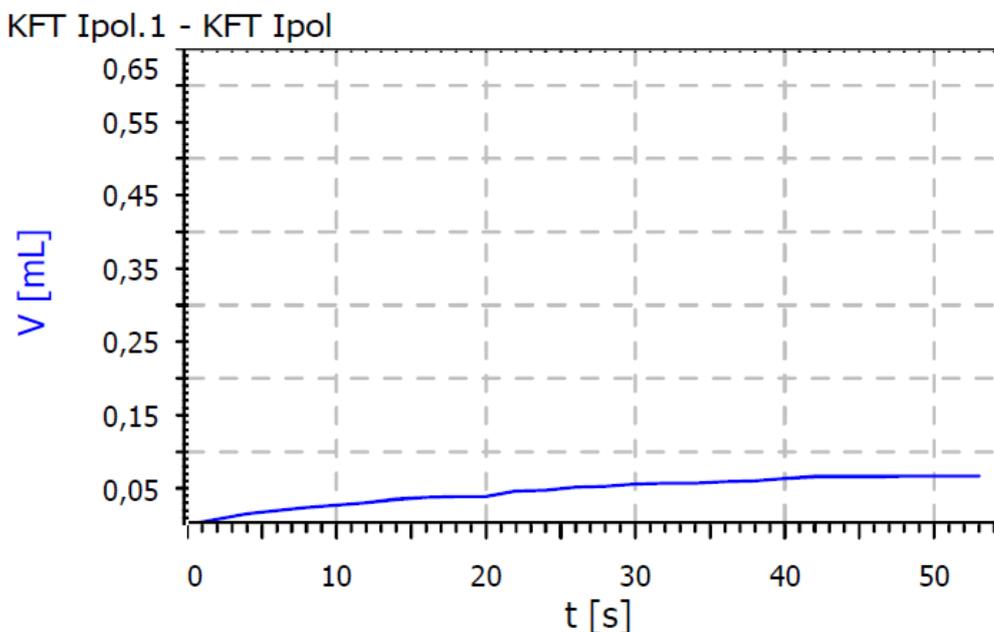
Figura 14: Análise do teor de umidade do biodiesel de cártamo.

Fonte: próprio autor.

Figura 15: Análise do teor de umidade do bio-óleo de mamona.

Fonte: próprio autor.

Figura 16: - Análise do teor de umidade do bio-óleo de fritura



Fonte: próprio autor.

5.2.1 ANÁLISE DOS BIOCOMBUSTÍVEIS POR ICP-OES

Segundo Gonçalves (2021) as amostras dos bioprodutos submetidas a análises por ICP-OES, precisam analisar os seguintes elementos primordiais: Al, Cd, Cu, Fe, Mn, V, e o fósforo. O monitoramento de fósforo em óleos vegetais é importante, já que parte deste se encontra na forma de fosfolípido, que quando não retirado, favorece o entupimento. O teor de metal no óleo refinado final é indesejável. Os metais podem favorecer a degradação oxidativa dos óleos, o que diminuirá a durabilidade do bioproduto. A baixa quantidade e tipos de metais encontrados nas análises indica que os dois tipos estudados são satisfatórios. A análise pelo ICP-OES (Tabela 7) apontou a existência de ferro e alumínio no bio-óleo de mamona acima do permitido. Enquanto no bio-óleo de fritura, foi encontrado apenas a presença de ferro, indicando que as amostras não liberam grande quantidade de metais durante a sua degradação. A não detecção de alguns tipos de metais, não significa que as amostras não contenham os parâmetros sugeridos, devemos considerar minimamente a sua composição. Os índices de metais apresentados nos bioprodutos por ICP-OES podem ser provenientes da própria oleaginosa, pois em sua composição eles aparecem como macronutrientes

Tabela: 7 – Resultados da análise por ICP-OES

Parâmetro	Biodiesel de cártamo	Bio-óleo de mamona	Bio-óleo de fritura
Alumínio	8,094	11,547	LD
Cádmio Tot.	LD	LD	LD
Cobre	LD	LD	LD
Ferro	4,823	3,079	2,455
Fósforo	LD	LD	LD
Manganês	LD	LD	LD
Vanádio Tot.	LD	LD	LD

Legenda: (LD) Limite de detecção. **Unidade:** mg/Kg; **Limite:** 1,0 (mg/Kg) por elemento.

Um fator importante que enaltece os três tipos de biocombustíveis analisados, é a ausência de fósforo (fosfolipídios), pois eles no óleo bruto ou na mistura obrigatória podem causar deterioração da qualidade através da formação de goma, e no processamento do óleo podem atuar como veneno do catalisador (VAN GERPEN, 2005). Portanto, esses parâmetros são de interesse prático para produtores e usuários de biocombustíveis, e o desenvolvimento de suas medições está em andamento.

6. CONCLUSÃO

Foi possível constatar que a quantificação de elementos químicos em bio-óleos obtidos na pirólise de óleos vegetais é de grande relevância para o controle de qualidade dos biocombustíveis, assim como para o entendimento de possíveis consequências que estes podem provocar ao motor e/ou ao meio ambiente. As análises físico-químicas das amostras, indicaram que os óleos vegetais não atenderam totalmente as especificações da ANVISA, fatores como transporte e armazenamento podem ter influenciado nesses resultados. Já os aspectos da densidade, teor de fósforo, índice de saponificação, acidez e peróxidos denotam a boa qualidade dos bioprodutos. O bio-óleo de mamona, apresentou elevada massa específica e viscosidade cinemática, esse valor é oriundo da composição química da sua matéria-prima, com o teor majoritário de quase 90% de ácido ricinoléico. O biodiesel de cártamo mostrou resultados satisfatórios para os parâmetros exigidos pela ANP, se destacando como uma boa alternativa comparado com outros tipos de biodiesel discutidos nas literaturas. Projetos futuros devem sugerir a necessidade de aditivos e catalisadores que melhorem as propriedades físicas e químicas. Todas as amostras foram analisadas com eficácia e apresentaram baixa quantidade de metais e fósforo, isso indica que a qualidade da matéria-prima e dos bioprodutos são promissoras.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIB BBER, Instituto Brasileiro Pellets Biomassa Briquete. BIOMASSA ORIUNDA DE REJEITOS URBANOS E INDUSTRIAIS. 2018. Disponível em: <<http://abibbrasil.wixsite.com/institutobrpellets/biomassa-rejeitos-urbanos-eindustriais>>. Acesso em: 03 novembro de 2020.

AJAYI, I.A.; Oderinde, R.A.; Kajogbola, D.O.; Uponi, J.I. 2006. Oil content and fatty acid composition of some underutilized legumes from Nigeria. Food Chemistry, 99: 115-120.

AJAYI, I.A.; Oderinde, R.A.; Ogunkoya, B.O.; Egunyomi, A.; Taiwo, V.O. 2007. Chemical analysis and preliminary toxicological evaluation of Garcinia mangostana seeds and seed oil.

ALMEIDA, C. M. T. de. Craqueamento do óleo de pinhão-manso e de seus principais ácidos graxos para a produção de bio-óleo. 2015. Dissertação (Mestre em Engenharia Química) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Centro de Tecnologia e Geociências, Universidade Federal de Pernambuco, Recife.

ANEEL – [Agência Nacional de Energia Elétrica]. ATLAS DE ENERGIA ELÉTRICA DO BRASIL. 2008. Disponível em: http://www.fisica.net/energia/atlas_de_energia_eletrica_do_brasul_3a-ed.pdf. Acesso em: 30 out. 2020.

ANEEL – [Agência Nacional de Energia Elétrica]. BIOMASSA. 2008. Disponível em: [http://www2.aneel.gov.br/aplicacoes/atlas/pdf/05-Biomassa\(2\).pdf](http://www2.aneel.gov.br/aplicacoes/atlas/pdf/05-Biomassa(2).pdf). Acesso em: 20 out. 2020.

ANEEL – [Agência Nacional de Energia Elétrica]. ATLAS DE ENERGIA ELÉTRICA DO BRASIL. 2008. Disponível em: <http://www.fisica.net/energia/atlas_de_energia_eletrica_do_brasul_3a-ed.pdf>.

ANP – [Agência Nacional do Petróleo, Gás e Biocombustíveis. Nota Técnica N° 10/2021/SBQ-CPT-CQC/SBQ/ANP Acesso: 18 de junho de 2022. Disponível em: <https://www.gov.br/anp/pt-br/assuntos/analise-de-impacto-regulatorio-air/1607120-especificacoes-nacionais-do-biodiesel-b100.pdf>

ANP - [Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis]. Disponível em: <https://www.gov.br/anp/pt-br/assuntos/qualidade-de-produtos/biocombustiveis>. [Acesso em: 04 de fevereiro de 2022].

ANP - [Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis]. 2018. Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Rio de Janeiro: ANP, 2018. P177-202.

ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC no 482, de 23 de setembro de 1999. D.O.U. – Diário Oficial da União [online]; Poder Executivo, de 13 de outubro de 1999.

AOAC. 2005. Official and Tentative Methods of the AOAC International. Maryland.

AOCS. 2009. Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society. Champaign.

ARAÚJO, A. M. M, EVANGELISTA, J. P. C., GOMES, A. F., SOUZA, L. D., MATIAS, L. G. O. Análises das cinzas sulfatadas do biodiesel produzido a partir da matéria prima extraída do RN.48° CBQ, [online], Rio de Janeiro, Brasil, 2008.

BRÁS, A. M; MIRANDA, F. HIPÓLITO, L; DIAS, L. S. BIOMASSA E PRODUÇÃO DE ENERGIA. 2008. Disponível em: <http://portal.ipvc.pt/images/ipvc/esa/pdf/biomassa.pdf>. Acesso em: 09 de outubro de 2020.

BRASIL. Decreto 9.073, de 05 de junho de 2017. Promulga o Acordo de Paris sob a Convenção-Quadro das Nações Unidas sobre Mudança do Clima, celebrado em Paris, em 12 de dezembro de 2015, e firmado em Nova Iorque, em 22 de abril de 2016. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2015-2018/2017/decreto/D9073.htm [Acesso em: 17 de junho de 2022].

BRASIL. Instrução Normativa no 49, de 22 de dezembro de 2006. Aprova o regulamento de identidade e qualidade dos óleos vegetais refinados; a amostragem; os procedimentos complementares e o roteiro de classificação, conforme os respectivos anexos I, II, III e IV desta instrução normativa. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 26 dez. 2006. Seção 1, pag 140-142. Acesso: 05 de Março de 2022.

BRUGGINK, C. et al. Determinação de novos ácidos orgânicos em óleo diesel e óleo de motor por cromatografia iônica. Analytical Letters, v. 50, n. 5, pág. 739–747, 2017.

CARDOSO, Bruno Monteiro. USO DA BIOMASSA COMO ALTERNATIVA ENERGÉTICA. 2012. Disponível em: <<http://monografias.poli.ufrj.br/monografiapdf>>. Acesso em: 03 nov. 2020.

CARGININ, A. Oleaginosas potenciais para produção de biodiesel: necessidade de cultivares melhoradas. Disponível em: <https://www.agrosoft.com.br/2007/09/28/oleaginosas-potenciais-para-producao-de-biodiesel-necessidade-de-cultivares-melhoradas/>. Acesso em: 4 de março de 2022.

CEBAJOS ALVES ARAUJO, Y.; BRITO COLLARES DA SILVA, C.; VIEIRA SOARES, G.; REGINA DE SOUZA, T.; MACHADO RODRIGUES, L. CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DE MAMONA (RICINUS COMMUNIS L.). Anais do Salão Internacional de Ensino, Pesquisa e Extensão, v. 12, n. 2, 4 dez. 2020.

CHEVARRIA, Diego Gonzales; TOMETICH, Patricia; FRACASSO, Edi Madalena. A INCLUSÃO DA SUSTENTABILIDADE NA AGENDA ENERGÉTICABRASILEIRA. 2012. Disponível em: <http://www.anpad.org.br/admin/pdf/2012_EnAPG3>. Acesso em: 29 nov. 2020.

CHRISTOFF, Paulo. Produção de biodiesel a partir do óleo residual de fritura comercial. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento - LACTEC, Programa de Pós-Graduação em Desenvolvimento de Tecnologia, Curitiba, 2006.

CORTEZ, Luís Augusto Barbosa; LORA, Electo Eduardo Silva; AYARZA, Juan Arturo Castañeda. BIOMASSA NO BRASIL E NO MUNDO. 2008. Disponível em: <<https://www.nipe.unicamp.br/docs/publicacoes/inte-biomassa-energia070814.pdf>>.

EPE [Empresa de Pesquisa Energética]. Balanço Energético Nacional ano base 2014. Rio de Janeiro/RJ. 2015. [Acesso em: 03 de outubro de 2021].

ESCOBAR, J. et al. Biomassa uma análise do macro ou micro. Biomassa BR, v. 6, n. 57, p. 32, set. 1DC. [Acesso em: 08 de dezembro de 2021].

EVANGELISTA, J. P. C. Obtenção de biodiesel através da transesterificação do óleo de farelo de arroz utilizando KI/Al₂O₃. 133 f. Dissertação (Mestrado em Química) –Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Ciências Exatas e da Terra. Programa de Pós-graduação em Química. Natal, RN, 2011.

EXAME. ENERGIA DE BIOMASSA TEM ESPAÇO PARA CRESCER. 2017. Disponível em: <<https://exame.abril.com.br/tecnologia/energia-de-biomassa-temespaco-para-crescer/>>. Acesso em: 27 nov. 2020.

FLEMMER, A.C., Franchini, M.C. and Lindström, L.I. (2015), Description of safflower (*Carthamus tinctorius*) phenological growth stages according to the extended BBCH scale. *Ann Appl Biol*, 166: 331-339.

FONTOURA, Luiz Antonio Mazzini et al. A química, os processos de obtenção e as especificações do biosiesel. *Revisita Analytica*, n33, p.72-87, 2008.

GIZ [Deutsche Gesellschaft für Internationale Zusammenarbeit]. Transporte Urbano e Eficiência Energética. Disponível em: www.giz.de. [Acesso em: 05 de Março de 2022].

GOMES, Carlos Francisco Simões e Maia, Ana Claudia Coenca. Ordenação de alternativas de biomassa utilizando o apoio multicritério à decisão. *Production* [online]. 2013, v. 23, n. 3 [Acessado 22 Junho 2022] , pp. 488-499.

GONÇALVES, Vinícius Oliveira; BORTOLETO, Gisele Gonçalves, Determinação de metais em biodiesel: importância e desafios Bioenergia em revista: diálogos, ano/vol. 11, n. 1, jan./jun. 2021. P. 120 - 138

GUEDES, Carmen Luisa Barbosa et al. Avaliação de biocombustível derivado do bio-óleo obtido por pirólise rápida de biomassa lignocelulósica como aditivo para gasolina. *Química Nova* [online]. 2010, v. 33, n. 4 [Acessado 19 Junho 2022] , pp. 781-786. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000400003>>.

LENZ, N. B. G. et al. Sowing Depth on Emergence of Different Safflower Genotypes (*Carthamus tinctorius* L.) *Journal of Agricultural Science*; Vol. 9, n 12; p.135, 2017.

LÔBO, Ivon Pinheiro, Ferreira, Sérgio Luis Costa e Cruz, Rosenira Serpa da Biodiesel: parâmetros de qualidade e métodos analíticos. *Química Nova* [online]. 2009, v. 32, n. 6 [Acessado 18 Junho 2022] , pp. 1596-1608. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/S0100-40422009000600044>>.

MACEDO, Mayara Lopes Gundim. Estudos térmicos, termocatalítico e cinético do óleo de fritura para obtenção de hidrocarbonetos renováveis. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2021. 100 f.: il.

Meira, Marilena et al. Identificação de adulteração de biocombustível por adição de óleo residual ao diesel por espectrofluorimetria total 3D e análise das componentes principais. Química Nova [online]. 2011, v. 34, n. 4 [Acessado 7 Junho 2021] , pp. 621- 624.

MME, Ministério de Minas e Energia. BALANÇO ENERGÉTICO NACIONAL. 2007. Disponível em: <<http://www.mme.gov.br/documents/10584/3597241/01+-+BEN+2007+-+Ano+Base+2006+%28PDF%29/d3b8d0d9-4487-498c-9846-61a5bbdb8fc3>>. Acesso em: 30 de novembro de 2020.

MORETTO, E; FETT,R. TECNOLOGIA DE ÓLEOS E GORDURAS VEGETAIS NA INDÚSTRIA DE ALIMENOS. SÃO PAULO.VARELA, 1998. Disponível em: <https://www.tuasaude.com/cuidado-com-a-acroleina-nas-gorduras/>

MORETTO, E.; FETT, R. Óleos e Gorduras Vegetais: processamento e análises. São Paulo: Varela, 1989. 179p

ONU – Rede Brasil, 2022. “Pacto Global - Ranking ODS.” - Disponível em: www.pactoglobal.org.br/ods.

OSAKI, Mauro; Batalha, Mario Otávio PRODUÇÃO DE BIODIESEL E ÓLEO VEGETAL NO BRASIL: REALIDADE E DESAFIO Organizações Rurais & Agroindustriais [online], vol. 13, núm. 2, 2011, pp. 227-242.

PERLACK, R. D.; WRIGHT, L. L.; TURHOLLOW, A. F.; GRAHAM, R. L.; STOKES, B. J.; ERBACH, D. C. Biomass as feedstock for a bioenergy and bioproducts industry: the technical feasibility of a billion-ton annual supply. [Joint study sponsored by USDOE and USDA]. Prepared by Oakridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, 2005.

RESOLUÇÃO ANP Nº 734, DE 28 DE JUNHO DE 2018 - (Publicada no DOU de 29 de junho de 2018, Seção 1, páginas 92 a 95) [online] [Acesso: 09 de janeiro de 2022]. Disponível em: <https://atosoficiais.com.br/anp/resolucao-n-734-2018-regulamenta-a-autorizacao-para-o-exercicio-da-atividade-de-producao-de-biocombustiveis-e-a-autorizacao-de-operacao-da-instalacao-produtora-de-biocombustiveis#:~:text=DAS%20DISPOSI%C3%87%C3%95ES%20PRELIMINARES-,Art.,da%20instala%C3%A7%C3%A3o%20produtora%20de%20biocombust%C3%ADveis>.

RIBEIRO; FREITAS; ROSA. O Uso de Energia de Biomassa no Brasil. 2014. Disponível em: <https://www.amazon.com.br/Uso-Energia-BiomassaBrasil/dp/8571933634?tag=goog0ef20&smid=AU76KAP7LRW48&ascsubtag=go_1494986073_58431735035_285514469186_pla-566080525872_c_>.

RINALDI, Roberto et al. Síntese de biodiesel: uma proposta contextualizada de experimento para laboratório de química geral. Química Nova [online]. 2007, v. 30, n. 5 [Acesso: 01 Junho 2022], pp. 1374-1380.

SILVA, Raimunda Adlany Dias, et al. "Oil Quality and Yield of Different *Carthamus Tinctorius* Cultivars: Promising Oilseeds for Biodiesel in Semi-Arid Regions." *Journal of the American Oil Chemists' Society*, vol. 98, no. 3, Feb. 2021, pp. 241–251, 10.1002/aocs.12471. Accessed 26 Jun. 2022.

SOARES, Thelma Shirlen et al. USO DA BIOMASSA FLORESTAL NA GERAÇÃO DE ENERGIA. 2010. Disponível em: <https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Repositorio/florestal1_000gapwcajw02wx5ok04xjloyd3fpu2.pdf>.

SOUZA, Cristiane Daliassi Ramos de et al. Caracterização físico-química das misturas binárias de biodiesel e diesel comercializados no Amazonas. *Acta Amazonica* [online]. 2009, v. 39, n. 2 [Acessado 17 Junho 2022] , pp. 383-387.