

ANÁLISE EXPERIMENTAL DA PRODUÇÃO DE BIODIESEL A PARTIR DO ÓLEO VEGETAL RESIDUAL POR MEIO DA IRRADIAÇÃO DE MICRO-ONDAS

Rayssa Arenhart¹
Luã Schieffelbein dos Santos²
Diego Bittencourt Machado³
Taiana Maria Deboni⁴

Resumo: O biodiesel é uma fonte renovável e biodegradável de energia, que pode ser aplicado como uma alternativa para reduzir a dependência de combustíveis derivados do petróleo. Contudo, estudos sobre o uso de matérias-primas de menor custo e a otimização do processo são muito importantes para a viabilidade do consumo e produção deste biocombustível. Este trabalho teve como objetivo analisar a eficiência da produção de biodiesel a partir de óleo vegetal residual utilizando irradiação por micro-ondas. Para isso, foi adotado um planejamento fatorial com duas variáveis de controle: a razão molar óleo:álcool e o tempo de reação, obtendo o rendimento bruto de biodiesel como resposta. As reações foram conduzidas em micro-ondas convencional, utilizando óleo de soja residual, metanol e hidróxido de potássio como catalisador. Após a reação, o biodiesel foi lavado e submetido às análises de umidade, acidez e cromatografia gasosa. O maior rendimento obtido foi de 95,17%, observado com menor tempo de aquecimento e razão molar intermediária, evidenciando que um menor tempo de processo favorece a eficiência da reação. A validação experimental do experimento com melhor desempenho, indicou a reprodutibilidade do processo. O produto final apresentou teor de umidade e índice de acidez dentro das especificações da legislação brasileira. A cromatografia gasosa confirmou a presença dos principais ésteres metílicos esperados, validando a conversão de triacilgliceróis. Assim, a irradiação por micro-ondas se mostrou uma alternativa promissora para a produção eficiente de biodiesel a partir de óleo residual, contribuindo para o aproveitamento de resíduos e redução de impactos ambientais.

Palavras-Chave: Biodiesel. Irradiação por micro-ondas. Óleo vegetal residual. Planejamento fatorial.

1 INTRODUÇÃO

O aumento da demanda energética, impulsionado pelo crescimento populacional e pela evolução tecnológica, acarreta na intensificação do consumo de combustíveis, principalmente os de origem fóssil. No entanto, de acordo com o Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel (2022), os combustíveis fósseis são os principais agentes causadores do efeito estufa, resultando em um agravamento nos problemas ambientais e de saúde pública. Além disso, estes combustíveis são provenientes de fontes não renováveis.

Para cada tonelada equivalente de petróleo (tep) disponibilizada, o Brasil

¹Acadêmica do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages; rayssa.arenhart@gmail.com

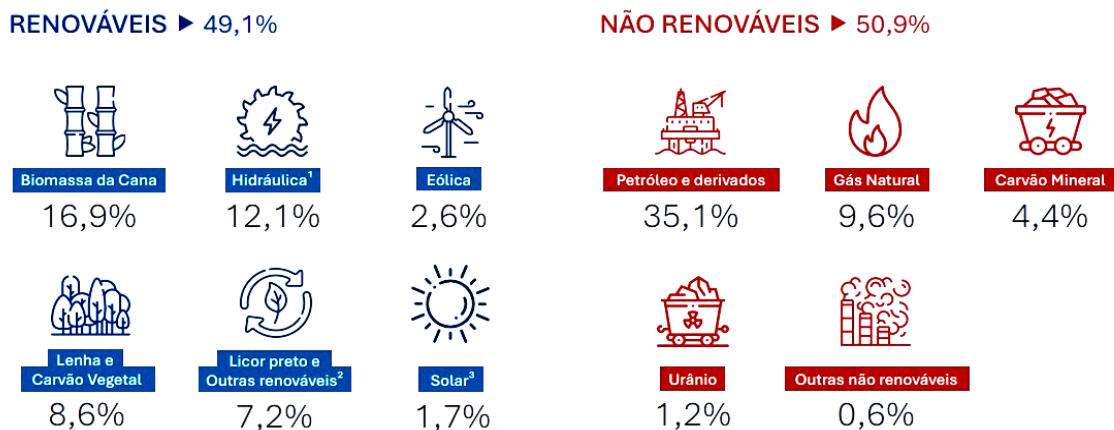
²Acadêmico do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages; luaschieffelbeinsantos@gmail.com

³Docente do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Lages; orientador; diego.machado@ifsc.edu.br

⁴Docente do curso de Engenharia Química do Instituto Federal de Santa Catarina – Câmpus Urupema; coorientadora; taiana.deboni@ifsc.edu.br

possui uma emissão de gases equivalente a 78% dos países europeus da OCDE, 69% dos Estados Unidos (EUA) e 52% da China (BEN, 2024), caracterizando uma quantia significativamente menor. No entanto, como podemos observar na Figura 1, a maior fonte de energia utilizada ainda é ofertada por petróleo e derivados.

Figura 1- Repartição da Oferta Interna de Energia (OIE) em 2023



Fonte: BEN - Balanço Energético Nacional (2024)

Diante dessa realidade, a busca pelo desenvolvimento tecnológico de fontes de energia mais sustentáveis se torna cada vez mais crucial, sobretudo com alternativas mais limpas e renováveis. A utilização de matrizes energéticas como hidroeletricidade, eólica, solar, biomassa, geotérmica, dos oceanos, que podem se renovar de forma natural (o sol, a água dos rios, marés, ondas, geotermia e ventos) ou de forma antrópica através de plantio de fontes de biomassa, utilização de dejetos de humanos e animais, pode reduzir a dependência de combustíveis derivados do petróleo (SIMIONI, 2006). O Balanço energético nacional também destaca que a partir de 2015 as fontes renováveis aumentaram sua participação na OIE (Oferta Interna de Energia), atingindo cerca de 45% em 2021 e, como mostrado na Figura 1, 49,1% em 2023.

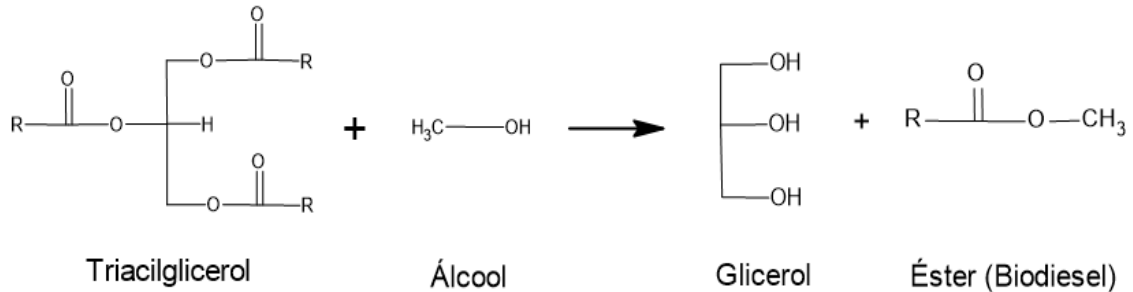
Os biocombustíveis, produzidos a partir de biomassa, vêm tendo o seu uso expandido principalmente por conta de seus benefícios ambientais, que reduzem significativamente as emissões de poluentes. Dentre eles se destaca o biodiesel, que pode ser obtido a partir de diversas matérias-primas de fontes naturais, como óleos e/ou gorduras, de origem vegetal ou animal. Desta forma, este combustível além de renovável, é biodegradável, possuindo vantagens na preservação ambiental em relação aos combustíveis derivados do petróleo (DEMIRBAS, 2009).

O biodiesel tem como função principal atuar como combustível alternativo ao diesel de origem fóssil, podendo ser utilizado em motores de ignição por compressão com pouca ou nenhuma modificação, sendo miscível com o petróleo em qualquer proporção (KNOTHE, 2006). Atualmente, o biodiesel é utilizado em misturas binárias diesel/biodiesel, ao invés do biodiesel puro, sendo designadas por acrônimos como B20, que representa a mistura de 20% de biodiesel no diesel de petróleo.

O biodiesel é produzido por uma reação química chamada de transesterificação. Nesta reação, óleos vegetais e gordura animal reagem na presença de um catalisador (usualmente uma base) com um álcool (usualmente metanol) para produzir os alquil ésteres correspondentes (KNOTHE, 2006). Como cita Oliveira (2017), esse processo é reversível e busca a redução da viscosidade dos triacilgliceróis. A reação consiste na separação de seus ácidos graxos do

glicerol, na presença de álcool, sendo este necessário para deslocar o equilíbrio da reação para a direita, como demonstra a Figura 2.

Figura 2 - Reação de transesterificação



Fonte: autores (2025)

Uma grande variedade de matérias-primas podem ser utilizadas na produção de biodiesel, incluindo a maioria dos óleos vegetais e gorduras de origem animal, assim como óleos de descarte (p.ex., óleos usados em frituras). Fatores geográficos possuem grande influência na definição da matéria-prima a ser utilizada no processo (KNOTHE, 2006). A utilização de óleo vegetal residual se configura como uma estratégia interessante na produção de biodiesel, especialmente no Brasil, onde há registros da geração de aproximadamente 5,5 bilhões de litros por mês desse resíduo, sendo apenas 5% destinado corretamente, como afirma Propeq (2021).

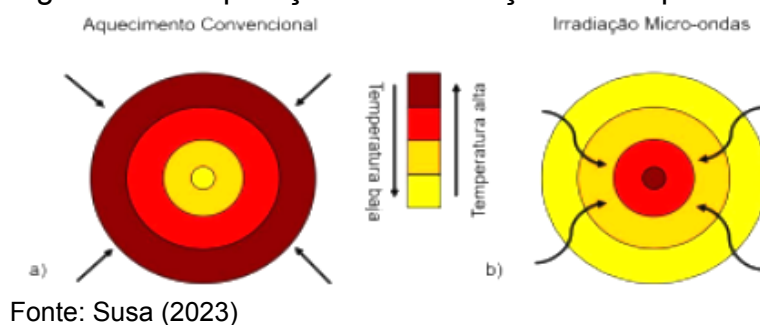
De acordo com Dib (2010), pode-se destacar três principais vantagens da utilização de óleos residuais de fritura como matéria-prima para produção de biodiesel: não requer processo de extração do óleo, economia na aquisição da matéria-prima, emprego de resíduo, evitando descarte inadequado, com prejuízo ao meio ambiente.

Motasemi e Ani (2012) e Atabani *et al.* (2012) ressaltam que o alto custo do processamento, especialmente na ocorrência de transesterificação, ainda é um obstáculo para a produção de biodiesel em larga escala. Assim, o uso de matérias-primas de menor custo e a otimização do processo são essenciais para viabilizar o consumo e a produção deste biocombustível.

Uma alternativa que vem sendo investigada para otimização da produção de biodiesel é o emprego da irradiação (SUSA, 2023; XIANG *et al.*, 2017). Benlloch-Tinoco (2023) sugere que a utilização de micro-ondas é uma alternativa eficaz para solucionar alguns problemas típicos do aquecimento em processamento convencional. Isso decorre da capacidade das micro-ondas penetrarem profundamente no material, transferindo energia e gerando calor em materiais eletricamente não condutores, o que reduz o tempo de processamento e o gradiente de temperatura no material.

Cui (2008) analisou que a energia das micro-ondas oferece algumas outras vantagens, como: ser facilmente adaptável aos sistemas automatizados, dimensões reduzidas da câmara de aplicação e facilidade na adaptação de quantidade e tipo de produto a ser utilizado. Uma comparação entre os métodos de aquecimento pode ser realizada através da Figura 3.

Figura 3 - Comparação da distribuição de temperatura



Esse método se mostra promissor para acelerar a ocorrência de transesterificação, resultando em uma redução significativa do tempo de ocorrência e síntese orgânica, além de diminuição do uso de energia. Esses avanços são particularmente relevantes para o Brasil, detentor de grandes reservas de matéria-prima, como óleos e álcool, contribuindo para a diversificação do produto. Contudo, é importante ampliar os estudos com a utilização de irradiação na produção de biodiesel utilizando diferentes matérias-primas para uma maior compreensão do processo e de sua viabilidade.

De acordo com o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (2015), as especificações para a produção de biodiesel possuem grandes semelhanças em vários países, contudo, devido às diferenças territoriais algumas particularidades são encontradas. O Brasil possui uma legislação exigente, sendo fundamental realizar análises de propriedades físico-químicas, como teor de umidade, índice de acidez e composição química para avaliar a qualidade do produto e sua possibilidade de utilização.

A metodologia do planejamento fatorial é uma ferramenta que permite prever e avaliar a influência de variáveis do processo sobre dada resposta, investigando os efeitos individuais de cada fator e determinando como a interação entre eles influencia o resultado (MONTGOMERY, 2013). Desta forma, se caracteriza como uma estratégia investigativa de interesse para otimização de processos de produção de biodiesel.

Em vista disso, o presente estudo tem o objetivo de analisar experimentalmente a produção de biodiesel a partir do óleo vegetal residual, utilizando irradiação por micro-ondas como método de aquecimento para otimizar o processo. A técnica de planejamento fatorial foi utilizada para avaliar o efeito de duas variáveis, razão molar óleo:álcool metílico (metanol) e o tempo de reação, sobre o rendimento bruto da produção de biodiesel. As características físico-químicas do biodiesel produzido também foram avaliadas e comparadas aos valores padrão nas normas nacionais.

2 METODOLOGIA

Para o desenvolvimento do estudo foram utilizadas as matérias-primas apresentadas na Tabela 1, a qual contém as informações mais relevantes dos reagentes e as condições na produção do biodiesel.

Tabela 1- Dados importantes para a produção de biodiesel

	Reagente	Massa molecular (g/mol)	Densidade (g/mL)
Óleo	Óleo de soja residual	871	0,9300
Álcool	Álcool metílico (99,85%)	32,04	0,789
Catalisador	Hidróxido de potássio (KOH)	56,11	-
Volume total da reação	200 mL	-	-
Pressão atmosférica	101.42 kPa	-	-

Fonte: autores (2025)

2.1 Planejamento fatorial

Para o estudo das condições de produção do biodiesel através da irradiação com micro-ondas, foi utilizado um delineamento composto central rotacional (2^2 incluindo 4 ensaios nas condições axiais e 3 repetições no ponto central, totalizando 11 ensaios), por permitir a avaliação de efeitos lineares, quadráticos e da interação entre os fatores, com um número reduzido de ensaios, sendo ideal para analisar duas variáveis contínuas. Os fatores estudados foram o tempo de irradiação no micro-ondas e a razão molar óleo:álcool. Os níveis utilizados para cada parâmetro avaliado no planejamento são apresentados na Tabela 2. Estes níveis foram definidos com base em estudo prévio que também empregou a irradiação na produção de biodiesel (SUSA, 2023), por utilizar as mesmas variáveis, tornando possível a comparação dos resultados. O óleo utilizado nos experimentos foi o óleo de soja residual e o álcool utilizado foi o metanol. O catalisador utilizado foi KOH na proporção de 1,5% em massa em relação ao óleo. Foi estabelecido uma potência constante de reação a 800 Watts, que representa uma temperatura de 70°C, conforme indicado por Susa (2023).

Tabela 2- Planejamento fatorial

Variáveis	Código	Níveis				
		-1,41	-1	0	1	1,41
Razão molar óleo:álcool	x_1	4,76	6	9	12	13,20
Tempo (min)	x_2	0,34	2	6	10	11,65

Fonte: autores (2025)

Para analisar os efeitos dos parâmetros estabelecidos sobre o rendimento bruto de biodiesel, assim como as interações, foi utilizado o software STATISTICA^(R) para obter uma equação, gráficos de superfície de resposta e tabelas de análise de variância (ANOVA). A validação do resultado do planejamento experimental foi realizada escolhendo uma condição de razão molar óleo:álcool e tempo dentro da faixa estudada. Este experimento foi realizado em triplicata.

2.2 Obtenção do óleo

O óleo residual utilizado foi obtido a partir do emprego de óleo de soja comercial em fritura de batatas congeladas. Na lista de ingredientes da marca comercial do óleo utilizado na fritura, continha óleo de soja e os antioxidantes terc-butil-hidroquinona e ácido cítrico. O processo de fritura foi realizado três vezes, filtrando a cada uso, conforme indicado por Firmino (2020).

2.3 Produção do biodiesel

Conforme designado pelo planejamento fatorial, foram calculados os volumes necessários de óleo e álcool para cada razão molar dos 11 ensaios e sua proporção de catalisador, apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Volumes e massa de catalisador para cada razão dos reagentes

Ensaio	Volume de óleo (mL)	Volume de metanol (mL)	Massa de catalisador (g)
1	158,78	41,22	2,38
2	131,65	68,35	1,97
3	158,78	41,22	2,38
4	131,65	68,35	1,97
5	143,95	56,05	2,16
6	143,95	56,05	2,16
7	143,95	56,05	2,16
8	165,78	34,22	2,47
9	127,20	72,80	1,91
10	143,95	56,05	2,16
11	143,95	56,05	2,16

Fonte: autores (2025)

Para garantir a segurança, todo o processo foi realizado dentro de uma capela, incluindo o uso do forno micro-ondas. A produção de biodiesel iniciou-se com o aquecimento do óleo, utilizando o micro-ondas, durante um minuto, para garantir a uniformização térmica no início do processo. Em seguida, o óleo foi misturado com uma solução de álcool e catalisador, respeitando as quantidades estabelecidas para cada ensaio do planejamento experimental. A mistura foi levada ao micro-ondas com o tempo de processo estabelecido para cada experimento. Após a reação, deixou-se a solução atingir a temperatura ambiente dentro do micro-ondas, a fim de minimizar o escape de metanol, sendo posteriormente disposta em um balão de decantação por 24 horas.

Para a purificação do biodiesel obtido foram realizadas algumas lavagens, inicialmente com 50 mL da solução aquosa de ácido clorídrico a 0,5% (v/v); em seguida, uma lavagem com 50 mL de solução saturada de NaCl e, finalmente, com 50 mL de água destilada, seguindo o método proposto por Geris *et al.* (2007). O rendimento bruto de biodiesel foi obtido pela relação de volume de produto adquirido após a purificação com o volume inicial de amostra.

2.4 Caracterização físico-química

2.4.1 Teor de água

A determinação de umidade das amostras de óleo residual e do biodiesel produzido no ensaio de validação do planejamento experimental foi efetuada em triplicata utilizando dessecação em estufa (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1985). Cerca de 5 gramas de amostra foram pesadas em um cadinho de porcelana, previamente seco em estufa, e aquecidas a 130 °C durante uma hora em estufa. Após o aquecimento, as amostras foram dispostas em dessecador até atingirem temperatura ambiente, e, então, foram pesadas novamente. O teor de umidade foi determinado através de diferença de massa.

2.4.2 Teor de ácidos graxos livres

Para determinar a acidez presente nas amostras de óleo residual e no biodiesel produzido no ensaio de validação do planejamento experimental foi utilizado o método AOCS Cd 3d-63 (AOCS, 1993). Pesou-se aproximadamente 5 gramas de produto e o diluiu em 50 mL de uma solução de álcool e éter etílico na proporção de 1:1. As amostras foram tituladas com solução padronizada de NaOH a 0,01 M, utilizando fenolftaleína como indicador. A análise de cada produto foi realizada em triplicata. O teor de ácidos graxos livres (%acidez), expresso em ácido linoléico foi determinado pela Equação 1.

$$\%acidez = \frac{C.V.MM}{m} \cdot 100 \quad (1)$$

onde:

C = Concentração padronizada de NaOH (mol/L);

V = Volume utilizado de NaOH na titulação (L);

MM = Massa molar do ácido linoléico (280,45 g/mol);

m = Massa de amostra (g).

2.4.3 Cromatografia gasosa (GC-FID)

Para identificar os ésteres metílicos no biodiesel produzido no ensaio de validação do planejamento experimental foi utilizado o método de cromatografia gasosa. O equipamento empregado foi o *Clarus 680 - PerkinElmer*^(R), com coluna capilar *NST 100-6025025* de 60 metros de comprimento, 0,25 mm de diâmetro e 0,25 µm de espessura. A temperatura da coluna foi programada inicialmente entre 50°C e 170°C, com taxa de aquecimento de 20°C por minuto até atingir 170°C, com posterior aumento até 215°C a 10°C por minuto. A metodologia foi adaptada do estudo de Marques *et al.* (2020), onde utilizou-se 5 µL de amostra (biodiesel produzido) e 245 µL de hexano como solvente, injetando 1 µL de produto.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização do óleo

A matéria- prima utilizada neste estudo foi o óleo de soja residual, coletado

após o uso em frituras de batatas congeladas, seguindo a recomendação de filtrar a cada reutilização e reaproveitar a matéria por no máximo três usos. O óleo obtido apresentou uma coloração mais escura em relação ao óleo de soja comercial, conforme observado na Figura 4, indicando o grau de alteração resultante do uso prévio.

Figura 4- Óleo vegetal residual versus comercial



Fonte: autores (2025) e CDI Foodservice (2019)

Além da análise visual, foram realizadas determinações de umidade e acidez para avaliar a qualidade do óleo antes da transesterificação. Ressalta-se que duas amostras de óleos residuais foram obtidas, sendo a primeira empregada nos ensaios do planejamento experimental e a segunda nos ensaios de validação do planejamento experimental. A Tabela 4 apresenta os valores obtidos para o teor de umidade.

Tabela 4- Teor de umidade do óleo

	Óleo residual (1ª amostra)	Óleo residual (2ª amostra)
Umidade (%)	0,32±0,02	0,02±0,01

Fonte: autores (2025)

Os valores encontrados no óleo residual deste estudo estão próximos da faixa de umidade relatada por Martinelli, Souza e Silva (2022), que analisaram óleos residuais de fritura ao longo de seis meses e encontraram valores entre 0,1% e 0,4%, demonstrando que a matéria prima utilizada segue um perfil típico de umidade de óleo residual.

O teor de ácidos graxos livres das amostras de óleo residual utilizadas neste estudo são mostrados na Tabela 5. O valor encontrado é menor que o obtido por Martinelli, Souza e Silva (2022), que reportaram acidez entre 0,3% e 3,2% para amostras de óleo residual. Isso pode estar relacionado ao número de ciclos de fritura, tempo de exposição ao calor ou condições de armazenamento mais adequadas, fatores que impactam diretamente na formação de ácidos graxos livres.

Tabela 5- Teor de acidez do óleo

	Óleo residual (1ª amostra)	Óleo residual (2ª amostra)
Acidez (%)	0,15±0,02	0,113±0,003

Fonte: autores (2025)

Vale ressaltar que, de acordo com Gerpen (2005), até um teor de 5 % de ácidos graxos livres na matéria-prima a produção de biodiesel ainda pode ser realizada com catalisador básico, sendo que acima deste valor, a produção de sabão com este processo inibe a separação dos ésteres metílicos e glicerol.

3.2 Planejamento experimental

A produção de biodiesel a partir de óleo vegetal residual utilizando irradiação de micro-ondas foi avaliada por meio de um planejamento fatorial 2^2 , com ponto central e pontos axiais, totalizando 11 ensaios experimentais. Na Tabela 6 são apresentados para cada ensaio, as condições utilizadas das variáveis independentes, a razão molar óleo:álcool (x_1) e o tempo de aquecimento no micro-ondas (x_2), e a variável resposta (dependente), o rendimento bruto de biodiesel.

Tabela 6- Rendimento bruto de biodiesel para cada condição das variáveis estudadas

Ensaio	Razão molar	Tempo (min)	x_1	x_2	Rendimento (%)
1	1:6	2	-1	-1	43,46
2	1:12	2	1	-1	94,95
3	1:6	10	-1	1	38,42
4	1:12	10	1	1	32,66
5	1:9	6	0	0	58,35
6	1:9	6	0	0	54,18
7	1:9	6	0	0	56,27
8	1:4,76	6	-1,41	0	89,27
9	1:13,20	6	1,41	0	95,12
10	1:9	0,34	0	-1,41	95,17
11	1:9	11,65	0	1,41	27,09

Fonte: autores (2025)

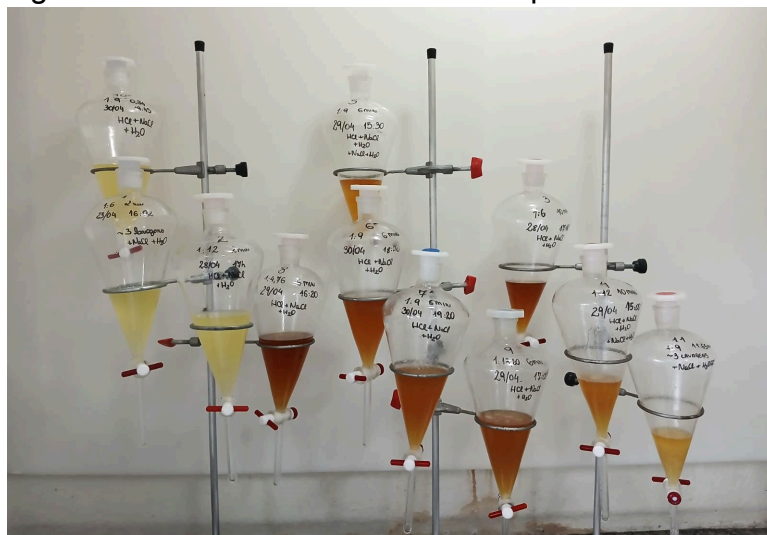
Pode-se observar uma grande variação da variável resposta em decorrência das condições utilizadas em cada ensaio. Porém, foi possível obter um alto rendimento bruto de biodiesel utilizando óleo residual e irradiação por micro-ondas. Observou-se rendimentos inclusive um pouco maiores que os encontrados por Xiang e Wang (2017) na transesterificação do óleo de cozinha residual, utilizando irradiação por micro-ondas, mas aplicando catalisador heterogêneo. Por sua vez, os rendimentos máximos encontrados neste trabalho foram um pouco menores que os encontrados por Susa (2023) na transesterificação de óleo de soja refinado, utilizando irradiação micro-ondas e catalisador homogêneo básico (rendimento de 100,70 % com razão molar 1:12 e tempo de transesterificação 0,34 min). Porém, considerando a maior complexibilidade da matéria-prima empregada neste trabalho,

pode-se considerar que é possível obter bons desempenhos de reação, dependendo das condições utilizadas no processo.

Também foi possível observar que os maiores rendimentos estão relacionados com os menores valores de tempo de processo. Resultado semelhante também foi observado no estudo de Susa (2023), indicando que independentemente da complexidade da matéria-prima (óleo de soja residual ou refinado), o emprego da irradiação deve ocorrer em baixo intervalo de tempo. Devaraj *et al.* (2020) produziram biodiesel a partir de óleo de fritura usado, sob as condições de 75 °C, 1% em massa de catalisador, razão molar óleo:metanol de 1:6, agitação a 350 rpm e tempo de reação de 90 minutos, obtendo um máximo de 97% de rendimento de biodiesel, em escala laboratorial e em planta piloto, reforçando a eficiência do aquecimento via micro-ondas. Uma percepção visual também corrobora esta interpretação. Observa-se na Figura 5 a intensidade da variação de coloração das amostras de biodiesel produzidas nos diferentes tempos de irradiação. Os produtos obtidos com aplicação de tempos menores apresentaram uma tonalidade mais clara e homogênea, característica de um processo mais eficiente e com menos impurezas. Por outro lado, aqueles obtidos com tempos de irradiação maiores apresentam uma coloração mais escura. Assim, além do rendimento, a qualidade do biodiesel também pareceu ser influenciada pelo tempo.

Isto pode estar relacionado às reações de degradação ou formação de subprodutos indesejados. Outro fator a ser considerado é uma possível evaporação do solvente com a utilização de tempos maiores de processo. Contudo, mesmo com sistema de recuperação de solvente, Susa (2023) também observou o mesmo efeito da variável tempo. De fato, a obtenção de maiores rendimentos de biodiesel com baixo tempo de processo, torna mais interessante o emprego da irradiação por micro-ondas, pois evita a espera de longos períodos de reação e pode diminuir custos para o processo.

Figura 5- Biodieseis obtidos com tempo em ordem crescente



Fonte: autores (2025)

A razão molar óleo:metanol não demonstrou uma influência tão clara sobre o rendimento de biodiesel. Sabe-se que maiores quantidades de metanol podem deslocar o equilíbrio da reação para a formação do produto. Mas considerando a complexidade da matéria-prima, que também possui ácidos graxos livres e umidade, além das limitações do sistema de reação utilizado, outros fatores podem ter afetado

a reação e purificação do produto. Desta forma, conhecendo-se a viabilidade do processo e influência do tempo, novos estudos podem ser conduzidos para maiores investigações sobre a influência dos componentes do óleo residual e controle do processo reacional.

Através da análise estatística pode-se confirmar o observado anteriormente e comparar os resultados experimentais com os previstos matematicamente. A Tabela 7 mostra os coeficientes de regressão do modelo obtido através do ajuste aos dados experimentais, que indica a relação entre as variáveis.

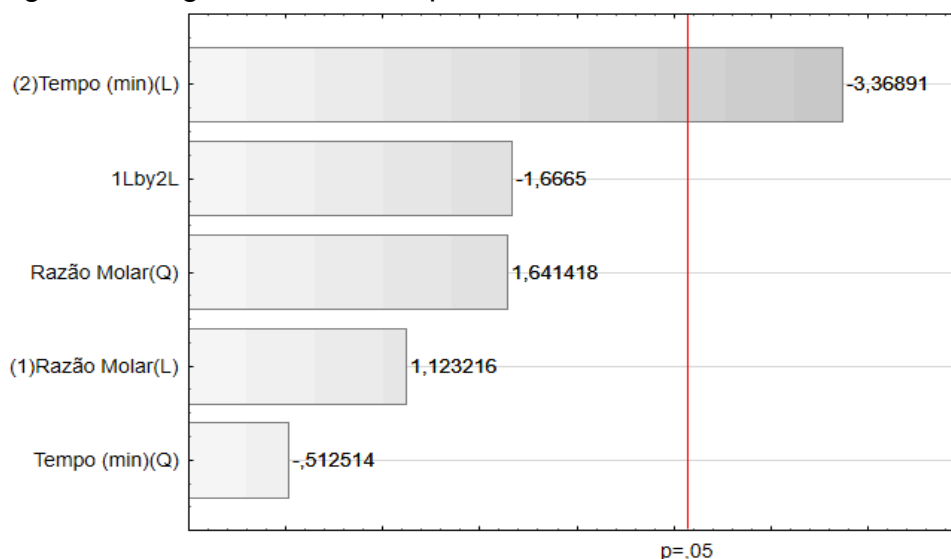
Tabela 7 - Coeficientes de regressão do modelo obtido para rendimento

Fatores	Coeficientes de regressão	Erro Padrão	t(5)	p-valor	Estimativa por intervalo (95%)	
					Limite inferior	Limite superior
Média	56,31	9,92	5,68	0,0024	30,82	81,80
Razão Molar (L)	13,68	12,18	1,12	0,3124	-17,63	44,99
Razão Molar (Q)	23,92	14,57	1,64	0,1616	-13,54	61,37
Tempo (L)	-40,92	12,15	-3,37	0,0199	-72,15	-9,70
Tempo (Q)	-7,41	14,45	-0,51	0,6301	-44,56	29,74
Relação de fatores	-28,62	17,18	-1,67	0,1565	-72,78	15,53

Fonte: autores (2025)

Pode-se observar que o tempo foi um parâmetro significativo, a 95% de confiança, sobre a resposta de rendimento do biodiesel, sendo o termo linear desta variável aquele com maior significância, além de possuir uma característica negativa nos coeficientes de regressão, mostrando uma relação inversa com a variável de resposta. Isto pode ser melhor visualizado através do diagrama de Pareto mostrado na Figura 6.

Figura 6- Diagrama de Pareto para o rendimento de biodiesel



Fonte: autores (2025)

A análise de variância (ANOVA), que permite avaliar o grau de confiabilidade do modelo, é mostrada na Tabela 8. A regressão foi significativa considerando $p < 0,1$.

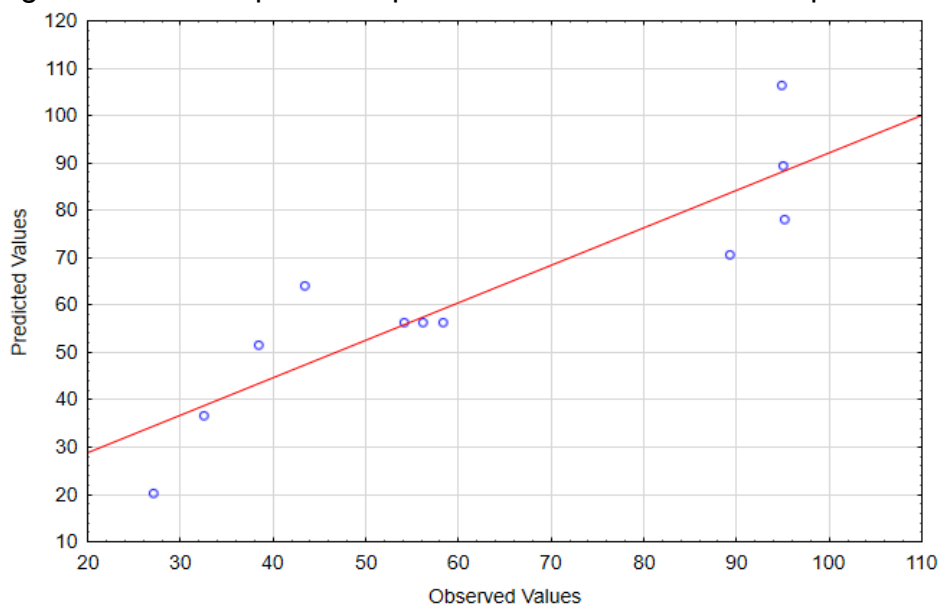
Tabela 8 - Tabela ANOVA

Fontes de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	Fcal	Valor p
Regressão	5637,15	5	1127,43	3,82	0,0838
Resíduos	1475,2	5	295,04	-	-
Total	7112,35	10	-	-	-

Fonte: autores (2025)

Na Figura 7 pode-se observar a relação entre os valores obtidos experimentalmente e os previstos pelo modelo. A dispersão dos dados em relação ao valor previsto pelo modelo pode ser observada através do distanciamento dos pontos experimentais com a linha contínua.

Figura 7 - Valores previstos pelo modelo e observados experimentalmente



Fonte: autores (2025)

O modelo a partir das variáveis codificadas resultante do planejamento experimental é mostrado na Equação 2

$$z = 101,38 - 14,48x_1 + 1,33x_1^2 + 8,40x_2 - 0,23x_2^2 - 1,17x_1x_2 \quad (2)$$

Onde:

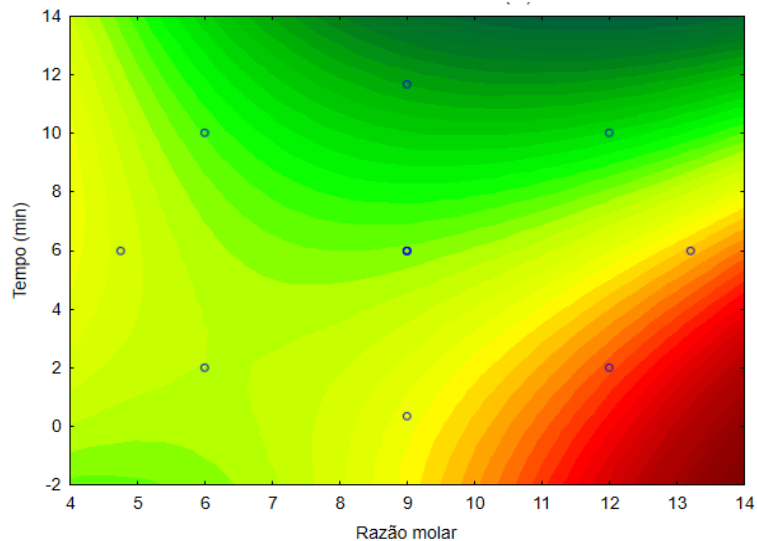
x_1 : Razão molar;

x_2 : Tempo de irradiação.

A superfície de resposta e a curva de nível obtidas através do modelo,

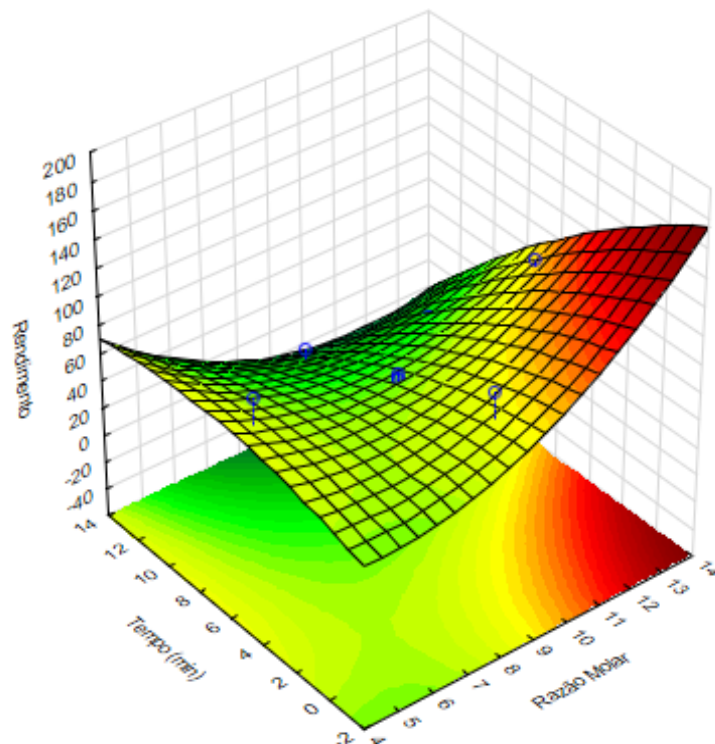
codificado são mostradas nas Figuras 8 e 9. Pode-se observar o efeito das variáveis tempo e razão molar no rendimento do biodiesel estudado no planejamento. A limitação no ajuste do modelo evidenciada pelo coeficiente de determinação ($R^2 = 0,793$), pode ser resultante da dificuldade de estabelecimento do efeito da razão molar óleo:metanol. Considerando a complexidade da matéria-prima utilizada, o efeito desta variável poderá ser melhor investigado considerando também o enfoque nos componentes presentes, como acidez e umidade. Porém, a forte influência do tempo de processo pode ser observada na prática e estatisticamente.

Figura 8 - Curva de nível para o rendimento de biodiesel



Fonte: autores (2025)

Figura 9 - Superfície de resposta para o efeito da razão molar e tempo de irradiação sobre o rendimento obtido



Fonte: autores (2025)

3.3 Validação do planejamento experimental

A partir dos resultados obtidos nos ensaios do planejamento fatorial, foi identificado que o ensaio 10 apresentou o maior rendimento de biodiesel, atingindo 95,17%. Esse desempenho ocorreu sob condições de tempo mínimo de irradiação (0,34 minutos) e razão molar óleo:álcool intermediária (1:9). Diante desse resultado, esse ponto foi submetido à validação experimental, a fim de confirmar a eficiência do processo por meio de testes de repetibilidade.

Para isso, foram realizados três experimentos independentes (em triplicata), mantendo exatamente as mesmas condições de tempo e razão molar. Os rendimentos obtidos nesses testes foram de 91,00%, 96,56% e 93,09%, sendo a média dos valores obtidos de $93,55\% \pm 2,81$, indicando boa reprodutibilidade e variação aceitável dentro de um processo experimental com reagentes residuais.

Vale ressaltar que o óleo residual empregado nestes ensaios foi proveniente de uma amostra diferente de óleo residual (amostra 2 nas Tabelas 4 e 5), para assim avaliar o comportamento do rendimento com novo lote de matéria-prima. Ainda assim, destaca-se que mesmo utilizando diferentes amostras de óleo residual, o rendimento do processo não diverge muito do obtido no planejamento experimental, demonstrando a coerência com as observações realizadas.

3.4 Caracterização do biodiesel

As análises de índice de acidez, teor de umidade e cromatografia gasosa (GC-FID) foram realizadas para o produto obtido nos ensaios de validação experimental sob as condições do menor tempo de irradiação e a razão molar intermediária, representando a condição obtida com maior eficiência na obtenção do biodiesel.

3.4.1 Índice de umidade

De acordo com Castro e Costa (2012), a umidade em amostras de biodiesel e outros óleos se deve a característica higroscópica, e o alto teor de água pode causar diversos problemas como o mau funcionamento de máquinas, superaquecimento e corrosão, e que para não se tornar um transtorno em motores, deve-se manter dentro das especificações da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP). De acordo com a Resolução ANP nº 920/2023 a umidade no biodiesel não deve ultrapassar a 0,05% .

O biodiesel obtido neste estudo apresentou um teor de água de $0,03\% \pm 0,01$, ficando, portanto, abaixo do valor limite estabelecido pela legislação, reforçando a eficácia da metodologia empregada.

3.4.2 Índice de acidez

O teor de ácidos graxos livres presentes no biodiesel, produzido com razão molar óleo:metanol de 1:9 e 0,34 min, foi de $0,20\% \pm 0,01$.

A acidez do biodiesel produzido foi inicialmente determinada em teor de ácidos graxos livres, expresso em ácido linoléico. Para fins de comparação com a Resolução ANP nº 45/2014 da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e

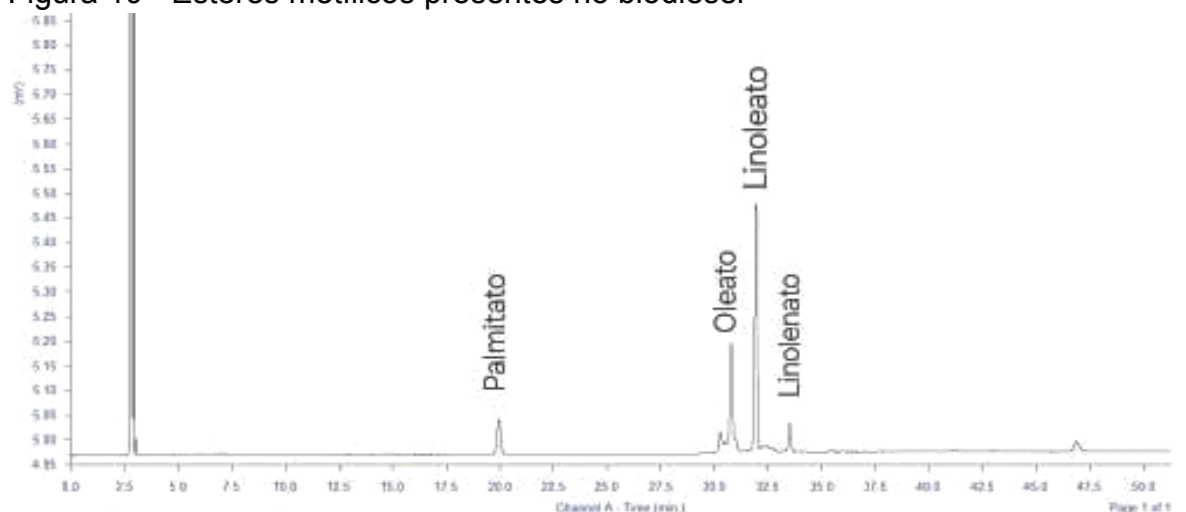
Biocombustíveis (ANP), os resultados foram convertidos para mg de KOH por grama de biodiesel (mg KOH/g). A conversão apresentou um índice de acidez de aproximadamente 0,40 mg KOH/g, indicando um valor abaixo do limite máximo estabelecido pela ANP, que é de 0,5 mg KOH/g,

Esse resultado demonstra que a metodologia aplicada foi capaz de produzir um biodiesel que atende aos critérios de qualidade relacionados à acidez.

3.4.3 Cromatografia gasosa

A análise de cromatografia gasosa com detector de ionização de chama foi utilizada para identificar os ésteres metílicos presentes no biodiesel obtido. Conforme apresentado na Figura 10, foram detectados os principais ésteres metílicos característicos de biodiesel produzido a partir de óleo de soja, sendo eles: palmitato (C16:0), oleato (C18:1), linoleato (C18:2) e linolenato (C18:3).

Figura 10 - Ésteres metílicos presentes no biodiesel



Fonte: autores (2025)

A presença desses ésteres indica que a reação de transesterificação ocorreu de forma satisfatória, assegurando a conversão de triacilgliceróis presentes no óleo residual em ésteres metílicos. Esse resultado reforça a viabilidade do uso de óleo vegetal residual na produção de biodiesel por irradiação de micro-ondas, além de validar a eficiência da metodologia empregada. O perfil cromatográfico obtido é consistente com o estudado por Marques *et al.* (2020).

4 CONCLUSÕES

Por meio do planejamento fatorial 2^2 , identificou-se a viabilidade da utilização de óleo residual com irradiação para produção de biodiesel, sendo que tempos de reação menores proporcionam maiores rendimentos de produção de biodiesel. O rendimento máximo obtido foi de 95,17%, e a validação experimental do ensaio com melhor desempenho apresentou uma média de $93,55\% \pm 2,81\%$, evidenciando boa reprodutibilidade do processo.

As análises de caracterização do biodiesel produzido em relação ao teor de umidade e índice de acidez confirmaram que o produto atende aos parâmetros de qualidade estabelecidos pela ANP. A conversão de triacilgliceróis em ésteres metílicos pode ser verificada por cromatografia gasosa.

Dessa forma, a aplicação da tecnologia de micro-ondas em processos de transesterificação se apresenta como uma alternativa promissora, inclusive empregando óleos residuais. Recomenda-se, para estudos futuros, uma investigação mais aprofundada sobre as influências de componentes do óleo residual no rendimento de biodiesel e emprego de novas matérias-primas residuais, bem como a ampliação da escala do processo visando a avaliação de viabilidade econômica e operacional em contextos industriais.

REFERÊNCIAS

AOCS Cd 3d-63. **Acid value**. Sampling and analysis of commercial fats and oils. Urbana, IL, EUA, 2017.

ATABANI, A. E.; SILITONGA, A. S.; BADRUDDIN, I. A.; MAHLIA, T. M. I.; MASJUKI, H. H.; MEKHILEF, S. A comprehensive review on biodiesel as an alternative energy resource and its characteristics. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 16, p. 2070-2093, 2012.

BEN. **Balanco Energético Nacional**. [S. l.], 2024. Disponível em: <https://www.epe.gov.br/pt/publicacoes-dados-abertos/publicacoes/balanco-energetico-nacional-ben>. Acesso em: 29 jan. 2025

BENLLOCH-TINOCO, M. Comparison of microwaves and conventional thermal treatment on enzymes activity and antioxidant capacity of kiwifruit puree. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 19, p. 166–172, 2013.

CASTRO, R. A. B.; COSTA, O. S. Estudo comparativo entre viscosidades e teores de umidade e enxofre de biodiesel de soja. **Processos Químicos**, Goiânia, v. 6, n. 11, p. 80-84, dez. 2012.

CDI Food Service. **Óleo de soja Soya Pet, caixa com 20 unidades de 900 mL**. São Paulo: CDI Barra FoodService, 2025. Disponível em: <https://sp.cdifoodservice.com.br/produto/oleo-soja-20x900ml/>. Acesso em: 16 jul. 2025.

CUI, Z. Preparation of dry honey by microwave–vacuum drying. **Journal of Food Engineering**, v. 84, p. 582–590, 2008.

DEMIRBAS, A. Progress and recent trends in biodiesel fuels. **Energy Conversion and Management**, v. 50, p. 14-34, 2009.

DEVARAJ, K.; MANI, Y.; RAWOOF, S. A. A.; THANARASU, A.; DHANASEKARAN, A.; SUBRAMANIAN, S. Feasibility of biodiesel production from waste cooking oil: lab-scale to pilot-scale analysis. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 27, n. 20, p. 25828–25835, 2020.

DIB, F. H. **Produção de biodiesel a partir de óleo residual reciclado e realização de testes comparativos com outros tipos de biodiesel e proporções de mistura em um moto-gerador**. 2010. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira/SP, 2010.

FIRMINO, C. **Posso reutilizar o óleo de frituras de imersão?** Disponível em:

<<https://www.uol.com.br/vivabem/noticias/redacao/2020/08/04/posso-reutilizar-o-oleo-de-frituras-de-imersao.htm?cmpid=copiaecola>>. Acesso em: 8 jun. 2025.

GERIS, R.; SANTOS, N. A. C. dos; AMARAL, B. A.; MAIA, I. de S.; CASTRO, V. D.; CARVALHO, J. R. M. Biodiesel de soja: reação de transesterificação para aulas práticas de química orgânica. **Química Nova**, [S.L.], v. 30, n. 5, p. 1369-1373, out. 2007.

GERPEN, J. V. Biodiesel processing and production. **Fuel Processing Technology**, v. 86, p. 1097– 1107, 2005.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. São Paulo: O Instituto, 1985.

KNOTHE, G. **Manual de biodiesel**. São Paulo: Editora Blucher, 2006.

MAPA. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Usos de biodiesel no Brasil e no mundo**. Brasília: Mapa/ACE, 2015.

MARQUES, M. da S.; CECCATO, V. C.; VON, M. G.; VERONEZI, C. M.; PEDRO, M. A. M.; BOSCOLO, M.; LISBOA, D. C. de O.; MARTINS, G. O. Síntese de biodiesel a partir de óleo de soja residual. **Revista Científica Unilago**, [S. l.], v. 1, n. 1, 2022.

MARTINELLI, C.; SOUZA, S. B. da S. de S.; SILVA, C. da. Caracterização do óleo residual de fritura no município de cruzeiro do oeste – PR. **Revista Gestão & Sustentabilidade Ambiental**, [S. l.], v. 11, p. 88–103, 2022. DOI: 10.19177/rgsa.v11e0202288-103.

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. 8. ed. Tempe: John Wiley & Sons, Inc., 2013. 757 p.

MOTASEMI, F.; ANI, F. N. A review on microwave-assisted production of biodiesel. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 16, p. 4719-4733, 2012.

OLIVEIRA, J. D. C. de. **Produção de biodiesel a partir de diferentes fontes de óleos**. 2020. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2020.

PNPB. **Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel**. [S. l.], 2022. Disponível em: <https://www.gov.br/mme/pt-br/assuntos/secretarias/petroleo-gas-natural-e-biocombustiveis/biodiesel/pnpb/meio-ambiente>. Acesso em: 10 dez. 2024.

PROPEQ. **Descubra como produzir biodiesel a partir de óleo de fritura**. 2021. Disponível em: <https://propeq.com/biodiesel-a-partir-de-oleo-de-fritura/>. Acesso em: 10 dez. 2024.

SIMIONI, C. A. **O uso de energia renovável sustentável na matriz energética brasileira: obstáculos para o planejamento e ampliação de políticas sustentáveis**. 2006. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná. Curitiba/PR, 2006.

SUSA, D. A. H. **Avaliação experimental da produção do biodiesel do óleo de soja pela metodologia de radiação por micro-ondas**. 2023. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia/Mg, 2023.

XIANG, Y.; XIANG, Y.; WANG, L. Microwave radiation improves biodiesel yields from waste cooking oil in the presence of modified coal fly ash. **Journal of Taibah University for Science**, Amsterdam, v. 11, n. 6, p. 1019–1029, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jtusci.2017.05.006>. Acesso em: 17 jun. 2025.