

**Otimização da desacidificação do óleo de soja utilizado para produção de biodiesel no  
Tocantins**

**Optimization of desacidification of soybean oil used for biodiesel production in  
Tocantins**

**Optimización de la desacidificación del aceite de soja utilizado para la producción de  
biodiesel en Tocantins**

Recebido: 19/08/2020 | Revisado: 29/08/2020 | Aceito: 31/08/2020 | Publicado: 01/09/2020

**Aynaran Oliveira de Aguiar**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3596-0699>

Universidade Federal do Tocantins, Brasil

E-mail: [aynaranaquiar@gmail.com](mailto:aynaranaquiar@gmail.com)

**Camila Mariane da Silva Soares**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6194-5126>

Universidade Federal do Tocantins, Brasil

E-mail: [camisoares@gmail.com](mailto:camisoares@gmail.com)

**Andreia Ibiapina**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2523-9555>

Universidade Federal do Tocantins, Brasil

E-mail: [ibiapinaandrea@gmail.com](mailto:ibiapinaandrea@gmail.com)

**Eduardo Henrique Santos Guedes**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3189-9576>

Universidade Federal do Tocantins, Brasil

E-mail: [edu3-d@hotmail.com](mailto:edu3-d@hotmail.com)

**Luara de Jesus Almeida**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0044-9994>

Universidade Federal do Tocantins, Brasil

E-mail: [luu-almeida@hotmail.com](mailto:luu-almeida@hotmail.com)

**Joenes Mucci Peluzio**

ORCID: <httpS://orcid.org/0000-0002-9336-2072>

Universidade Federal do Tocantins, Brasil

E-mail: [joenesp@mail.uft.edu.br](mailto:joenesp@mail.uft.edu.br)

**Glendara Aparecida de Souza Martins**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3813-1028>

Universidade Federal do Tocantins, Brasil

E-mail: [glendarasouza@mail.uft.edu.br](mailto:glendarasouza@mail.uft.edu.br)

## **Resumo**

A soja é a principal matéria-prima para a produção do óleo utilizado na alimentação humana, e na conversão ao biodiesel. Para a produção de biodiesel, uma importante operação prévia é a desacidificação do óleo através da remoção de ácidos graxos livres. Um dos métodos mais vantajosos para a promoção da desacidificação é a extração líquido-líquido realizada à temperatura ambiente e pressão atmosférica. Objetivou-se com este estudo promover a otimização do processo de desacidificação. Foram realizadas análises de peróxido e saponificação, densidade, viscosidade, índice de refração e teor de água na matéria-prima coletada em uma indústria de biodiesel do estado. A desacidificação foi realizada em delineamento fatorial  $2^3$  para avaliar o efeito do teor de água, da mistura do óleo/solvente, e da temperatura sobre o percentual de remoção de ácidos graxos livres e coeficiente de partição. Observou-se que o óleo de soja analisado atende aos padrões de qualidade estabelecidos pela legislação, e o teor de água foi a variável mais influente no processo de desacidificação, reduzindo a capacidade de extração do solvente. Este estudo se tratou de uma pesquisa experimental e laboratorial de natureza quantitativa, onde as condições do ensaio foram controladas utilizando planejamento fatorial de  $2^3$ . Concluindo com os resultados que a porcentagem de água foi uma variável influente inversamente, onde em menores porcentagens conseguiu-se extrair maiores quantidades de ácidos graxos livres, objetivando uma extração mais eficaz.

**Palavras-chave:** Extração líquido-líquido; Delineamento fatorial; Solvente.

## **Abstract**

Soybeans are the main raw material for the production of oil used in human food, and the conversion to biodiesel. For biodiesel production, an important prior operation is the deacidification of the oil through the removal of free fatty acids. One of the most advantageous methods for the promotion of deacidification is the liquid-liquid extraction carried out at ambient temperature and atmospheric pressure. The objective of this study was to promote the optimization of the deacidification process. Analysis of peroxide and saponification, density, viscosity, refractive index and water content in the raw material

collected in the biodiesel industries of the state was performed. The deacidification was carried out in a  $2^3$  factorial design to evaluate the effect of water content, oil / solvent ratio, and temperature on the percentage of free fatty acid removal and partition coefficient. It was observed that the soybean oil analyzed meets the quality standards established by the legislation, and water content was the most influential variable in the deacidification process, reducing the extraction capacity of the solvent. This study was an experimental and laboratory research of a quantitative nature, where the test conditions were controlled using a factorial design of  $2^3$ . Concluding with the results that the percentage of water was an inversely influential variable, where in smaller percentages it was possible to extract greater amounts of free fatty acids, aiming at a more efficient extraction.

**Keywords:** Liquid-liquid extraction; Factorial design; Solvent.

### Resumen

La soja es la principal materia prima para la producción de aceite que se utiliza para el consumo humano y para su conversión en biodiesel. Para la producción de biodiésel, una operación previa importante es la desacidificación del aceite mediante la eliminación de los ácidos grasos libres. Uno de los métodos más ventajosos para promover la desacidificación es la extracción líquido-líquido realizada a temperatura ambiente y presión atmosférica. El objetivo de este estudio fue promover la optimización del proceso de desacidificación. Se realizaron análisis de peróxido y saponificación, densidad, viscosidad, índice de refracción y contenido de agua sobre la materia prima recolectada en una industria de biodiesel en el estado. La desacidificación se llevó a cabo en un diseño factorial  $2^3$  para evaluar el efecto del contenido de agua, la mezcla de aceite / disolvente y la temperatura sobre el porcentaje de eliminación de ácidos grasos libres y el coeficiente de reparto. Se observó que el aceite de soja analizado cumple con los estándares de calidad establecidos por la legislación, y el contenido de agua fue la variable más influyente en el proceso de desacidificación, reduciendo la capacidad de extracción por solventes. El presente estudio fue una investigación experimental y de laboratorio de carácter cuantitativo, donde se controlaron las condiciones de la prueba mediante un diseño factorial de  $2^3$ . Concluyendo con los resultados que el porcentaje de agua fue una variable inversamente influyente, donde en menores porcentajes se pudo extraer mayores cantidades de ácidos grasos libres, con el objetivo de una extracción más eficiente.

**Palabras clave:** Extracción líquido-líquido; Diseño factorial; Solvente.

## 1. Introdução

Vivencia-se um momento no qual a preocupação mundial está voltada para as mudanças climáticas e suas consequências adversas, levando os Governos, Organizações, Agências e outras instituições a buscarem alternativas que possibilitem a minimização de tais consequências (Garbin & Henkes, 2018). A produção e uso do biodiesel cresceram imensamente ao redor do mundo, e hoje é considerada uma das principais alternativas ao uso de combustíveis derivados de fontes não renováveis (Ramos et al., 2017).

O biodiesel é um biocombustível produzido a partir de glicerídeos graxos de origem vegetal ou animal (Mancini et al., 2017). Deste modo diversas matérias-primas de origem vegetal vêm sendo estudadas e empregadas na produção do biodiesel. Atualmente 78% do biodiesel produzido no Brasil vêm do óleo de soja, 19% da gordura bovina, 2% do óleo de algodão e 0,9% de outros óleos (Mancini et al., 2017).

Apesar de possuir baixa capacidade de armazenamento de óleo quando comparada a outros cultivares, a soja se tornou a matéria-prima mais utilizada na produção de biodiesel, devido a sua disponibilidade de cultivo em larga escala (Ramos et al., 2017).

O Brasil apresenta grande importância quando se trata de exportação e produção de soja no mundo. Com ainda cerca de 100 milhões de hectares aptos à expansão, seu plantio cresce nos países do Mercosul – Brasil, Argentina, Paraguai e Uruguai – assim como a presença de grandes empresas multinacionais nos segmentos de comercialização e industrialização, que se estende em áreas de produção de sementes e financiamentos da produção do grão (Domingues et al., 2017).

Um fator importante na produção de biodiesel é o refino do óleo, que visa separar substâncias indesejáveis dos óleos brutos, as quais podem afetar a qualidade do mesmo. A remoção dos ácidos graxos livres (neutralização) é a principal etapa do processo de refino, que abrange também a degomagem e a clarificação do óleo bruto (Da Silva et al., 2014). A neutralização pode ser realizada através da extração líquido-líquido com uso de solventes, um método vantajoso, levando em consideração a redução da perda de óleo neutro devido à utilização de condições mais brandas como temperatura ambiente e pressão atmosférica, o que torna o produto mais viável para o mercado (Rezende et al., 2016).

Além das características químicas e físicas inerentes ao óleo a ser utilizado como matéria-prima para produção de biodiesel, alguns pesquisadores como Sastry & Murthy (2012) e Andrade et al. (2012) destacam que o volume de óleo vegetal produzido mundialmente dever ser considerado para avaliação da adequação à produção de

biocombustíveis. Assim, os autores afirmam que o óleo de soja é o candidato mais adequado para utilização na indústria química e para conversão para aplicação em motores, por ser barato e disponível em grandes quantidades, e possuir bom rendimento energético por hectare.

Objetivou-se com este trabalho otimizar o processo de desacidificação do óleo bruto de soja para produção de biodiesel.

## **2. Metodologia**

Esta pesquisa se trata de um experimento laboratorial de natureza quantitativa, onde a pesquisa foi formulada e tratada conforme descrito por Pereira et al., (2018). Os experimentos foram conduzidos no laboratório de Cinética e modelagem de processos da Universidade Federal do Tocantins (UFT) localizado no campus de Palmas.

### **2.1 Coleta e Caracterização do óleo bruto**

Duas amostras de óleo foram coletadas junto a Granol, uma empresa processadora de biodiesel no Tocantins, mas por terem a mesma procedência, fundiram-se em uma única amostra. Posteriormente, foram acondicionadas e encaminhadas ao Laboratório de Cinética e Modelagem de Processos da Universidade Federal do Tocantins (LACIMP – UFT).

As análises realizadas no óleo de soja bruto foram realizadas de acordo com metodologias descritas pela Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 1990), pelo Instituto Adolfo Lutz (2008) e pela American Oil chemists' society (AOCS, 2009): índice de acidez, iodo, peróxido e saponificação, densidade, viscosidade, índice de refração, e teor de água. A composição de ácidos graxos (AG) do óleo foi realizada através da esterificação do óleo pelo método de Hartman & Lago (1973).

Nessa etapa foi utilizado um planejamento fatorial  $2^3$  completo (níveis  $\pm 1$ ) com adição de 3 pontos centrais (nível 0), totalizando 17 ensaios (Quadro 1). Como solvente extrator utilizou-se o etanol, avaliando o efeito dado teor de água ( $X_1$ ), da mistura óleo/solvente ( $X_2$ ) e da temperatura ( $X_3$ ) (variáveis independentes), sobre o percentual de remoção de ácidos graxos livres e o coeficiente de partição (variáveis respostas).

**Quadro 1.** Delineamento experimental para os ensaios de desacidificação do óleo de soja.

Ensaio	Variáveis Codificadas			Variáveis Reais		
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>1</sub> (%)	X <sub>2</sub> (°C)	X <sub>3</sub> (v/v)
1	-1	-1	-1	8,1	25,0	40/60
2	+1	-1	-1	30,0	25,0	40/60
3	-1	+1	-1	8,1	40,0	40/60
4	+1	+1	-1	30,0	40,0	40/60
5	-1	-1	+1	8,1	25,0	60/40
6	+1	-1	+1	30,0	25,0	60/40
7	-1	+1	+1	8,1	40,0	60/40
8	+1	+1	+1	30,0	40,0	60/40
9	-1,68	0	0	0,0	32,5	50/50
10	+1,68	0	0	36,8	32,5	50/50
11	0	-1,68	0	20,0	19,9	50/50
12	0	+1,68	0	20,0	45,1	50/50
13	0	0	-1,68	20,0	32,5	40/93
14	0	0	+1,68	20,0	32,5	70/38
15	0	0	0	20,0	32,5	50/50
16	0	0	0	20,0	32,5	50/50
17	0	0	0	20,0	32,5	50/50

Fonte: elaborada pelos autores (2020).

## 2.2 Determinação dos Ácidos Graxos Livres

A determinação ocorreu em uma solução de óleo em etanol, por titulação com solução de hidróxido de sódio e utilizando-se fenolftaleína como indicador, segundo as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008).

O percentual de ácidos graxos livres foi calculado com base no peso molecular do ácido predominante utilizando a Equação 1.

$$AGL (\% \text{ massa}) = \frac{PM_{\text{ácido}} \times N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times f}{m_{\text{amostra}} \times 10} \quad (1)$$

Em que:

AGL - Ácidos graxos livres

PM<sub>ácido</sub> - Peso molecular do ácido graxo (g mol<sup>-1</sup>);

N<sub>NaOH</sub> - normalidade do hidróxido de sódio padronizado;

V<sub>NaOH</sub> - volume gasto de hidróxido de sódio (ml);

m - massa da amostra (g);

f - fator de correção da solução de NaOH.

### 2.3 Determinação do percentual de remoção de Ácido graxo Livre no Óleo

O percentual de remoção de ácido graxo livre no óleo após o processo de extração líquido-líquido (ELL) foi calculado utilizando as médias dos resultados experimentais, empregados na Equação 2.

$$\% \text{ Remoção} = \frac{(\% AGL_i - \% AGL_f) \times 100}{\% AGL_i} \quad (2)$$

Em que:

%AGL<sub>i</sub> - percentual de ácido graxo no óleo inicial;

%AGL<sub>f</sub> - percentual de ácido graxo no óleo final.

### 2.4 Determinação do Coeficiente de Partição (k)

O coeficiente de partição é uma variável que mede a eficiência do processo de separação da substância de interesse. Os coeficientes de partição foram calculados pela relação da concentração de ácidos graxos livres no solvente (extrato) pela concentração no óleo (refinado), de acordo com a Equação 3.

$$k = \frac{\% AGL_{\text{extrato}}}{\% AGL_{\text{refinado}}} \quad (3)$$

Em que:

k - Coeficiente de partição

%AGL<sub>extrato</sub> - Percentual de ácido graxo na fase extrato (ou fase rica em solvente);

%AGL<sub>refinado</sub> - Percentual de ácido graxo na fase refinado (ou fase rica em óleo).

## 2.5 Análise estatística

Na caracterização do óleo, para verificação do atendimento ao padrão de qualidade para a produção de biodiesel, foram calculadas as médias e desvios padrão das análises realizadas em triplicata.

A metodologia de superfície de resposta foi utilizada para avaliar o efeito agudo teor de água, da mistura óleo/solvente (etanol) e da temperatura (variável independente) sobre o percentual de remoção de ácidos graxos livres e o coeficiente de partição (variável resposta). Foi utilizado o software *Statística 5.0*.

## 3. Resultados e Discussão

Apresenta-se no Quadro 2 a composição físico-química do óleo de soja bruto e os valores padrões de acordo com a Portaria Interministerial nº 270 de 23 de setembro de 2005 (ANVISA) (Brasil, 2005) e com a portaria nº 795 de 15 de dezembro de 1993 do Ministério da Agricultura (MAPA) (Brasil, 1993).



**Quadro 2.** Composição físico-química do óleo de soja bruto analisado e valores padrão.

Característica	Analisado Média $\pm$ DP	Padrão	Referencia
Densidade (g cm <sup>-3</sup> )	0,91 $\pm$ 0,00	0,914 a 0,922	MAPA
Índice de acidez (% de ácido oleico)	3,0 $\pm$ 0,28	2,0 (Máx.)	MAPA
Índice de iodo (cgl g <sup>-1</sup> )	127,5 $\pm$ 0,71	120 a 143	MAPA
Índice de peróxido (meq kg <sup>-1</sup> )	4,59 $\pm$ 0,14	15 (Máx.)	ANVISA
Índice de refração (40 °C)	1,460 $\pm$ 0,000	1,465 - 1,466	MAPA
Índice de saponificação (mgKOH g <sup>-1</sup> )	198 $\pm$ 0,71	189 - 198	MAPA
Teor de Água (g 100g <sup>-1</sup> )	0,14 $\pm$ 0,00	-	-
Viscosidade (Pa.s)	0,05 $\pm$ 0,0	-	-

Fonte: elaborada pelos autores (2020).

Das características avaliadas, a maioria atende à legislação brasileira para o padrão de identidade e qualidade de óleo de soja bruto obtidos por extração por prensagem e/ou solvente descrito pela RDC n° 270 de 23 de setembro de 2005 da ANVISA (Brasil, 2005), exceto o índice de acidez que ultrapassou em 1% o exigido, que estabelece como máximo 2% de acidez em ácido oleico. Cardoso et al. (2010) destacam que o índice de acidez pode sofrer influência de fatores como estocagem e qualidade da matéria-prima utilizada, que pode afetar consideravelmente essa propriedade.

Os autores ressaltam que o índice de iodo permite a identificação de adulterações grosseiras em diversos óleos, uma vez que mede o grau de insaturação dos ácidos graxos presentes no mesmo. Como observado no quadro 2, o índice de iodo está dentro dos padrões exigidos na legislação, o que corrobora que a matéria prima utilizada possui boa procedência para produção de biodiesel.

O valor encontrado para o índice de peróxido é semelhante ao observado por Fré et al. (2013), que encontraram valor de 4,71 meq kg<sup>-1</sup> para a borra do refinamento de óleo de soja. Já Borges et al. (2015) encontrou para o índice de refração de óleo de soja à 40 °C o valor de 1,4694, que se assemelha ao encontrado no presente trabalho. Tais resultados foram inferiores aos observados por Cardoso et al. (2010) para o azeite de oliva, o que pode ser

justificado pela diferença no tratamento entre os óleos brutos de vegetais e o azeite de oliva, principalmente no que diz respeito ao refino.

Quando avaliada a densidade os valores determinados neste trabalho são semelhantes aos encontrados por Adorno et al. (2015) para o óleo de soja bruto que foi de  $0,883 \text{ g cm}^{-3}$ . Estudos mostram que a viscosidade influencia diretamente na utilização de biodiesel em motores, pois controla o estágio inicial da combustão onde ocorre a divisão do combustível nos bicos injetores. No entanto, uma queda brusca de temperatura pode provocar um aumento na viscosidade, este problema não é exclusivo do biodiesel, pois o diesel e o petróleo contêm parafínicos que apresentam tipicamente o mesmo comportamento Ramos et al., (2017). A viscosidade determinada neste trabalho foi aproximada a encontra por Luz & Souza (2014) para o óleo de soja a  $25^\circ \text{ C}$  que variou de 0,02 a 0,10 quando variada a taxa de cisalhamento.

Acerca dessa característica, os autores afirmam que a temperatura de armazenamento e o posterior processamento do óleo para obtenção de subprodutos pode provocar alterações, tornando indispensável o mapeamento termofísico da matéria prima antes de cada processo, objetivando a minimização de erros no cálculo de projetos, equipamentos e processos que envolvam a transferência de calor.

Observou-se nos Quadros 3 e 4 a predominância de ácidos graxos poliinsaturados, principalmente do ácido linoleico.

**Quadro 3.** Ácidos graxos no óleo bruto de soja.

Ácidos Graxos ( $\text{g } 100\text{g}^{-1}$ )	
Saturados	15,51
Monoinsaturados	25,0
Poliinsaturados	55,08
Ômega 3	5,61
Ômega 6	49,47
Trans-isômeros totais	<0,01

Fonte: elaborada pelos autores (2020).

**Quadro 4.** Perfil de Ácidos graxos do óleo bruto de soja.

Nomenclatura/ Ácido graxo	% de ácido	Limites (MAPA)
C14:0/ Mirístico	0,09	Traços
C16:0/ Palmítico	11,52	9,0 a 14,5
C16:1 ômega 7/ Palmitoléico	0,09	Traços
C17:0/ Margárico	0,09	-
C18:0/ Esteárico	3,60	2,5 a 5,0
C18:1 ômega 9/ Oleico	25,87	18,0 a 34,0
C18:2 ômega 6/ Linoleico	51,75	45,0 a 60,0
C20:0/ Araquídico	0,35	Traços
C20:1 ômega 11/ Cis-11-eicosenóico	0,19	-
C18:3 ômega 3/ Alfa Linolênico	5,87	3,5 a 8,0
C22:0/ Behênico	0,43	Traços
C24:0/ Lignocérico	0,15	Traços

Fonte: elaborada pelos autores (2020).

Lima & Peluzio (2015), encontraram resultados semelhantes ao deste trabalho no que diz respeito ao perfil dos ácidos graxos do óleo de soja. Os valores que mais se aproximaram foi o do ácido palmítico (11,46%), esteárico (3,23%) e oleicos (22,68%).

Quanto à legislação, a composição dos ácidos graxos do óleo de soja estudado encontra-se dentro dos limites impostos pela portaria nº 795 de 15 de dezembro de 1993 do MAPA (Brasil, 1993), principalmente no que diz respeito aos ácidos graxos poliinsaturados Linoléico e Linolênico, que somados não devem ultrapassar a 68%, visto que o total encontrado nesse trabalho é de 57,62%. Os outros ácidos graxos também se encontram dentro dos limites estabelecidos por essa portaria.

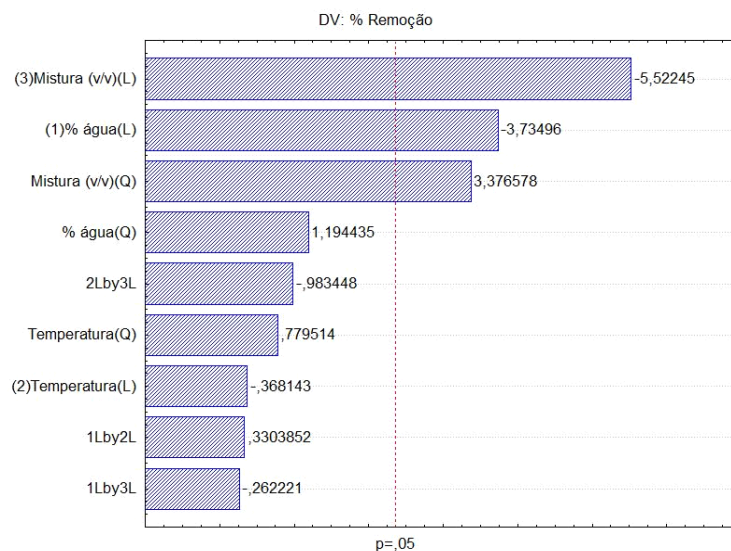
Ao ser comparado com outras matérias primas destinadas à produção de biodiesel, o óleo de soja analisado apresentou menor grau de insaturação do que o encontrado na literatura para os óleos de milho e canola, e padrões similares ao apresentado para o óleo de girassol (Kawazoe, 2014). O grau de insaturação pode sofrer modificações de acordo com a

sazonalidade da oleaginosa ou em função do tipo de processamento usado para a obtenção do óleo (Silva & Silva, 2016).

De acordo com Lima & Peluzio (2015) as propriedades do biodiesel são determinadas tanto pela quantidade de ácidos graxos insaturados quanto pelo comprimento da cadeia e o número de duplas ligações, uma vez que o processo de transesterificação utilizado para a produção desse biocombustível não altera a composição dos ácidos graxos das matérias-primas. Nesse contexto, Ramos et al. (2009) afirmam que o óleo de soja gera combustíveis poliinsaturados com baixos teores de cetano e elevados valores de iodo reduzindo a estabilidade oxidativa. As matérias-primas com cadeias saturadas produzem biodiesel com baixos valores de CFPP (*Cold filter plugging point*), que é definida como a menor temperatura na qual 20 ml de biocombustível passa através do filtro alocado no motor de forma segura em um intervalo de tempo de 60 s.

Apresenta-se na Figura 1 o Gráfico de Pareto obtido no planejamento experimental, no qual o efeito é tão significativo no rendimento da remoção de AGL quanto mais à direita da linha estiver (Castro, 2009).

**Figura 1.** Gráfico de Pareto para o rendimento da remoção de AGL.



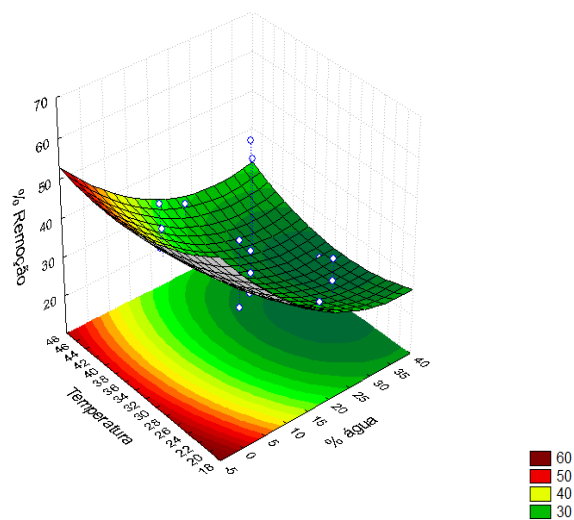
Fonte: Autores (2020).

Também são mostrados os efeitos das interações das variáveis duas a duas. Segundo a Figura 1, a mistura óleo/solvente identificada como (3)Mistura(L), é a variável que mais interfere no rendimento da remoção de AGL, e isso ocorre de forma inversa, ou seja, quanto maior a proporção da mistura óleo/solvente, menor é o rendimento. Em seguida o teor de

água, identificado como (1) %água (L) no gráfico, é o que mais exerce influência sobre o rendimento, superando os efeitos das interações: temperatura/mistura (2Lby3L), %água/temperatura (1Lby2L), %água/mistura (1Lby3L) e da temperatura individualmente (2)Temperatura(L). Considerando as três variáveis, a temperatura é a que menos afeta o rendimento. O gráfico identifica ainda a função linear (L) e quadrática (Q) das variáveis.

Apresentam-se nas Figuras 2, 3 e 4 os gráficos de superfície de resposta da remoção.

**Figura 2.** Superfície de resposta para a remoção de AGL em função da temperatura e da % de água.

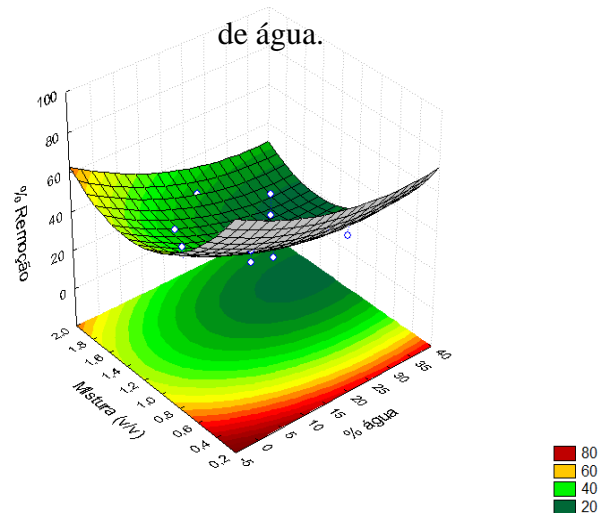


Fonte: Autores (2020).

A Figura 2 apresenta gráfico correspondente à remoção de ácidos graxos livres utilizando as variáveis independentes: temperatura e porcentagem de água. De acordo com a legenda consegue-se observar que em menores quantidades de água obteve-se maior sucesso na remoção de AGL.

Em seguida, a figura 3 nos mostra a porcentagem de remoção de ácidos graxos livres, levando em consideração as variáveis independentes: Porcentagem de água e a mistura de óleo e solvente.

**Figura 3.** Superfície de resposta para a remoção de AGL em função da mistura (v/v) e da % de água.

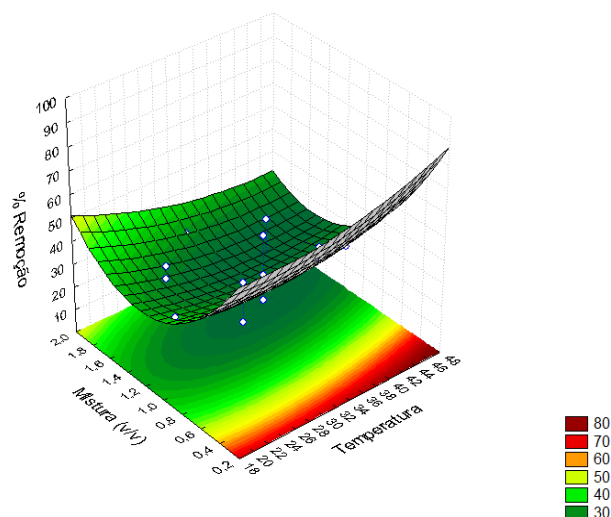


Fonte: Autores (2020).

Observando o Gráfico 3 entende-se que mais uma vez a porcentagem de água foi um fator relevante de forma inversa, onde em amostras com menores porcentagens de água obtiveram uma porcentagem maior de remoção.

A Figura 4 apresenta gráfico de remoção de ácidos graxos livres levando em consideração as variáveis independentes: Temperatura e mistura óleo/solvente.

**Figura 4.** Superfície de resposta para a remoção de AGL em função da mistura (v/v) e da temperatura.



Fonte: Autores (2020).

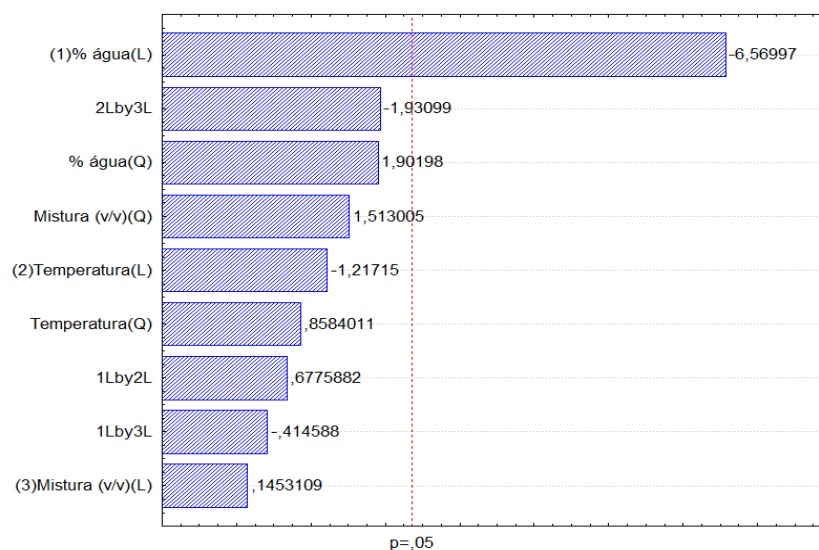
Todas as superfícies apresentaram  $R^2$  superior a 0,88, demonstrando uma boa correlação dos dados.

Observou-se a maior influência da porcentagem de água sobre a remoção dos ácidos graxos livres (Figura 2). Isso ocorre de forma inversa: o gráfico mostra que em menores porcentagens de água e temperaturas mais baixas, obteve-se maior remoção de ácidos graxos livres. Deve-se ter um controle sobre o teor de água, especificamente no álcool, pois a presença a hidrólise dos ésteres alquílicos, produzindo ácido graxo livre e a consequente saponificação (Meneghetti et al., 2013; Rezende et al., 2016).

O mesmo é apresentado na Figura 3 onde a variável mistura (v/v) e teor de água têm maior potencial de remoção quando estão em concentrações menores. A variável mistura (v/v) em concentrações menores e temperatura elevada obteve maior índice de remoção.

A Figura 5 mostra o gráfico de Pareto para o coeficiente de partição.

**Figura 5.** Gráfico de Pareto para o coeficiente de partição.

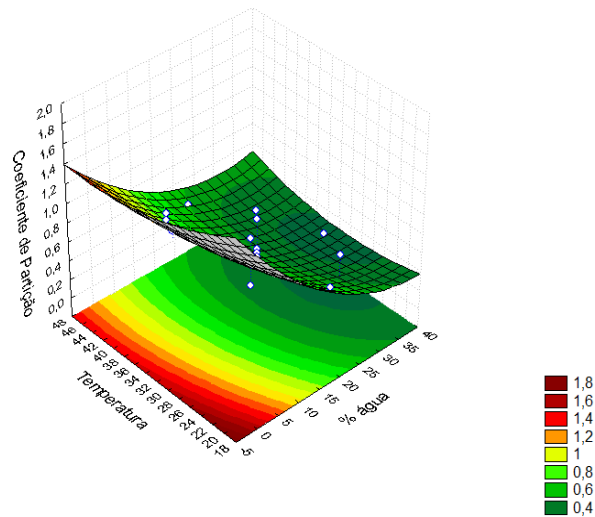


Fonte: Autores (2020).

Observa-se que apenas a quantidade de água utilizada apresentou efeito significativo no coeficiente de partição, mostrando uma relação inversa, ou seja, quanto maior o percentual de água menor será o coeficiente de partição indicando uma capacidade reduzida de extração de AGL por parte do solvente (Figura 5). Mota et al. (2010) encontraram resultados semelhantes para a desacidificação de óleo de babaçu, onde os autores observaram que a presença de água na reação limita o poder de extração do solvente.

Apresentam-se nas Figuras 6, 7 e 8 a superfície de resposta para as variáveis e o coeficiente de partição.

**Figura 6.** Superfície de resposta para o coeficiente de partição em função da temperatura e da % de água.



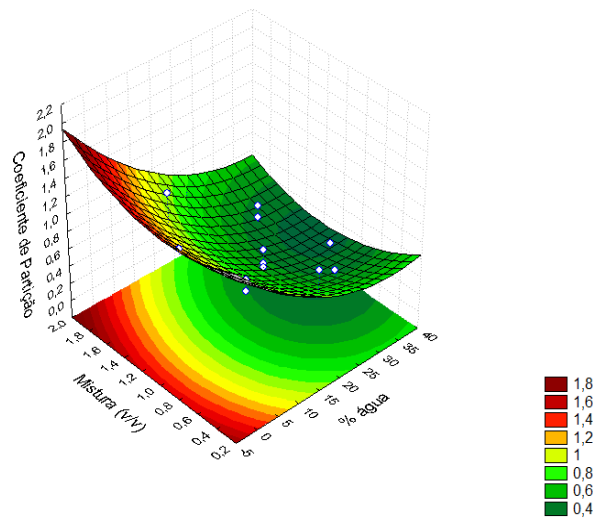
Fonte: Autores (2020).

A Figura 6 apresenta gráfico correspondente ao coeficiente de partição quando avaliado as variáveis independentes temperatura e porcentagem de água. Observa-se que se alcança o ápice do coeficiente de partição em temperaturas inferiores a 28° C e menores porcentagens de água.

A Figura 7 também apresenta o gráfico de superfície de resposta para avaliação de coeficiente de partição, porém, observando as variáveis independentes da mistura feita de óleo e solvente e a porcentagem de água.



**Figura 7.** Superfície de resposta para o coeficiente de partição em função da mistura (v/v) e da % de água.

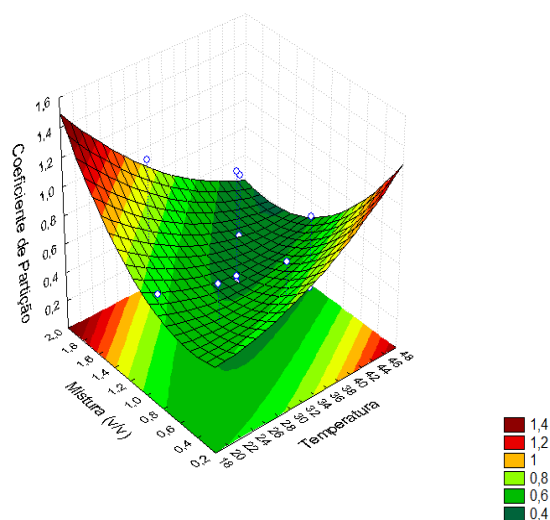


Fonte: Autores (2020).

Observa-se na Figura 7 que a porcentagem de água influencia novamente de forma inversa, encontrando em menores porcentagens de água um maior coeficiente de partição.

A Figura 8 avalia o gráfico de superfície de resposta levando em consideração as variáveis independentes mistura de óleo e solvente e a temperatura.

**Figura 8.** Superfície de resposta para o coeficiente de partição em função da mistura (v/v) e da temperatura.



Fonte: Autores (2020).

Observa-se que quanto menor o teor de água e temperatura, maior será o coeficiente de partição (Figura 6), corroborando com o resultado expresso no diagrama de Pareto (Figura 5).

Quanto à influência da mistura de solvente e óleo em interação com o teor de água, observou-se que quanto menor a quantidade de solvente/óleo e de água, maior será o coeficiente de partição (Figura 7). No entanto, quando avaliada a temperatura interagindo com a mistura, o modelo recomenda temperaturas elevadas e uma menor quantidade de solvente como os responsáveis pelos maiores valores do coeficiente de partição (Figura 8). Em todas as interações onde a água está presente (Figuras 6 e 7), bem como no diagrama de Pareto (Figura 5) observa-se que a relação é inversa, ou seja, quanto menor a quantidade de água na reação, maior é o coeficiente de partição, e conseqüentemente maior a capacidade extratora do solvente. Resultados semelhantes foram observados por Mota et al. (2010). No entanto, os autores destacam que a importância da água em sistemas de extração líquido-líquido para neutralização de óleo é interessante devido à perda de óleo neutro.

Nesse contexto, Mota et al. (2010) destacam que o uso do etanol como agente extrator é recomendado por apresentar baixa toxicidade, bons níveis de seletividade e de coeficiente de partição para ácidos graxos livres, sugerindo a necessidade de pouca quantidade do solvente para bons resultados no processo de neutralização, confirmando o observado nesse trabalho (Figuras 7 e 8).

#### **4. Considerações Finais**

O óleo de soja analisado atende aos parâmetros de qualidade mínimos estabelecidos pela legislação.

O teor de água foi a variável mais influente no processo de neutralização reduzindo a capacidade extratora do solvente.

Sugere-se para futuros estudos avaliarem-se diferentes tipos de agentes extratores, além dos testados nesse estudo, utilizando metodologia de superfície de resposta para avaliar o impacto dos mesmos na neutralização de óleos brutos.

## Referências

Adorno, W. T. A., de Jesus Almeida, L., de Souza Martins, G. A., Alves, D. G., & de Sousa, J. P. (2013). Avaliação do Índice de Acidez do Óleo Bruto de Soja adicionado de LCC Natural, Visando Produção de Biodiesel. *Journal of Health Sciences*, 15(4).

Andrade, S. O., de Almeida, P. G., de Oliveira, A. V. B., Sousa, L. C. F. S., Gomes, C. A. P., Gomes, J. C. M., & Oliveira, D. S. (2012). AGrofuels: Biodiesel as a sustainable alternative energy. *Revista Brasileira de Gestão Ambiental*, 6(1), 01-10.

AOCS - American Oil Chemists' Society (2009) Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society. Champaign, AOCS, 1200p.

AOAC - Association of Official Analytical Chemists (1990) Official methods of analysis. Washington, AOAC, 1298p.

Borges, K. A., Portela, F. M., Santos, D. Q., Neto, W. B., Fabris, J. D., Hernández-Terrones, M. G. (2015) Performance das variáveis operacionais na transesterificação etílica do óleo de soja. *Eclética Química* 40 (1),126-132.

Brasil (1993) Ministério da Agricultura, do Abastecimento e da Reforma Agrária. Portaria Nº 795, de 15 de dezembro de 1993. Normas de Identidade, Qualidade, Embalagem, Marcação e Apresentação do Óleo e do Farelo de Soja. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF.

Brasil (2005) ANVISA- Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 270, de 22 de setembro de 2005. Aprova o "Regulamento Técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal". Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF.

Cardoso, L. G. V., Barcelos, M. D. F. P., de Oliveira, A. F., Pereira, J. D. A. R., de Abreu, W. C., Pimentel, F. D. A., Pereira, M. D. A. (2010). Características físico-químicas e perfil de ácidos graxos de azeites obtidos de diferentes variedades de oliveiras introduzidas no Sul de Minas Gerais–Brasil. *Semina: Ciências Agrárias* 31(1),127-135.

Castro, B. C. S., (2009). Otimização das condições da reação de transesterificação e caracterização dos rejeitos dos óleos de fritura e de peixe para obtenção de biodiesel. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química.

Da Silva, M. G. S., Ferreira, K. J. N., Teixeira, M. M., Silva, F. C., & Maciel, A. P. (2014). Estudo de viabilidade técnica da produção de biodiesel de babaçu: uma revisão crítica. *Revista da Universidade Vale do Rio Verde* 12(2), 434-443.

Domingues, M. S. D., Bermann, C., & Manfredini, S. (2014). A produção de soja no Brasil e sua relação com o desmatamento na Amazônia. *Revista Presença Geográfica* 1(1), 32-47.

Fré, N. C., Rech, R., Marcílio, N. R. (2013). Otimização do processo de obtenção de ácidos graxos a partir da borra do refinamento do óleo de soja, subproduto das indústrias de refino de óleo e biodiesel. *Revista Liberato* 14(22), 113-238.

Garbin, R. B., & Henkes, J. A. (2018). A sustentabilidade na produção de biocombustíveis de aviação no Brasil. *Revista Gestão & Sustentabilidade Ambiental*, 7(2), 67-104.

Hartman, L., & Lago, R. C. (1973). Rapid preparation of fatty acid methyl esters from lipids. *Laboratory practice* 22(6), 475-476.

IAL- Instituto Adolfo Lutz (2008). Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos químicos e físicos para análise de alimentos. São Paulo, IAL, 1020p.

Kawazoe, L. A. (2014). Dossiê Óleos: O Óleo Vegetal. *Revista Food Ingredients Brasil* 16(31),38-54.

Lima, M. D., & Peluzio, J. M. (2015). Dissimilaridade genética em cultivares de soja com enfoque no perfil de ácidos graxos visando produzir bicomcombustível. *Revista Brasileira de Ciências Agrárias* 10(2), 256-261.

Luz, J. A. M., & Melo Souza, I. A. (2014). Propriedades de óleos empregados em flotação. *Holos*, 30(3), 227-233.

Mancini, M., Coelho, A., Perrone, O. M., Thomeo, J. C., & Boscolo, M. (2017). Metal oxides from like-hydrocalcites materials modified with GA3+ as catalysts for ethyl biodiesel synthesis. *Química Nova* 40(5),528-533.

Meneghetti, S. P., Meneghetti, M. R., & Brito, Y. C. (2013). A reação de transesterificação, algumas aplicações e obtenção de biodiesel. *Revista Virtual de Química* 5(1), 63-73.

Mota, M. D. P., Zuniga, A. D. G., Pinedo, A. A., & Carreiro, S. C. (2010). Desacidificação do óleo de babaçu (*Orbignya phalerata*, mart.) pelo processo de extração líquido-líquido visando seu uso na produção de biodiesel. *Enciclopédia Biosfera* 6(11),1-13.

Pereira, A. S., Shitsuka, D. M., Parreira, F. J., & Shitsuka, R. (2018). Metodologia da Pesquisa Científica.

Ramos, L. P., Kothe V., César-Oliveira M. A. F., Muniz-Wypych, A. S., Nakagaki, S., Krieger, N., & Cordeiro, C. S (2017). Biodiesel: Matérias-primas, tecnologias de produção e propriedades combustíveis. *Revista Virtual Química* 9(1), 317-369.

Ramos, M. J., Fernández, C. M., Casas, A., Rodríguez, L., & Pérez, A. (2009). Influence of fatty acid composition of raw materials on biodiesel properties. *Bioresource technology* 100(1), 261-268.

Rezende, D. B., Andrade, M. H. C., & Pasa, V. M. D. (2016). Processo alternativo de desacidificação do óleo da polpa da macaúba (*Acrocomia aculeata*) visando acoplamento em usinas de produção de biodiesel. *The Journal of Engineering and Exact Sciences* 3(2), 61-80.

Sastry, S. V. A. R., & Murthy, C. V. R. (2012). Prospectus of biodiesel for future energy security. *Elexir, Chemical Engg* 53(1), 12029-12034.

Silva, C., & Silva, S.B. (2016). Avaliação de solventes e condições experimentais para extração do óleo de sementes de nabo forrageiro (*Raphanus sativus* L.). *Engvista* 18(2), 348-362.

**Porcentagem de contribuição de cada autor no manuscrito**

Aynaran Oliveira de Aguiar – 25%

Camila Mariane da Silva Soares – 20%

Andreia Ibiapina – 10%

Eduardo Henrique Santos Guedes – 5%

Luara de Jesus Almeida – 5%

Joenes Mucci Peluzio – 10%

Glêndara Aparecida de Souza Martins – 25%