



ESTUDO COMPARATIVO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO EXTRAÍDO POR SOXHLET E PRENSA, VISANDO A PRODUÇÃO DE BIODIESEL

Fernanda Naiara Campos de Almeida¹, Jéssica Violin Berni¹, Janaína Fernandes
Medeiros¹, Thiago Luiz Belo Pasa¹ e Nehemias Curvelo Pereira¹

¹ Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química
fnc.almeida@gmail.com

RESUMO

Apesar de grande parte da energia utilizada no mundo ser de origem não renovável, a busca crescente por outras fontes de energias, tem levado a pesquisas de produtos que possam ser utilizados com finalidade de produzir biocombustíveis, de preferência que não sejam competitivos com os alimentos. Neste cenário, que a semente de *Moringa oleifera* Lamarck se destaca. Desta forma, o presente trabalho visa comparar a caracterização físico-química do óleo de moringa extraído por prensagem e por extração por solvente hexano, visando produção de biodiesel. Foi comparado o teor de óleo obtido em cada método, sendo que a extração por Soxhlet apresentou maior teor de óleo (40,52%). A caracterização do óleo foi analisada através dos índices de acidez e saponificação, do teor de umidade, da densidade e viscosidade, bem como a composição de ácidos graxos livres presente no mesmo. A caracterização química do óleo apresentou diferença entre os tratamentos, porém nada que interferisse na qualidade do óleo para produção de biodiesel. Os resultados foram analisados através do Teste Tukey, a fim de verificar se houve diferença significativa entre os tratamentos, ao nível de 5% de probabilidade.

Palavras-chave: óleo de moringa; extração; prensagem; soxhlet; caracterização;

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, a busca por novas fontes alternativas de energia que possam substituir os combustíveis fósseis. Neste contexto, os óleos vegetais aparecem com um grande potencial para geração de biodiesel [PARENTE, 2003].

Existem inúmeras fontes de óleos vegetais com potencialidade para produção biodiesel, entretanto a escolha da matéria-prima certa deve ser baseada em vários aspectos, tais como, o valor comercial relativo ao alto valor agregado de alguns tipos de óleos, o percentual de óleo do vegetal e a produção por área; a vocação agrícola de cada região, identificando a maior disponibilidade e menor custo de matéria-prima; e a manutenção da produção de alimentos,

priorizando a produção de biodiesel a partir de matérias-primas não alimentares [QUINTELLA et al., 2009].

O Brasil destaca-se neste cenário mundialmente por possuir imensa extensão territorial e variações edafoclimáticas, que favorecem o cultivo de uma variedade de matérias-primas para produção de biodiesel [RATHMMAN et al., 2005].

A *Moringa oleifera* Lamarck é uma das 14 espécies pertencentes ao único gênero da família Moringaceae. É uma árvore nativa da região da Índia e atualmente cultivada nos trópicos de todo mundo. É uma planta arbórea com longas vagens verdes, sementes aladas, folhas grandes e flores brancas e perfumadas. É uma cultura forte, desenvolve-se rapidamente e adapta-se bem as



condições de miséria do solo, não requerendo cuidados especiais [MORTON, 1991].

Segundo Anwar *et al.* [2003], a semente é composta em 40% do seu peso por óleo que é constituído de glicerídeos dos ácidos oleicos (76,0%), palmítico (6,5%), esteárico (5,7%) e behênico (5,0%).

O óleo extraído da semente, conhecido comercialmente como óleo “Ben” ou “Behen”, apresenta alto valor industrial, sendo utilizado no preparo de alimentos, na fabricação de cosméticos, lubrificantes e combustíveis [ANWAR *et al.*, 2003]. Para Rashid *et al.* [2008], o biodiesel derivado do óleo de moringa é um possível substituto para o petrodiesel, apresentando características relevantes como, um elevado número de cetano e uma boa estabilidade a oxidação, e as demais propriedades satisfazem as normas de qualidade.

Tradicionalmente, os métodos convencionais para extração de óleo a partir de sementes oleaginosas são a prensagem e a extração com solvente, ou até mesmo a combinação de ambos.

A composição química, bem como, o teor de óleo de uma mesma variedade pode ser influenciada pelo processo de extração e armazenamento da matéria-prima [RAMOS *et al.*, 2011].

As características físico-químicas são de extrema importância para seleção da matéria-prima e escolha da rota analítica a ser utilizada no processo de produção de biodiesel, visto que são obtidos parâmetros de qualidade.

Desse modo, o presente estudo visa realizar um estudo comparativo da caracterização físico-química do óleo extraído pelo método de prensagem e extração com solvente hexano.

2. METODOLOGIA

As sementes de Moringa oleifera foram coletadas no período de abril a dezembro de 2014, na Fazenda

Experimental de Iguatemi (FEI), campus da Universidade Estadual de Maringá (UEM), que está localizada numa latitude de 23° 25' S; 51° 57' O. As sementes apresentaram um teor de umidade inicial médio de 7,0 %, em base úmida (b.u.). Após a colheita as sementes foram beneficiadas, separando-se as cascas e impurezas, e então armazenadas em sacos plásticos em refrigeradores a -15°C.

Antes de cada extração as sementes foram trituradas em pó, em um triturador modelo TE-345, e passadas através de uma peneira com Mesh 28 (0,59 mm).

Todas as análises foram realizadas em triplicata.

2.1. Extração por solvente

A extração por solvente foi realizada com auxílio do aparelho Soxhlet, onde se utilizou cerca de 10 g de sementes in natura e 300 ml de solvente hexano (PE: 68°C), por um período de 2 horas. A temperatura de extração foi mantida de acordo com o ponto de ebulição do solvente.

Após o período de extração com Soxhlet, a micela contendo o óleo e o solvente foi levado a um evaporador rotativo Fisatom 802, por um período de 30 minutos e temperatura do banho de 70°C, a fim de recuperar o solvente. O cálculo do teor de óleo extraído foi obtido conforme mostra a Equação 1.

$$\text{Teor (\%)} = \frac{\text{massa de óleo (g)}}{\text{massa de semente (g)}} \cdot 100 \quad [1]$$

2.2. Extração por prensagem

A prensagem foi realizada em uma prensa hidráulica Bovenau com capacidade de 30 ton/cm² (1 tonelada = 22,63 kgf/cm²).

Foram utilizados cerca de 40 g de sementes trituradas, por um período de 4 horas, com uma pressão aplicada de 14 ton/cm². O teor de óleo foi calculado, conforme a Equação 1.



2.3. Caracterização físico-química do óleo de moringa

As análises físico-químicas para caracterização do óleo são regulamentadas através de normas e foram efetuadas para as amostras em estudo através das análises de: índice de acidez, índice de saponificação, teor de úmida, densidade, viscosidade e composição de ácidos graxos.

A determinação do índice de acidez foi realizada conforme o método oficial da AOAC - 940-28. O índice de saponificação foi determinado de acordo com a norma AOCS Cd 3-52.

O teor de umidade foi determinado utilizando-se um equipamento Karl Fischer, da marca Analyser, modelo Umidade controle KF-1000, pelo método ASTM D - 4377.

Para o cálculo da viscosidade foi utilizado um reômetro digital da marca Brookfield modelo DV-III.

Para a determinação da massa específica foi utilizado um densímetro, marca Anton Paar, modelo DMA 5000.

A composição em ácido graxo foi determinada com auxílio de um cromatógrafo (marca Varian, modelo CP 3800) com detector de ionização de chama (DIC), contendo uma coluna específica para separação de ésteres. A preparação dos ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAGs) foi realizada de acordo com o método descrito por Hatmann e Lago (1973), com uso do padrão interno tricostanoato de metila. A identificação dos EMAGs foi realizada por comparação do tempo de retenção dos padrões Sigma.

2.4. Análise estatística

Os resultados foram analisados através do Teste Tukey, a fim de verificar se houve diferença significativa entre os tratamentos, ao nível de 5% de probabilidade, com relação às características químicas do óleo, utilizando-se o software Statistica 7.1®.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os teores de óleo obtido para extração de óleo de moringa por Soxhlet e prensagem encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1 – Teor de óleo de moringa para extração por prensa e Soxhlet.

Método de Extração	Teor (%)
Prensagem	25,60 ± 0,02 ^a
Soxhlet	40,52 ± 0,08 ^b

*Médias seguidas de letras diferentes na coluna, diferem estatisticamente e entre si, pelo teste Tukey a 5% de probabilidade (p < 0,05).

Como era o esperado, a extração por Soxhlet apresentou um teor de óleo relativamente maior que o da prensagem. Isto pode justificar-se pelo fato da extração do óleo, ocorrer apenas com a consequência do esmagamento das sementes na prensa, além disso, grande parte do óleo a ser extraído das sementes, permanece no bagaço final.

O teor de óleo extraído por Soxhlet do presente trabalho foi semelhante ao encontrado por Anwar *et al* [2003], que obtiveram 40,39±1,15% para sementes do Paquistão, porém foi inferior ao de Andrade *et al*. [2009], que relataram um teor de 44,6% para sementes do nordeste brasileiro.

Com relação ao método de prensagem, Andrade *et al*. [2009] estudou a extração do óleo de moringa com uma pressão menor (10 ton) e obteve um teor de 21,08%. Silva *et al*. [2013] aplicou uma pressão de 12 ton resultando em um teor 26,02±2,54%.



Em geral, os resultados para o teor de óleo assemelham-se aos encontrados na literatura, visto que, segundo Ayerza [2011], esta variação pode ser decorrente da variedade da planta, das condições climáticas, tempo de maturação, época de colheita e o método de extração utilizado.

A caracterização físico-química do óleo utilizado para a produção de biodiesel é primordial para atestar a sua qualidade, pois é através destes resultados que se estabelece a técnica que deverá ser utilizada para produção do biodiesel.

A determinação da acidez é uma das análises mais relevantes para produção de biocombustíveis, visto que o excesso de ácidos graxos livres pode levar a reações de saponificação, que competem com a reação de transesterificação, na presença de catalisadores básicos. Óleos com elevada acidez, se aplicados diretamente no processo de transesterificação etílica inviabilizam a separação de fases, éster e glicerina, mesmo com a remoção do excesso de álcool [GONÇALVES *et al.*, 2009].

Além disso, elevados índices nos óleos afetam a estabilidade térmica do combustível na câmara de combustão, havendo a possibilidade de uma ação corrosiva sobre os componentes metálicos do motor [ALBUQUERQUE, 2006].

O ideal é que os valores para o índice de acidez sejam os menores possíveis, uma vez que estes valores revelam o estado de conservação do óleo, pois a decomposição dos glicerídeos é acelerada pelo aquecimento e pela exposição à luz [MACHADO *et al.*, 2006].

Para Zagonel [2000], o óleo ideal para a produção de biodiesel deve apresentar uma acidez abaixo de 2 mg KOH/g, reduzindo assim etapas de tratamento da matéria-prima, as quais geralmente demandam tempo, custos e geração de resíduos para o descarte.

O índice de acidez (IA) do óleo de moringa para extração por soxhlet e prensa, encontram-se na Figura 1.

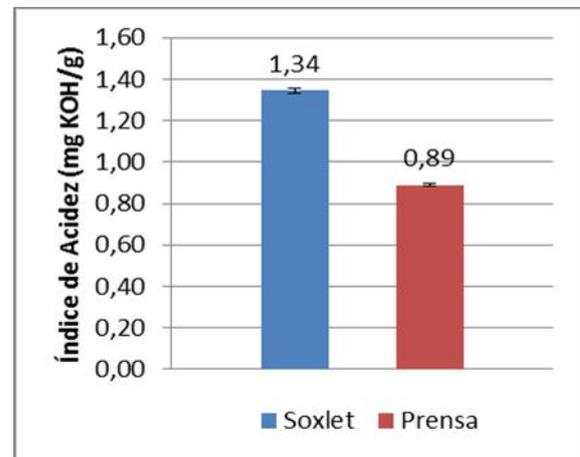


Figura 1 – Índice de acidez para o óleo de moringa extraído por Soxhlet e prensa.

Os valores são estatisticamente diferentes entre si, sendo que a extração por soxhlet ($1,34 \pm 0,02$) apresentou um IA maior que a prensagem ($0,89 \pm 0,01$). Esse aumento pode ser atribuído ao uso da temperatura na extração por solvente, que pode provocar a degradação dos triacilglicerídeos.

Entretanto, ambos os processos de extração apresentaram o IA do óleo dentro do limite máximo (2 mg KOH/g) estabelecido por Zagonel [2000], para produção de biodiesel por transesterificação alcalina.

O índice de saponificação (IS) é inversamente proporcional à massa molecular do óleo e revela comprimento da sua cadeia. Os valores de IS para os métodos de extração encontram-se na Figura 2.

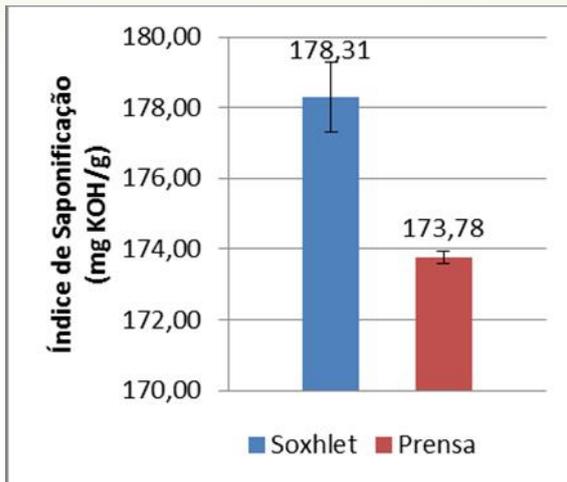


Figura 2 – Índice de saponificação para o óleo de moringa extraído por Soxhlet e prensa.

A extração por soxhlet ($178,31 \pm 0,99$) apresentou um valor estatisticamente maior de IS que o da prensa ($173,78 \pm 0,17$). Conforme Ribeiro *et al.* [2004], a reação de saponificação pode estabelecer o grau de estabilidade do óleo, onde valores elevados indicam a redução da massa molecular, devido à quebra das cadeias de triacilglicerídeos, em decorrência da exposição à luz e altas temperaturas.

O teor de umidade obtido para os métodos de extração encontram-se na Figura 3.

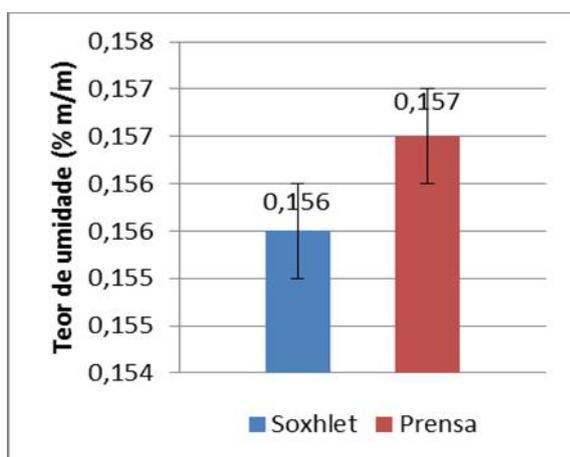


Figura 3 – Teor de umidade para o óleo de moringa extraído por Soxhlet e prensa.

De acordo com Vasconcelos *et al.* [2009], altos teores de umidade podem favorecer reações de hidrólises, interferindo nas reações de transesterificação. Os métodos apresentaram valores baixos de teor de umidade, que não diferenciam estatisticamente entre si.

As densidades determinadas a 20°C, para os óleos extraídos pelos métodos de prensagem e soxhlet encontram-se na Figura 4.

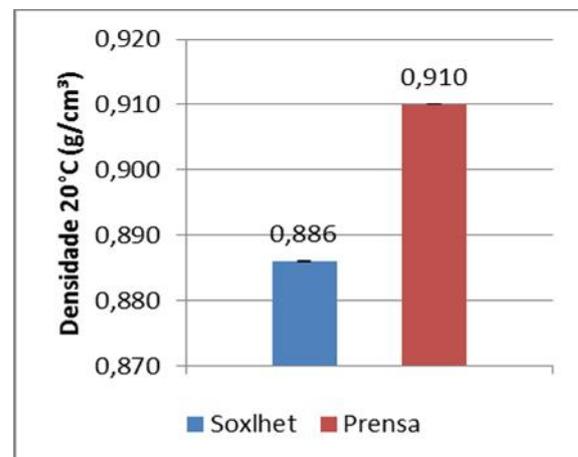


Figura 4 – Densidade a 20°C para o óleo de moringa extraído por Soxhlet e prensa.

A densidade sofre variações de acordo com o tamanho das cadeias de ácido graxos e são maiores para os óleos vegetais do que para o biocombustível, como pode ser observado no trabalho de Silva *et al.* (2010) onde a massa específica passa de 0,912 g/cm³ do óleo de moringa para 0,883 g/cm³ no biodiesel de moringa. As densidades para cada tratamento são estatisticamente diferentes entre si.

Finalizando as análises químicas, a viscosidade representa um parâmetro importante para óleos destinados a produção de biodiesel. Ela é utilizada para avaliar a facilidade do fluxo de combustível pelos compartimentos dos motores, tal que a reação de transesterificação reduz em aproximadamente 10 vezes está



característica do óleo para o biocombustível [RODRIGUES, 2007]. Os resultados para a viscosidade cinemática a 40°C estão apresentados na Figura 5.

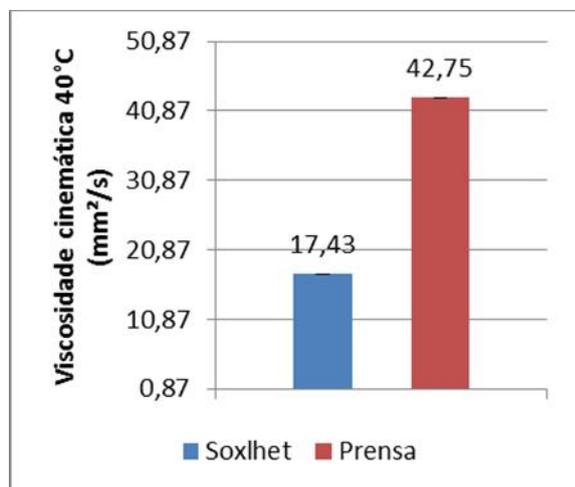


Figura 5 – Viscosidade cinemática 40°C para o óleo de moringa extraído por Soxhlet e prensa.

Nota-se que os resultados são estatisticamente diferentes entre si, tal que a extração mecânica apresenta maior viscosidade, pelo fato desta extração possuir uma quantidade maior de impurezas e partículas resultantes do seu processo.

A composição química dos principais ácidos graxos presentes nos óleos em análise foi determinada por cromatografia em fase gasosa, e está apresentada em termos de ácidos graxos saturados (AGS), monoinsaturados (AGMS) e poli-insaturados (AGPS) e estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição em ácidos graxos do óleo de moringa extraído por soxhlet e prensa.

Ácidos Graxos	Composição (%)	
	Soxhlet	Prensa
Ácido Mirístico (C14:0)	0,16±0,04 ^a	0,11±0,02 ^a
Ácido Palmítico (C16:0)	7,24±0,09 ^a	6,37±0,02 ^b
Ácido Palmitoléico (C16:1)	1,84±0,06 ^a	1,73±0,07 ^a
Ácido Esteárico (C18:0)	5,14±0,09 ^a	5,32±0,07 ^a
Ácido Oleico (C18:1n9c)	76,43±0,39 ^a	75,98±0,05 ^a
Ácido Linoleico (C18:2n6c)	1,33±0,08 ^a	0,89±0,07 ^b
Ácido Aracdônico (C20:0)	2,47±0,02 ^a	2,96±0,05 ^b
Ácido cis-11,14-Eicosênóico (C20:1)	1,72±0,02 ^a	2,02±0,03 ^b
Ácido Behênico (C22:0)	3,64±0,02 ^a	4,63±0,26 ^b
AGS	11,57	13,32
AGMS	79,69	79,57
AGOS	1,41	0,82

*Médias seguidas de letras diferentes na linha, diferem estatisticamente e entre si, pelo teste Tukey a 5% de probabilidade (p 0,05).



A composição de ácidos graxos, para ambos os métodos de extração, foi semelhante. Tanto para óleo obtido na prensagem quanto para a extração por soxhlet, o AG saturado dominante foi o palmítico (C16:0) e o conteúdo de AG poli-insaturados foi pouco notado, apresentando apenas resquícios do ácido linoleico.

Ambos os óleos, apresentaram valores elevados de AG monoinsaturados, onde a composição de ácido oleico (C18:1) foi a predominante, e não apresentaram diferenças estatísticas entre si. As composições de AG investigadas foram semelhantes a relatos presentes em Anwar *et al.* [2003] e Martin *et al.* [2010].

Para produção de biodiesel, sabe-se que quanto maior o número de AGS, maior o número de cetano do combustível, porém maior o ponto de névoa e de entupimento (RAMADHAS *et al.*, 2005). Todavia, se o número de insaturações for muito elevado, faz com que as moléculas fiquem quimicamente mais instáveis, podendo provocar

inconvenientes referentes à oxidação, degradação e polimerização do combustível caso seja armazenado ou transportado inadequadamente (KNOTHE, 2006). Ambos ésteres alquílicos de ácidos graxos possuem alguns inconvenientes, porém segundo Knothe (2005), óleos com alto teor de oleico estão sendo empregados na produção de biocombustíveis com sucesso por conseguirem equilibrar as propriedades necessárias geração do biocombustível ideal.

Na tabela 4, estão apresentadas as características das matérias-primas utilizadas na transesterificação metílica para obtenção do biodiesel do óleo de moringa. Silva *et al.* [2010], Rashid *et al.* [2011] e Fernandes *et al.* [2015] alcançaram bons rendimentos em ésteres etílicos e obtiveram um biodiesel que obedecem as normas de padrão de qualidade. Os resultados obtidos para a caracterização físico-química do óleo de moringa do presente trabalho é similar com os relatos na Literatura.

Tabela 4 – Comparação do óleo de moringa do presente trabalho com relatados na Literatura, para produção de biodiesel.

Análises	Literatura			Presente Trabalho	
	Fenandes <i>et al.</i> [2015]	Rashid <i>et al.</i> [2011]	Silva <i>et al.</i> [2010]	Soxhlet	Prensa
IA (mg/KOH)	13,2	0,94	4	1,34	0,89
IS (mg/KOH)	179	182,48	-	178,31	173,78
Viscosidade a 40°C (mm ² /s)	44,5	-	43,4	17,43	42,75
Teor de Umidade (%m/m)	0,84	-	-	0,156	0,157
Densidade a 20°C (g/cm ³)	-	-	0,912	0,886	0,910



4. CONCLUSÕES

Apesar da caracterização química do óleo extraído por soxhlet e prensagem apresentarem diferenças estatisticamente significativas entre si, ambos os métodos são recomendados para extração de óleo visando a produção de biodiesel. Isto pode ser comprovado, comparando-se os resultados do presente trabalho com estudos na literatura que utilizaram óleo de moringa com características semelhantes, para produção de biodiesel.

A única vantagem da extração por Soxhlet é que está apresenta maior eficiência na obtenção de óleo.

5. AGRADECIMENTOS

A CAPES pelo auxílio financeiro.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBUQUERQUE, G. A. **Obtenção e caracterização do biodiesel de Canola**. 2006. 126 f. Dissertação (Programa de Pós Graduação em Química) - Universidade Federal da Paraíba. João Pessoa.

ANDRADE, A.G.; JUNIOR, L.A.R.; SANTOS, R.B.; SOLETTI, J.I.; CARVALHO, S.H.V. **Estudo do processo de extração do óleo de *Moringa oleífera***. Anais: Encontro Nacional de Moringa, Aracaju - Sergipe, 2009.

AYERZA, R. **Seed yield components, oil content, and fatty acid composition of two cultivars of moringa (*Moringa oleífera* Lam.) growing in the Arid Chaco of Argentina**. Industrial Crops and Products, v. 33, p. 389-394, 2011.

FERNANDES, D.M.; SOUZA, R.M.F.; OLIVEIRA, A.; MORAIS, S.A.L.; RICHTER, E.M.; MUNOZ, R.A.A. **Moringa oleífera: A potential source for production of biodiesel and**

antioxidante additives. Fuel, v. 146, p. 75-80, 2015.

GONÇALVES, A.; SOARES, J.;BRASIL, A. N.; NUNES, D. L. **Determinação Do Índice De Acidez De Óleos e Gorduras Residuais Para Produção De Biodiesel**. Congresso da rede brasileira de tecnologia de biodiesel. 2009.

HARTMAN, L.; LAGO, R.C.A. **Rapid preparation of fatty acids methyl esters**. Laboratory Practice, v.22, p.475-476, 1973.

KNOTHE, G. **Dependence of biodiesel fuel properties on the structure of fatty acid alkyl esters**. Fuel Processing Technology. v. 86, n.10, pp. 1059-1070, 2005.

KNOTHE, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J.; RAMOS, L. P. **Manual de Biodiesel**, Ed. Edgard Blucher: São Paulo, 2006.

MACHADO, G. C.; CHAVES, J. B. P.; ANTONIASSI, R. **Composição Em Ácidos Graxos E Caracterização Física E Química De Óleos Hidrogenados De Coco Babaçu**. Revista Ceres. 2006.

MARTIN, C.; MOURE, A.; MARTIN, G.; CARRILLO, E.; DOMINGUEZ, H.; PARAJÓ, J. C. **Fractional characterisation of jatropha, neem, moringa, trisperma, castor and candlenut seeds as potential feedstocks for biodiesel production in Cuba**. Biomass and Bioenergy. 2010.

MORTON, J.F. **The horseradish tree, *Moringa pterigosperma* (Moringaceae): A boon to arid lands**. Econ. Bot, v. 45, p. 318-333, 1991.

PARENTE, E. J. S. **Biodiesel: Uma Aventura Tecnológica num País Engraçado**. Fortaleza, 2003.



QUINTELLA, C.M.; TEIXEIRA, L.S.G.; KORNS, M.G.A. **Cadeia do biodiesel da bancada à indústria: uma visão geral com prospecção de tarefas e oportunidades para P&D&I.** Química Nova, v.32, n.3, pp.793-808, 2009.

RAMADHAS, A.; JAYARAJ, S.; MURALLEDHARAN, C. **Biodiesel production from high FFA rubber seed oil.** Fuel, v.84, n.4, pp. 335-3340, 2005.

RAMOS, L. P.; SILVA, F. R.; MANGRICH, A. S.; CORDEIRO, C. S. **Tecnologias De Produção De Biodiesel.** Revista Virtual de Química. 2011.

RASHID, U.; ANWAR, F.; MOSER, R.B.; KNOTHE, G. **Moringa oleifera oil: A possible source of biodiesel.** Bioresource Technology, v. 99, p. 8175-8179, 2008.

RATHAMANN, R.; SANTOS, O. I. B.; PADULA, A. D. ;PLÁ, J. V. J. A. **Biodiesel: Uma Alternativa Estratégica Na Matriz Energética Brasileira?** Página Oficial do Biodiesel do Governo Federal do Brasil. Brasília - DF 2005.

RIBEIRO, E.P.; SERAVALLI, E.A.G. **Química de alimentos.** 1ª edição; p.157; SP;2004.

RODRIGUES, H. de S. **Obtenção de ésteres etílicos e metílicos, por reação de transesterificação, a partir do óleo da palmeira macaúba latino americana macaúba, acrocomia aculeata.** Tese de Doutorado. USP. Ribeirão Preto. 2007.

SILVA, J. P. V.; SERRA, T. M.; GOSMANN, M.; WOLF, C. R.; MENEGHETTI, M. R.; MENEGHETTI, S. M. P. **Moringa oleifera oil: studies of characterization and biodiesel production.** Biomass and Bioenergy, v.34, p.1527-1530, 2010.

SILVA, M.O. **Caracterização física e química da semente de Moringa oleifera e estudo do processo de obtenção de óleo.** 2013. 50 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2013.

VASCONCELOS, V. M.; SILVA, P. C. G.; VIEIRA, A. C.; SOUZA, M. F. C.; SILVA, G. F. **Caracterização físico-química do óleo de Moringa oleifera Lam por diferentes solventes.** Encontro Nacional de Moringa. 2009.

ZAGONEL, G. F. **Obtenção e caracterização de biocombustíveis a partir da transesterificação etílica em meio alcalino.** Dissertação (Mestrado em Química Orgânica), Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2000.