

Artigo

Produção de Biodiesel Metílico com Óleo Purificado de *Moringa oleifera* Lamarck**Pereira, F. S. G.;* Brito Neto, E. X.; Wei, S.; Galvão, C. C.; Lima, V. F.;
Silva, V. L.; Lima Filho, N. M.**

Rev. Virtual Quim., 2016, 8 (3), 873-888. Data de publicação na Web: 10 de abril de 2016

<http://rvq.sbq.org.br>**Production of Methyl Biodiesel Using Purified Oil of *Moringa oleifera* Lamarck**

Abstract: This study describes the extraction, characterisation, purification and conversion of the *Moringa oleifera* Lamarck oil in biodiesel. The seeds selected were separated into oilseeds grains and seed husks. The oil was extracted from the *Moringa oleifera* seeds using two different procedures: mechanical pressing and solvent extraction with hexane. The extraction yields of the crude oil were of 11.36% (by mechanical pressing) and of 36.48% (by solvent extraction), respectively. The crude oils were characterised in indexes of acidity, peroxide, iodine and saponification, besides the specific mass, kinematic viscosity, turbidity, and contents of ash and humidity. The crude oil mix formed was submitted to the treatments of degumming, neutralisation, washing and drying. The mixed purified oil was characterised in a similar way to the crude oils, and converted to methyl biodiesel. A homogeneous alkaline transesterification used, 1:6 molar ratio (oil: methanol), at 60 °C, for 60 mins, with KOH as catalyst and mechanical stirring at 300 rpm. The purified biodiesel was characterised in terms of specific mass (869 kg m⁻³; 20 °C), kinematic viscosity (5.5 mm² s⁻¹, 40 °C), ester content (86.2%, in bench scale, and 98.23% in microscale), acidity value (0.43 mg KOH g⁻¹) and water content (615.8 mg kg⁻¹).

Keywords: Oil extraction; oil analysis; oil purification; alkaline transesterification; Moringa biodiesel.

Resumo

Este estudo descreve a extração, caracterização, purificação e conversão do óleo de *Moringa oleifera* Lamarck em biodiesel. As sementes selecionadas foram separadas em grãos oleaginosos e cascas. Os grãos sofreram extração do seu óleo por duas técnicas: prensagem mecânica e por solvente hexano. Os rendimentos extrativos dos óleos brutos foram de 11,36% (por prensagem) e 36,48% (por solvente), respectivamente. Os óleos brutos foram caracterizados em índices de acidez, de peróxido, de iodo e de saponificação, além da massa específica, viscosidade cinemática, turbidez, teor de cinzas e de umidade. Os óleos brutos foram reunidos formando o misto bruto que recebeu tratamentos de degomagem, neutralização, lavagem e secagem. O óleo misto purificado foi caracterizado de forma semelhante aos brutos e convertido em biodiesel metílico. A transesterificação usada foi alcalina homogênea, razão molar 1:6 (óleo:metanol), 60 °C, 60 min, KOH como catalisador e agitação mecânica de 300 rpm. O biodiesel purificado foi caracterizado em massa específica (869 kg m⁻³; 20 °C), viscosidade cinemática (5,5 mm² s⁻¹, 40 °C), teor de éster (86,2% em escala de bancada e 98,23%, em microescala), índice de acidez (0,43 mg KOH g⁻¹) e teor de água (615,8 mg kg⁻¹).

Palavras-chave: Extração de óleo; análises de óleo; purificação de óleo; transesterificação alcalina; biodiesel de moringa.

* Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco, Av. Prof. Luiz Freire, 500, Cidade Universitária, CEP 50740-540, Recife-PE, Brasil.

✉ cientista.francisco@yahoo.com.br

DOI: [10.5935/1984-6835.20160063](https://doi.org/10.5935/1984-6835.20160063)

Produção de Biodiesel Metílico com Óleo Purificado de *Moringa oleifera* Lamarck

Francisco Sávio G. Pereira,^{a,c*} Eli X. de Brito Neto,^b Stiven Wei,^b Chesque C. Galvão,^b Valmir F. de Lima,^b Valdinete L. da Silva,^{a,b} Nelson M. de Lima Filho^b

^a Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Ciências Exatas e da Natureza. Departamento de Química Fundamental, Programa de Pós-graduação em Química, Av. Jornalista Aníbal Fernandes s/n, Cidade Universitária, CEP 50740-560, Recife-PE, Brasil.

^b Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Departamento de Engenharia Química, Av. Prof. Artur de Sá, s/n, Cidade Universitária, CEP 50740-521, Recife-PE, Brasil.

^c Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco, Av. Prof. Luiz Freire, 500, Cidade Universitária, CEP 50740-540, Recife-PE, Brasil.

* cientista.francisco@yahoo.com.br

Recebido em 30 de setembro de 2015. Aceito para publicação em 3 de março de 2016

1. Introdução

2. Parte Experimental

2.1. Coleta, preparação das amostras, extração e purificação do óleo

2.2. Caracterização físico-química dos óleos de moringa

2.3. Produção do biodiesel por transesterificação metílica alcalina do óleo purificado

3. Resultados e Discussão

3.1. Rendimentos extrativos e massas molares do óleo e do biodiesel

3.2. Parâmetros físico-químicos dos óleos de moringa

3.3. Purificação do óleo de moringa para produção do biodiesel

3.4. Parâmetros analíticos do biodiesel obtido em escala de bancada

4. Conclusões

1. Introdução

A *Moringa oleifera* Lamarck pertence à família Moringaceae, de único gênero, sendo uma das 13 espécies conhecidas.¹ Seu cultivo

pode ser realizado em zonas áridas, semi-áridas e quentes com temperaturas ótimas entre 25 e 35°C.²⁻⁴ É tolerante a seca e desenvolve-se com precipitações anuais entre 250 e 3.000 mm e altitudes abaixo de 600 m. Cresce em solos com pH entre 5,0 e

9,0, preferencialmente neutros e bem drenados.⁵ Adapta-se melhor em solos arenos-argilosos e tolera argilosos sem estagnação de águas. Não é exigente em termos de fertilidade, desenvolvendo-se também em solos pobres e começa a florir 8 meses depois do plantio. As taxas de produção são verificadas dentro de 3 anos de plantio de uma árvore que pode produzir de 1.000 – 1.600 vagens por ano com uma média de 24.000 sementes. A poda frequente das copas irá manter e aumentar o crescimento das folhas e o controle da altura para facilitar a colheita das vagens.^{2,4}

A *Moringa oleifera* tem tomado grande importância na produção de biodiesel por ser uma espécie vegetal com bom conteúdo em óleo (média de 35%).⁴ O seu cultivo tem um rendimento aproximado de 2500 kg ha⁻¹, com 1478 L ha⁻¹ de óleo e fator de conversão em biodiesel de 0,96, estimando uma produção de 1419 L ha⁻¹ de biodiesel. Em um hectare de terra pode ser plantado entre 700 e 1100 árvores que inicia a produção de fruta para sementes aos 12 meses.⁶

A extração de óleos vegetais representa um ramo significativo na tecnologia das matérias graxas, tendo como principais finalidades a obtenção de um óleo sem alterações e impurezas, com máximo rendimento de acordo com a economia do processo. Diferentes processos de extração são utilizados: a artesanal, a mecânica e a por solvente. Para aumentar o rendimento são utilizadas as técnicas associadas mecânica por prensagem e extração por solvente.⁷

O refino consiste em técnicas (degomagem, neutralização, lavagem, secagem e desodorização) aplicadas aos óleos brutos obtidos por prensagem ou por extração com solvente. A degomagem (retirada de fosfatídeos, proteínas e outras substâncias coloidais) ocorre usando água aquecida (60 - 70 °C) por 20 a 30 min complementada por centrifugação. A neutralização é feita com solução aquosa de NaOH 5 %, (eliminação de ácidos graxos livres com formação de sabões) seguida de centrifugação. A etapa de lavagem do óleo é realizada com água tratada e centrifugação

para remoção de sabão residual e preparação para a clarificação. Na clarificação ou branqueamento são removidos corantes e remanescentes coloidais dos tratamentos anteriores através da adsorção com terra clarificante (mistura de carvão ativado e argilas naturais) por 20 a 30 min sob agitação, e passagem em filtro-prensa, separando o óleo tratado da torta residual. A desodorização é a etapa finalizadora do tratamento do óleo tratado (remoção de aldeídos, cetonas, ácidos graxos oxidados e, principalmente, o tocoferol - vitamina E) que causam odor desagradável e é feita por aquecimento indireto com vapor e aplicação de vácuo.⁸

O óleo das sementes de moringa tem alto valor agregado, seja como alimentício ou industrial. Vários autores têm extraído o óleo dessas sementes por métodos de prensagem ou por solventes, com rendimentos entre 19 e 47 %.⁹⁻¹³ É claro, amarelado, doce e sua composição graxa foi relativamente investigada internacionalmente e o seu perfil de ácidos graxos aponta um teor em ácido oléico maior que 70 %. Possui uma resistência significativa à degradação oxidativa ou rancificação e comercialmente é conhecido como “óleo de ben” ou “óleo behen”, devido ao seu conteúdo significativo de ácido behenico ou docosanóico.¹⁴

Segundo a Lei 11.097/2005, que instituiu o Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel (PNPB), lançado em 2004 no Brasil, “biodiesel é um biocombustível derivado de biomassa renovável para uso em motores a combustão interna com ignição por compressão para geração de outro tipo de energia que possa substituir parcial ou totalmente combustíveis de origem fóssil.” Acrescenta ainda que o biodiesel é “um combustível obtido a partir de misturas, em diferentes proporções, de diesel de petróleo e ésteres de óleos vegetais, com a notação BX, onde X representa o percentual de adição de biodiesel no diesel de petróleo”.¹⁵

As matérias-primas potenciais usadas para a produção de biodiesel são os óleos e gorduras vegetais ou animais saponificáveis e os álcoois de cadeias curtas, principalmente

metanol e etanol.¹⁶ As principais matérias-primas usadas na produção do biodiesel no Brasil são o óleo de soja, a gordura bovina e o óleo de algodão.¹⁵

A transesterificação é o método mais comum que conduz aos produtos vulgarmente conhecidos como biodiesel, isto é, ésteres alquílicos de óleos e gorduras. Os ésteres mais comumente preparados são ésteres metílicos, em grande parte porque o metanol é mais barato, embora haja exceções em alguns países. Além de etanol e metanol, ésteres de óleos vegetais e gorduras animais com outros álcoois de baixas massas molares foram investigados para a produção potencial de biodiesel e avaliados suas propriedades. Além do tipo de catalisador, parâmetros da reação devem ser obedecidos e incluem: razão molar de álcool para óleo vegetal, temperatura e tempo de reação, o grau de refinamento do óleo vegetal e do efeito da presença de umidade e ácidos graxos livres.¹⁶

O biodiesel pode ser produzido por várias tecnologias: transesterificação catalítica homogênea (ácida, básica ou mista), transesterificação catalítica heterogênea (ácida, básica ou com recursos naturais), transesterificação enzimática, transesterificação assistida por ultrassom ou por micro-ondas, método do fluído supercrítico e as tecnologias de membrana e destilação reativa. Todas estas tecnologias são capazes de produzir o biodiesel a partir de óleo refinado, que é a fonte mais comum de matéria-prima para esse combustível.¹⁷

Para a produção do biodiesel por transesterificação alcalina homogênea, o óleo deve apresentar baixa acidez (teor menor que 0,5% em ácidos graxos livres para reduzir

produção de sabões) e isenta de água (favorece a formação de ácidos graxos livres), indesejáveis na reação, exigindo maior dificuldade na purificação através de maior quantidade de lavagens.¹⁸

Os objetivos deste estudo foram: a extração do óleo das sementes de moringa por prensagem mecânica e por solvente; a caracterização analítica de alguns parâmetros dos óleos extraídos; a purificação do óleo misto bruto por degomagem, neutralização, lavagem e secagem; a conversão do óleo misto purificado em biodiesel metílico e a caracterização deste em alguns parâmetros analíticos recomendados pela Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP).

2. Parte Experimental

2.1. Coleta, preparação das amostras, extração e purificação do óleo

Vagens de moringa (Figura 1a), entre 30 e 40 cm, foram colhidas em abril e maio de 2014 em Recife – PE. Amostra dessa coleta foi catalogada e depositada, junto com sementes e exsicata da planta, na Empresa Pernambucana de Pesquisa Agropecuária (IPA). As vagens selecionadas e aprovadas foram beneficiadas por secagem ao sol por 6 horas, com revolvimento periódico e convertidas em cascas e sementes. As sementes produziram os grãos oleaginosos e novas cascas (Figura 1b). Os grãos oleaginosos geraram à torta e o óleo bruto de prensagem (Figura 1c). A Figura 1d mostra os óleos de moringa extraídos.

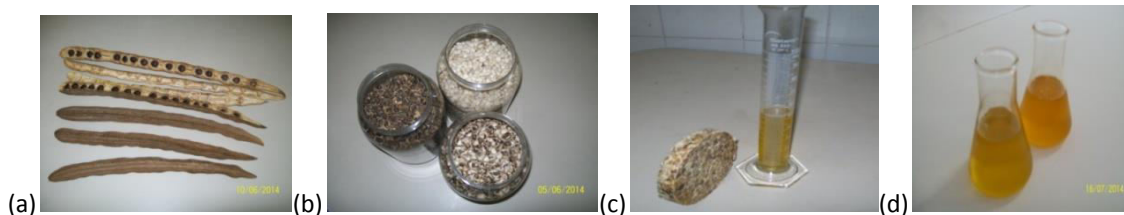


Figura 1. Algumas biomassas obtidas da moringa. (a) Vagens fechadas e abertas (30 a 40 cm) com sementes; (b) Sementes, grãos (brancos) e cascas das sementes; (c) Torta dos grãos e óleo bruto de prensagem (d) Óleos brutos por prensagem (frente) e por solvente (fundo)

Para a extração do óleo por prensagem,¹³ cerca de 200g de grãos oleaginosos (por cada ensaio) foram aquecidos em estufa durante 2 horas em temperatura de 105 °C para eliminar umidade residual e materiais voláteis, fluidização interna e aumentar o rendimento extrativo. Ainda quentes, foram transferidos para o extrator e pressionados a 10 ton (412,5 kg cm⁻²) por 5 minutos, em

prensa hidráulica manual (Shulz mod. 15T). O coletor do extrator foi revestido com saco de polietileno previamente pesado para receber o óleo e quantificar sua massa, além de protegê-lo de impurezas grosseiras que pudessem ser incorporadas nesta operação. O rendimento extrativo foi calculado através da relação:

$$\text{Rendimento (\%)} \text{ óleo extraído} = \frac{\text{m}_{\text{óleo obtido}}}{\text{m}_{\text{grãos prensados}}} \times 100 \quad \text{Equação 3.1}$$

A extração por solvente foi adaptada para a capacidade do equipamento.^{9,11,13} Cerca de 200 g por ensaio, de grãos oleaginosos triturados (liquidificador Arno, mod. MAGF) e peneirados (malha de 100 mesh) foram transferidos para cartucho de papel e introduzidos no Soxhlet (Figura 12c). Foram acrescentados 700 mL (por batelada) de hexano grau analítico (Química Moderna) e realizado a extração com ciclo de 4 horas. Após a extração do óleo, o cartucho contendo a torta foi transferido para a estufa para eliminação do solvente residual, resfriado em dessecador e pesado. O hexano foi recuperado em rotaevaporador (Fisatom Brasil, mod. 801) por aquecimento a 110 °C em banho termostático (Fisatom Brasil, mod. 550) com etilenoglicol. O óleo obtido foi aquecido a 105 °C em estufa por 2 horas, resfriado em dessecador, pesado e o rendimento calculado pela Equação 3.1.

Os óleos brutos (prensagem, por solvente e misto) e o purificado foram analisados em alguns parâmetros físico-químicos. O óleo bruto de prensagem foi caracterizado por

cromatografia gasosa (produção de biodiesel em microescala usando 35 mg de óleo no ensaio). O óleo bruto misto teve monitoração de acidez durante os tratamentos de purificação para adequação ao limite aceitável de matéria-prima para biodiesel com valor máximo de 0,5 mg KOH g⁻¹ óleo ou 0,5% em ácido oléico.¹¹ O biodiesel metílico foi produzido com o óleo purificado e analisado em alguns parâmetros recomendados pela Res. 45/2014.¹⁹

O óleo bruto misto recebeu tratamentos (adaptados de Ramalho & Suarez (2013)⁸) de degomagem (20 % de água deionizada calculada em relação ao óleo/ 60 °C/agitação a 500 rpm por 50 min/centrifugação a 5000 rpm por 20 min), neutralização (solução aquosa de hidróxido de sódio (50 mg NaOH(Química Moderna)/g óleo ou 5% m/v)/ reação a frio/agitação a 500 rpm por 15 min/centrifugação a 5000 rpm por 15 min), lavagem (água deionizada fria/proporção 1:1, água:óleo/agitação a 1000 rpm/decantação por 2 h/repetição por três vezes/teste de controle - centrifugação em pequena escala a

3000 rpm por 15 min) e secagem (aquecimento a 110 °C/banho termostatizado (Fisatom Brasil, mod. 550) com etilenoglicol/60 min/agitação vigorosa intermitente com bastão de polietileno a cada 5 min) para adequação como matéria-prima para produção de biodiesel.

2.2. Caracterização físico-química dos óleos de moringa

Os óleos brutos (de prensagem e por solvente) e o purificado foram caracterizados através do índice de acidez, índice de peróxido, índice de saponificação e índice de iodo (Métodos Físico-químicos do Instituto Adolfo Lutz – IAL, IV Edição, 2008), massa específica (NBR 14065/ASTM D4052 e NBR 7148), viscosidade cinemática (NBR 10441/ASTM D445) e teor de água por Karl Fischer (NBR 11348/ASTM D6304), metodologias da ABNT/ASTM, e turbidez (procedimento padrão do Turbidímetro Hach 2100N).

O óleo de moringa teve sua evolução monitorada pelo índice de acidez e turbidez durante os tratamentos de purificação.

2.3. Produção do biodiesel por transesterificação metílica alcalina do óleo

2.3.1. Matérias-primas utilizadas e reagentes complementares

Óleo de moringa purificado (Figura 2a) em condições aceitáveis de acidez (máximo de 0,5 mgKOH g⁻¹ óleo) e de teor de água (máximo 0,1% ou 1000 mg kg⁻¹).¹¹ Metanol grau analítico (pureza de 99,8% e umidade máxima de 0,1% - Química Moderna), hidróxido de potássio grau analítico (85% de pureza - Nuclear), Ácido fosfórico P.A (Química Moderna) e sulfato de sódio anidro (99,0% de pureza – Química Moderna).

2.3.2. Determinação das massas molares do óleo e do biodiesel

Esses parâmetros foram determinados baseados na composição centesimal determinada por cromatografia gasosa precedida de transesterificação alcalina.²⁰ As massas molares (g mol⁻¹) do óleo e do biodiesel foram calculadas pelas Equações 3.2 e 3.3, respectivamente:

$$M_O \text{ (g mol}^{-1}\text{)} = \sum [(3 \times M_{AG} - 3 \times M_H + 1 \times M_{F,GL}) \times (\%_{AG} / 100)] \quad \text{Equação 3.2}$$

$$M_B \text{ (g mol}^{-1}\text{)} = \sum [(1 \times M_{AG} - 1 \times M_H + 1 \times M_{F,ALC}) \times (\%_{AG} / 100)] \quad \text{Equação 3.3}$$

Onde:

M_O – massa molar média (g mol⁻¹) do óleo obtida por cálculo de resultados experimentais dos componentes graxos presentes considerados como triglicerídeos;

M_B – massa molar média (g mol⁻¹) do biodiesel obtida por cálculo de resultados experimentais dos componentes graxos presentes considerados como triglicerídeos;

M_{AG} – massa molar (g mol⁻¹) de cada ácido graxo correspondente que participa da composição do óleo;

M_H – massa molar (g mol⁻¹) do hidrogênio ácido que participa da composição do ácido graxo correspondente;

$M_{F,GL}$ – massa do fragmento do glicerol estruturador do triglicerídeo com contribuição de 3 carbonos e 5 hidrogênios, correspondendo a uma participação em (g/mol) de $3 \times 12 + 5 \times 1 = 41$;

$M_{F.ALC}$ – massa do fragmento alquila do álcool usado na transesterificação, podendo ser metila ($-CH_3$) com contribuição de 1 carbono e 3 hidrogênios, correspondendo a uma participação em (g/mol) de $12+3 \times 1 = 15$ ou etila ($-C_2H_5$) e participação de $2 \times 12 + 5 \times 1 = 29$;

$\%_{AG}$ – percentual do ácido graxo contido no óleo obtido experimentalmente por um dos métodos analíticos empregados.

2.3.3. Condições da transesterificação alcalina em bancada

Foram usados 40 g de óleo de moringa purificado e 11 mL (8,6 g) de metanol P.A. (Química Moderna), numa razão molar óleo:metanol de (1:6), 0,38 g de hidróxido de potássio como catalisador (0,8%, calculado em relação à massa do óleo empregada e corrigido sua pureza), temperatura de 60 °C, 60 min e agitação mecânica em 300 rpm.

Condições propostas por diversas literaturas para metanólise ou transesterificação alcalina, especialmente direcionada para produção de biodiesel.²¹⁻²³

O reator usado foi um frasco de vidro de borossilicato de 250 mL com três bocas e capacidade acima do volume da mistura reacional (Figura 2b), com selo hidráulico, agitador mecânico, termômetro e condensador de refluxo (garantir segurança, controle de temperatura e homogeneização da reação, evitar entrada de umidade ou perda de material por volatilização) em banho termostatizado (Fisatom Brasil, mod. 550) com etilenoglicol.

Ao final da reação (60 min), a mistura foi transferida para funil de separação (Figura 2c) para quantificação das fases leve (biodiesel impuro) e densa (glicerina impura). Após 4 h de decantação natural, as fases foram separadas (Figura 2d) e pesadas para quantificação volumétrica e gravimétrica.

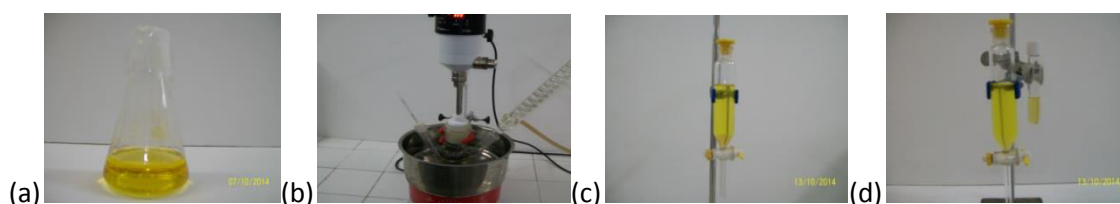


Figura 2. Produção e separação das fases do biodiesel do óleo de moringa purificado. (a) Óleo de moringa purificado; (b) Reator usado na produção do biodiesel; (c) Decantação das fases leve (biodiesel impuro) e densa (glicerina impura); (d) Biodiesel impuro (esquerda) e glicerina impura (direita)

2.3.4. Purificação do biodiesel

O biodiesel impuro (Figura 3a) foi tratado (proporção 1:2, biodiesel/agente de lavagem), duas vezes com água deionizada, uma vez com ácido fosfórico (Química Moderna) a 2% e três vezes com água deionizada e monitorado (fenolftaleína 1%, vermelho de metila 0,1% e fita de papel de pH da Merck - 4 escalas, 0 a 14) nas águas de lavagens, até que estas se apresentaram neutras.

O biodiesel neutro lavado (Figura 3b) foi

transferido para Erlenmeyer de 125 mL e aquecido a 70 °C por 30 min (Figura 3c) em banho termostatizado com etilenoglicol (Fisatom Brasil, mod. 550) e homogeneizado manualmente por rotações a cada 5 minutos para facilitar a expulsão da água ocluída. Foi resfriado e recebeu cerca de 20% em massa de sulfato de sódio anidro (Química Moderna) para retirar umidade residual. A mistura (biodiesel + sulfato de sódio) foi homogeneizada durante 30 min e filtrada com vácuo e o biodiesel transferido para frasco âmbar.

As fases brutas da transesterificação

(biodiesel e glicerina impuros) juntas e separadas e a fase leve lavada e seca (biodiesel puro) foram pesadas para calcular os rendimentos produtivos. O biodiesel

purificado (Figura 3d) e a glicerina impura foram armazenados em vidros âmbar para posteriores análises de interesse nesta cadeia sustentável energética.

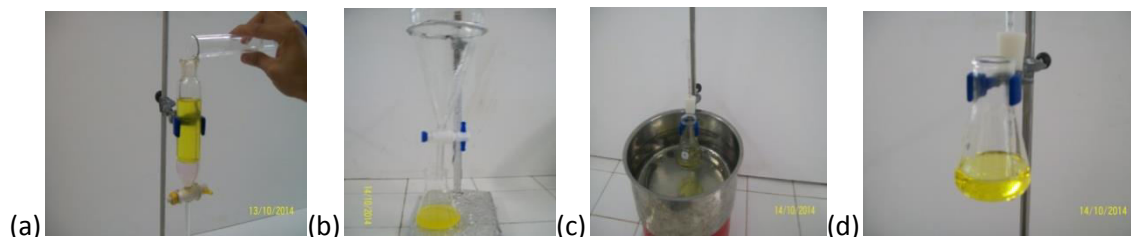


Figura 3. Purificação do biodiesel metílico do óleo de moringa. (a) Lavagem do biodiesel impuro com água destilada e solução ácida; (b) Transferência do biodiesel lavado e puro; (c) Secagem do biodiesel puro; (d) Biodiesel purificado

2.3.5. Análises realizadas no biodiesel metílico do óleo de moringa

Foram avaliados no biodiesel purificado: aspecto, massa específica a 20 °C (NBR 7148), viscosidade cinemática a 40 °C (NBR 10441/ASTM D445), teor de éster (EN 14103), índice de acidez total (NBR 9866) e teor de água por Karl Fischer (NBR 11348/ASTM D6304), todos recomendados pela ANP (Res. 45/2014), metodologias da ABNT, ASTM e EN/ISO (norma europeia).

3. Resultados e Discussão

3.1. Rendimentos extrativos e massas molares do óleo e biodiesel

O rendimento médio de óleo dos grãos foi de 11,36% para o processo de prensagem e de 36,48% para a extração por hexano em Soxhlet. A torta da prensagem do grão apresentou 25,12% de óleo retido que foi recuperado por extração com solvente. Os rendimentos extrativos dependem da metodologia utilizada, cuidados na manipulação e principalmente das condições das sementes e grãos gerados que podem variar muito em função das condições

edafoclimáticas de produção, além do tempo de armazenamento e extração do óleo.¹³

O rendimento da prensagem em 11,36% foi baixo comparado à literatura com valores entre 19%¹² e 25,8%,¹³ explicado pela limitação do extrator (artesanal, prensagem a frio e máximo de 200 g por batelada, perdas de óleo nas paredes, pistão do êmbolo, trefilas e telas) e uso de prensa manual hidráulica. O óleo foi de ótima qualidade sensorial devido à coleta em saco de polietileno virgem, evitando contaminações grosseiras na extração. Outros fatores contribuintes: heterogeneidades das amostras (árvores em locais e idades diferentes, irregularidade na maturação das vagens) e perda por volatilização (o grão foi pesado, aquecido durante 2 h a 105 °C em estufa e prensado e possuía 5,12% de água e materiais voláteis que afetou no resultado do teor de óleo), com perspectivas de rendimento de 16,48%, próximo da literatura.¹²

Para a extração por solvente, o rendimento médio de óleo foi de 36,48%, na faixa da literatura, entre 34,5%¹⁰ e 40,4%⁹, com perspectiva de 41,6%, devido a erros grosseiros no tratamento dos grãos, retenção de óleo na torta e perdas em quantificação, respectivamente. Apesar do maior rendimento, o óleo extraído teve alterações depreciativas, principalmente nos índices de

acidez e peróxido, cor e pequena alteração no odor.

A Tabela 1 mostra o resultado do perfil cromatográfico do óleo de moringa e as massas molares (calculadas com as Equações 3.2e 3.3) para o óleo e para o biodiesel.

Observa-se que o óleo possui um percentual de 21,5% de ácidos graxos saturados e 78,5% de insaturados, com predomínio do ácido oléico como componente majoritário, um ácido graxo monoinsaturado que proporciona grande estabilidade oxidativa ao óleo.¹³

Tabela 1. Perfil de ácidos graxos (FAMES) do óleo de moringa obtido por prensagem e esterificado

| Tempo de retenção (min) | Massa molar do ácido graxo (g mol ⁻¹) | Ésteres metílicos do ácido graxo (FAMES) | Notação taquigráfica | Teor (%) | Perfil graxo (%) |
|---|---|--|----------------------|----------|---------------------|
| 12,4 | 228 | Mirístico | C14:0 | 0,2 | 21,5 Saturados |
| 14,5 | 256 | Palmítico | C16:0 | 5,8 | |
| 14,8 | 254 | Palmitoléico | C16:1c9 | 1,4 | |
| 16,6 | 284 | Estearico | C18:0 | 6,2 | |
| 16,7 | 282 | Oléico | C18:1c9 | 70,2 | |
| 16,8 | 282 | Vacênico | C18:1c11 | 4,6 | |
| 17,2 | 280 | Linoléico | C18:2c9,12 | 0,4 | 78,5 Insaturados |
| 18,5 | 312 | Araquídico | C20:0 | 3,7 | |
| 18,8 | 310 | Gadoléico | C20:1c11 | 1,9 | |
| 21,2 | 340 | Behênico | C22:0 | 5,6 | |
| Massa molar do óleo (g mol ⁻¹) | | | | 892,99 | |
| Massa molar do biodiesel (g mol ⁻¹) | | | | 298,99 | |

Tsakinis *et al.* (1999)¹³ determinaram os valores da estabilidade oxidativa (Rancimat a 120°C) antes e depois da degomagem do óleo de moringa por extração a frio (34,1 e 18,9 h), por extração com solvente hexano (36,8 e 10,8 h) e por extração com mistura de solventes clorofórmio/metanol (46,2 e 16,5 h), respectivamente, mostrando que a estabilidade do óleo bruto é cerca do dobro ou triplo que a do óleo degomado, explicado pela presença de grande quantidade de tocoferóis.

3.2. Parâmetros físico-químicos dos óleos de moringa

Os parâmetros escolhidos (Tabela 2) foram para avaliar características gerais de óleos vegetais (massa específica, viscosidade cinemática, índice de saponificação e de iodo) e degradação ou estabilidade do óleo pós-extração e conservação (índice de acidez, índice de peróxido e teor de água). A turbidez para avaliar possíveis interferentes coloidais presentes. O controle destes parâmetros foi para garantir boa condução na reação de transesterificação alcalina homogênea.

Tabela 2. Parâmetros analíticos dos óleos de moringa investigados

| Parâmetros analíticos realizados | Amostras investigadas | | | |
|---|----------------------------|---------------------------|------------------|-----------------------|
| | Óleo do grão por prensagem | Óleo do grão por solvente | Óleo misto bruto | Óleo misto purificado |
| Massa Específica (kg m^{-3} a 20 °C) (NBR 14065/ASTM D4052) | 909,5 | 907,2 | - | 907,0 (*) |
| Viscosidade Cinemática (mm^2s^{-1} a 40 °C) (NBR 10441/ASTM D445) | 43,6 | 39,1 | - | 41,7 |
| Índice de saponificação (mg KOH g^{-1} óleo)(IAL-2008) | 180,55 | 179,38 | - | - |
| Índice de iodo (gl_2 100 g^{-1} óleo) (Wijs / IAL-2008) | 68,93 | 70,71 | - | - |
| Índice de acidez (mg KOH g^{-1} óleo) (IAL-2008) | 8,85 | 20,54 | 18,07 | 0,25 |
| Índice de peróxido ($\text{meq O}_2 \text{kg}^{-1}$ óleo) (IAL-2008) | 3,34 | 5,42 | 5,16 | n.d.(**) |
| Teor de água (Karl Fischer) (mgkg^{-1}) (NBR 11348/ASTM D6304) | 876,6 | 632,0 | - | 630,2 |
| Turbidez(NTU a 20 °C) (TurbidímetroHach 2100N) | 64,1 | 12,6 | 18,7 | 2,13 |

(*) obtido pelo método do densímetro NBR 7148; (**) n.d. – não detectado pela metodologia analítica empregada.

As massas específicas (Tabela 2) deste estudo convergem com referências que apontaram valores entre $880,9 \text{ kg m}^{-3}$ (por solvente)¹³ e $909,9 \text{ kg m}^{-3}$ (por prensagem)²⁴ a 40 °C, mostrando tendência de diminuição no processo extrativo por solvente. As massas específicas do óleo de moringa bruto ou purificado estão abaixo do refinado de soja ($913,8 \text{ kg m}^{-3}$, a 40 °C), mas na média de óleos vegetais que variaram de $902,6 \text{ kg m}^{-3}$

para o de amendoim a $940,6 \text{ kg m}^{-3}$ para o de babaçu,²⁴ mas ligeiramente acima para o óleo diesel (852 kg m^{-3}) ou etanol hidratado (809 kg m^{-3}).²⁶

A viscosidade cinemática obtida neste estudo (Tabela 2) e nas referências para o óleo de moringa bruto ou purificado é maior que o de soja refinado ($32,6 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$ a 40°C), padrão brasileiro para produção de biodiesel.

Os resultados foram próximos de $49,16 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ (prensagem)²⁴ e de $37,87 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ (por hexano)²⁷ a 40°C , respectivamente. Remoção de componentes solúveis pelo solvente na extração ou resíduos deste pode provocar menor viscosidade no óleo. A literatura internacional mostra valores de extração por hexano entre 45 e $57 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ (a 40°C) para o óleo de moringa,^{13,14,28} dentro de expectativas de óleos vegetais, entre $27,2 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ para o de linhaça, $32,6 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ para o de soja e $53,6 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ para o de crambe, medidos a 38°C ,²² bem acima de $3,06 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ (a 40°C) para o óleo diesel.²⁶

O índice de saponificação serve como subsídio para calcular as massas molares do óleo ou constatar adulteração em oleaginosos saponificáveis, pois a distribuição graxa é quase sempre a mesma, com ácidos graxos entre 8 e 26 carbonos de cadeias saturadas ou insaturadas.¹³ Os resultados deste estudo (Tabela 2) convergem para a média das referências para o óleo de moringa ($176,23$ e $179,80 \text{ mg KOH g}^{-1}$ óleo),¹³ ($181,58 \text{ mg KOH g}^{-1}$ óleo),²⁴ ($185,56 \text{ mg KOH g}^{-1}$ óleo)²⁷ e dentro do intervalo clássico (entre 180 e $200 \text{ mg KOH g}^{-1}$ óleo) para oleaginosos vegetais ou animais saponificáveis como o óleo de soja com média de $190,0 \text{ mg KOH g}^{-1}$ óleo e o sebo bovino com média de $195 \text{ mg KOH g}^{-1}$ óleo.²⁹

O índice de iodo serve para avaliar a característica estrutural em termos de insaturações nas cadeias dos ésteres glicéricos do óleo. Quanto maior este índice, mais insaturado e mais vulnerável à degradação oxidativa. É recomendada sua avaliação no óleo bruto para evitar interferências de substâncias ou condições que alterem características e resultados analíticos.¹³ Os resultados deste estudo (Tabela 2) são convergentes com a literatura ($66,66$ e $66,83 \text{ mgI}_2 100\text{g}^{-1}$, por prensagem e por solvente, respectivamente),¹³ ($73,66 \text{ mgI}_2 100\text{g}^{-1}$)²⁵ e ($85,71 \text{ mgI}_2 100\text{g}^{-1}$).²⁷ O óleo de soja apresenta entre 120 e $141 \text{ mgI}_2 100\text{g}^{-1}$ e o sebo bovino entre 33 e $47 \text{ mgI}_2 100\text{g}^{-1}$.²⁹

O índice de acidez mede a presença de ácidos graxos livres (AGL)²² e foram altos nos óleos brutos e bem acima da condição

aceitável para matéria-prima de biodiesel (acidez máxima de $0,5 \text{ mg KOH g}^{-1}$).¹¹ Referências da literatura variaram desde $0,33 \text{ mg KOH g}^{-1}$ (por prensagem)²⁵ até $5,89 \text{ mg KOH g}^{-1}$ (por solvente),²⁸ mostrando que o método extrativo por solvente influencia de forma depreciativa na qualidade do óleo, confirmado pelos valores deste estudo de $8,85 \text{ mg KOH g}^{-1}$ (por prensagem) e $20,54 \text{ mg KOH g}^{-1}$ (por solvente), reforçado pelo aquecimento e interações químicas entre o óleo e o solvente de extração. Pode ser influenciado também pelas condições das sementes, tempo e condições de armazenamento, processamento e formas de manipulação. O óleo de moringa misto bruto apresentou $18,07 \text{ mg KOH g}^{-1}$, muito acima de $0,5 \text{ mg KOH g}^{-1}$, exigindo tratamentos de degomagem, neutralização, lavagem e secagem, condicionando-o eficazmente, para $0,25 \text{ mg KOH g}^{-1}$ (óleo misto purificado).

Os resultados do índice de peróxido deste estudo (Tabela 2) foram acima do óleo de soja refinado (admite-se até $0,5 \text{ meq O}_2 \text{ kg}^{-1}$), matéria-prima mais usada no Brasil para biodiesel e limites aceitáveis para óleos vegetais brutos (até $15 \text{ meq O}_2 \text{ kg}^{-1}$) ou refinados (até $10 \text{ meq O}_2 \text{ kg}^{-1}$) segundo a RDC n.270/2005,³⁰ para produtos com baixa depreciação oxidativa. Os resultados foram acima do referencial de soja, mas dentro do aceitável pela RDC n. 270/2005, ratificada pela ANP,¹⁹ para óleos vegetais com fins de produção de biodiesel. O índice de peróxido do óleo misto purificado não foi detectado pela metodologia empregada evidenciando que os tratamentos de degomagem, neutralização, lavagem e secagem removeram os contaminantes causadores de oxidação.

A água presente, mesmo em pequenas quantidades, nos óleos é um fator depreciativo favorecendo reações de hidrólise, oxidação e degradação microbiana contribuindo negativamente para a produção do biodiesel.¹¹ Os teores de água deste estudo (Tabela 2) ficaram abaixo de $0,1\%$. Os resultados para o óleo extraído por solvente e para o purificado foram semelhantes sugerindo que tratamentos reacionais e

aquecimentos melhoram os níveis aceitáveis de água neste material. No entanto, parece haver algo intrínseco na estrutura do graxo para manter algo residual. Os valores foram abaixo do aceitável em matérias-primas oleaginosas para transesterificação alcalina (0,1% de umidade máxima).¹¹

A turbidez, parâmetro inovador em estudos sobre oleaginosos, serviu para avaliar a modificação na aparência do óleo de moringa misto bruto durante seus tratamentos de purificação. Os resultados deste estudo (Tabela 2) decresceram substancialmente ao longo dos tratamentos. Pela avaliação do resultado para o óleo misto purificado percebe-se que a interação química com solvente de extração ou reagentes de tratamentos promove a redução substancial da turbidez provocada por espécies químicas sem interesse na composição final do biodiesel produzido. A aparência e a cor do óleo de moringa e do biodiesel purificados e da glicerina impura são bem interessantes visualmente e tecnicamente, consequência da eliminação de substâncias coloidais, mensuradas pela determinação evolutiva da turbidez.

3.3. Purificação do óleo de moringa para produção do biodiesel

O óleo misto bruto (250 mL) submetido à degomagem, neutralização, lavagem e secagem resultou no óleo purificado (148 mL). Houve grande redução no material de partida com perda de cerca de 40,8% (v/v) de impurezas, representadas por fosfatídeos removidos na degomagem e sabões da neutralização, além de espécies presentes arrastadas nestes tratamentos, inclusive água ocluída das lavagens sucessivas e secagem.

A degomagem removeu 10% (v/v) de “óleo” e diminuiu a turbidez de 31,15 NTU para 22,82 NTU enquanto o índice de acidez permaneceu praticamente constante (aprox. de 18mg KOH g⁻¹) para os óleos bruto e degomado.

A neutralização do degomado removeu 33% (v/v) de “óleo”, devido à alta acidez presente (18,07 mg KOH g⁻¹). O óleo neutralizado sobrenadante e sem lavagem teve redução drástica do índice de acidez (0,27 mg KOH g⁻¹), atingindo valores aceitáveis para matéria-prima de biodiesel (máximo de 0,5 mg KOH g⁻¹),¹¹ porém a turbidez aumentou de 22,82 NTU para 29,65 NTU.

A lavagem do neutralizado reduziu cerca de 1,3% (v/v) de “óleo”, o índice de acidez reduziu de 0,27 mg KOH g⁻¹ para 0,19 mg KOH g⁻¹ e a turbidez caiu de 29,65 NTU para 2,31 NTU, melhorando consideravelmente a aparência do óleo nesta condição.

A secagem do óleo tratado por degomagem, neutralização e lavagem, praticamente não provocou remoção de material (estimado em 0% devido à forma de mensuração, percentagem volumétrica). O índice de acidez deste óleo foi de 0,25 mg KOH g⁻¹ e a turbidez reduziu de 2,31 NTU para 2,13 NTU.

Após os tratamentos aplicados, as condições de acidez (0,25 mg KOH g⁻¹) e teor de água (630,2 mg kg⁻¹ ou 0,06%) atingiram condições aceitáveis para matéria-prima oleaginosa para produção de biodiesel.¹¹

A turbidez foi monitorada como um parâmetro inovador de avaliação analítica e influenciou bastante na clarificação e fluidez do óleo partindo-se de 31,15 NTU (óleo misto bruto) para 2,13 NTU (óleo misto purificado), equivalendo a uma remoção de coloides de 93,16%, enquanto o índice de acidez caiu de 18,07 para 0,25 mg KOH g⁻¹, equivalendo a uma eficiência de remoção de 98,62% em termos de ácidos graxos livres.

3.4. Parâmetros analíticos do biodiesel obtido em escala de bancada

Os parâmetros investigados (Tabela 3) para o biodiesel metílico do óleo de moringa foram: aspecto, massa específica, viscosidade cinemática, teor de éster, índice de acidez e

teor de água, recomendados pela Resolução 45/2014¹⁹ e comparados com referências da literatura.

As massas específicas deste estudo e das referências ficaram dentro da faixa recomendada (850 a 900 kg m⁻³) pela Res. 45/2014,¹⁹ mostrando que este parâmetro é facilmente atingido após purificação do biodiesel produzido.

As viscosidades cinemáticas atenderam a faixa recomendada (3,0 a 6,0 mm² s⁻¹), com exceção do valor de 13,56 mm² s⁻¹,¹¹ nas comparações utilizadas. Este estudo encontrou uma viscosidade de 5,5 mm² s⁻¹, bem próxima do limite superior aceito pela Res. 45/2014 da ANP,¹⁹ mas de boa fluidez no manuseio laboratorial e análise sensorial de tato do óleo de moringa.

Tabela 3. Parâmetros do biodiesel metílico do óleo de moringa e comparativos

| Parâmetros / Métodos deste estudo | Dados deste estudo | RASHID <i>et al.</i> , (2008) ²¹ / RASHID <i>et al.</i> , (2011) ³¹ | OLIVEIRA <i>et al.</i> (2012) ¹¹ | Parâmetros segundo ANP (Res.45/2014) ¹⁹ |
|--|--|---|---|--|
| Aspecto | Límpido, amarelado e isento de partículas em suspensão | - | - | Límpido e isento de partículas em suspensão |
| Massa específica (kg m ⁻³ ; 20 °C) (NBR 7148) | 869 (*) | 875 | 887 | 850 - 900 |
| Viscosidade cinemática (mm ² s ⁻¹ ; 40 °C) (NBR 10441) | 5,5 | 4,83 | 13,56 | 3,0 – 6,0 |
| Teor de éster (%) (Cromatografia gasosa) | 86,2 | - | 83,68 | Mín. 96,5 |
| Índice de acidez (mg KOH g ⁻¹ óleo) (NBR 14448) | 0,43 | 0,38 | 0,028 | Máx. 0,50 |
| Teor de água (mg kg ⁻¹) (ASTM D 6304) | 615,8 | 100 | 0 (**) | Máx. 200 |

(*) Método do densímetro NBR 7148; (**) Medido como água e sedimentos e expresso em %

O teor de éster ou pureza do biodiesel foi de 83,68%¹¹ e 86,2% neste estudo em transesterificação alcalina. O resultado deste estudo ficou abaixo da recomendação da ANP (mínimo de 96,5 %) requerendo ajustes experimentais. Transesterificação metílica alcalina potássica realizada em microescala (uso de 35 mg no ensaio) forneceu 98,23% em éster, superando o mínimo recomendado pela Res. 45/2014 da ANP,¹⁹ atendendo esta condição de parâmetro.

O índice de acidez deste estudo e das referências atendeu as recomendações da Res. 45/2014.¹⁹ O maior valor encontrado foi deste estudo que pode estar atrelado ao estado inicial das sementes usadas na extração, ao baixo teor de éster encontrado ou mesmo as condições do óleo bruto de partida, mesmo tendo sido bem purificado.

O teor de água (615,8 mg kg⁻¹) ficou acima do limite aceitável pela Res. 45/2014 da ANP¹⁹ (máximo de 200 mg kg⁻¹) requerendo ajustes operacionais na etapa de secagem.

4. Conclusões

O rendimento extrativo do óleo das sementes de moringa deste estudo convergiu com a literatura, principalmente usando o método por solvente. O óleo bruto apresenta coloração amarela (por prensagem) a alaranjada (por solvente) e ligeira turvação. O óleo de prensagem apresenta odor frutal de nozes a cacau, enquanto o extraído por solvente, odor residual de hexano. A caracterização cromatográfica revelou um perfil graxo com predominância de ácido oléico (maior que 70%) que garante boa fluidez ao óleo e alta estabilidade oxidativa. As técnicas de purificação empregadas foram eficientes, sendo as maiores remoções de impurezas na degomagem e na neutralização, condicionando o óleo purificado para uma condição aceitável de matéria-prima para biodiesel (acidez de 0,25 mg KOH g⁻¹ e teor de água de 0,06 %) em transesterificação alcalina homogênea. A conversão do óleo em

biodiesel por (transesterificação alcalina homogênea) resultou em teores de éster de 86,2% em escala de bancada e 98,2% em microescala, ratificando a viabilidade da metodologia usada. Os resultados analíticos do biodiesel produzido projetam a *Moringa oleifera* como uma matéria-prima oleaginosa com grande potencial (teor de óleo maior que 35%) para biodiesel no Brasil, principalmente em regiões de climas áridos e solos menos férteis.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao pessoal técnico e gestores dos Laboratórios LEAQ, LAC, LPC e LCI do Departamento de Engenharia Química da UFPE, Laboratório de Fluidos do ITEP e LAMES da Universidade Federal de Goiás (UFG) pelo suporte durante as análises realizadas.

Referências Bibliográficas

- ¹ Fahey, J. W. *Moringa oleifera*: A Review of the Medical Evidence for Its Nutritional, Therapeutic, and Prophylactic Properties. Part 1. *Trees for Life Journal* **2005**, *1*, 5. [Link]
- ² Hdra, Miracletrees.org Page. Disponível em: <http://miracletrees.org/moringa-doc/all_about_moringa_the_wonder_tree.pdf>. Acesso em: 1 agosto 2012.
- ³ Pandey, A.; Pradheep, K.; Gupta, R.; Nayar, E. R.; Bhandari, D. C. 'Drumstick tree' (*Moringa oleifera* Lam.): a multipurpose potential species in India. *Genetic Resources and Crop Evolution* **2011**, *58*, 453. [CrossRef]
- ⁴ Lim, T. K. *Moringa oleifera*. *Edible Medicinal And Non-Medicinal Plants, Fruits* **2012**, *3*, 453. [CrossRef]
- ⁵ Crosby, G. W.; *Doctoral Dissertation, University of Massachusetts Amherst*, 2007. [Link]
- ⁶ Foidl, N.; Makkar, H. P. S.; Becker, K. Miracletrees.org Page. Disponível em: <http://miracletrees.org/moringadoc/the_po

- tential_of_moringa_oleifera_for_agricultural_and_industrial_uses.pdf>. Acesso em: 1 outubro 2014.
- ⁷ Silva, M. J.; Souza, S. N. M.; Souza, A. A.; Martins, G. I.; Secco, D. Motor gerador ciclo diesel sob cinco proporções de biodiesel com óleo diesel. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental* **2012**, *16*, 320. [CrossRef]
- ⁸ Ramalho, H. F.; Suarez, P. A. Z. A Química dos Óleos e Gorduras e seus Processos de Extração e Refino. *Revista Virtual de Química* **2013**, *5*, 2. [CrossRef]
- ⁹ Anwar, F.; Bhangar, M. I. Analytical Characterization of *Moringa oleifera* Seed Oil Grown in Temperate Regions of Pakistan. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **2003**, *51*, 6558. [CrossRef] [PubMed]
- ¹⁰ Goja, A. M. Physico-chemical properties of oil produced from *Moringa oleifera*, *Jatropha curcas* and *Carthamus tinctorius* L seeds. *International Journal of Advanced Research* **2013**, *1*, 181. [Link]
- ¹¹ Oliveira, D. S.; Fonseca, X. D. S.; Farias, P. N.; Bezerra, V. S.; Pinto, C. H. C.; Souza, L. D.; Santos, A. G. D.; Matias, L. G. O. Obtenção do biodiesel através da transesterificação do óleo de *Moringa Oleifera* Lam. *HOLOS* **2012**, *1*, 49. [Link]
- ¹² Parrotta J. A., US Forest Service Research & Development Page. Disponível em: <<http://www.treeseearch.fs.fed.us/pubs/30357>>. Acesso em: 10 dezembro 2012.
- ¹³ Tsaknis J.; Lalas, S.; Gergis V.; Dourtoglou V.; Spiliotis V. Characterization of *Moringa oleifera* Variety Mbololo Seed Oil of Kenya. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **1999**, *47*, 4495. [CrossRef] [PubMed]
- ¹⁴ Lalas, S.; Tsaknis, J. Extraction and identification of natural antioxidant from the seeds of the *Moringa oleifera* tree variety of Malawi. *Journal of the American Oil Chemists' Society* **2002**, *79*, 677. [CrossRef]
- ¹⁵ BRASIL (2015) – ANP - Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Informações sobre biodiesel. Disponível em <http://www.anp.gov.br/?id=472>. Acesso em: 20 outubro 2015.
- ¹⁶ Knothe, G.; Gerpen, J. V.; Krahl, J.; *The Biodiesel Handbook*. Champaign, AOCS Press: Illinois, 2005.
- ¹⁷ Aransiola, E. F.; Ojumu, T. V.; Oyekola, O. O.; Madzimbamuto, T. F.; Ikhu-Omoregbe, D. I. O. A review of current technology for biodiesel production: State of the art. *Biomass and Bioenergy* **2014**, *61*, 276. [CrossRef]
- ¹⁸ Ramos, L. P.; Silva, F. R.; Mangrich, A. S.; Cordeiro, C. S. Tecnologias de Produção de Biodiesel. *Revista Virtual de Química* **2011**, *3*, 385. [CrossRef]
- ¹⁹ Sítio da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - ANP. *Resolução nº 45*, 2014. Disponível em: <[http://nxt.anp.gov.br/NXT/gateway.dll/leg/resolucoes_anp/2014/agosto/ranp%2045%20-%202014.xml?fn=document-frameset.htm?f=templates\\$3.0](http://nxt.anp.gov.br/NXT/gateway.dll/leg/resolucoes_anp/2014/agosto/ranp%2045%20-%202014.xml?fn=document-frameset.htm?f=templates$3.0)>. Acesso em: 20 outubro 2014.
- ²⁰ Hartman, L.; Lago R. C. A. Rapid preparation of fatty acid methyl esters from lipids. *Laboratory Practice* **1973**, *22*, 475. [PubMed]
- ²¹ Rashid U.; Anwar F.; Moser B. R.; Knothe G. *Moringa oleifera* oil: A possible source of biodiesel. *Bioresource Technology* **2008**, *99*, 8175. [CrossRef] [PubMed]
- ²² Moser, B.R. Biodiesel production, properties, and feedstocks. *In Vitro Cellular & Developmental Biology - Plant* **2009**, *45*, 229. [CrossRef]
- ²³ Naik, M.; Meher, S. N.; Naik, L. M. Production of biodiesel from high free fatty acid Karanja (*Pongamia pinnata*) oil. *Biomass and Bioenergy* **2008**, *32*, 354. [CrossRef]
- ²⁴ Santana, C. R.; Pereira, D. F.; Araújo, N. A.; Cavalcanti, E. B.; Silva, G. F. Caracterização físico-química da moringa (*Moringa oleifera* Lam). *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais, Campina Grande* **2010**, *12*, 55. [Link]
- ²⁵ Singh, S. P.; Singh, D. Biodiesel production through the use of different sources and characterization of oils and their esters as the substitute of diesel: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2010**, *14*, 200. [CrossRef]

- ²⁶ Garcia, R.; *Combustíveis e combustão industrial*, 1a. ed., Interciência: Rio de Janeiro, 2002.
- ²⁷ Pereira, D. F.; Silva, G. P.; Barreto, M. L. G.; Silva, G. F.; *II Congresso Brasileiro de Mamona e I Simpósio Internacional de Oleaginosas Energéticas*, João Pessoa, Brasil, 2010.
- ²⁸ Rahman, I. M. M.; Barua, S.; Nazimuddin, M.; Begum, Z. A.; Rahman, M. A.; Hasegawa, H. Physicochemical properties of Moringa oleifera lam. seed oil of the indigenous-cultivar of Bangladesh. *Journal of Food Lipids* **2009**, *16*, 540. [CrossRef]
- ²⁹ Sítio da Campestre.com.br. *Especificações técnicas do óleo de soja*. Disponível em: <http://www.campestre.com.br/especificacao_soja.shtml>. Especificações técnicas do sebo bovino. <http://www.campestre.com.br/especificacao_sebo_bovino.shtml>. Acesso em: 20 outubro 2014.
- ³⁰ Sítio da Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA. *Resolução RDC nº 270*, 2005. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/wps/wcm/connect/82d8d2804a9b68849647d64600696f00/RDC_n_270.pdf?MOD=AJPERES>. Acesso em: 20 outubro 2014.
- ³¹ Rashid, U.; Anwar, F.; Ashraf, M.; Saleem, M.; Yusup, S. Application of response surface methodology for optimizing transesterification of Moringa oleifera oil: biodiesel production. *Energy Conversion and Management* **2011**, *52*, 3034. [CrossRef]