



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE  
UNIDADE ACADÊMICA DE SAÚDE  
CURSO DE BACHARELADO EM FARMÁCIA

FÁBIA RAFAELLA SILVA ALVES

**SURFACTANTE OBTIDO DE ÓLEO DE FRITURA TRANSESTERIFICADO COM  
ÁLCOOL VANÍLICO PARA FORMAÇÃO DE SISTEMA MICROEMULSIONADO**

CUITÉ – PB

2019

FÁBIA RAFAELLA SILVA ALVES

**SURFACTANTE OBTIDO DE ÓLEO DE FRITURA TRANSESTERIFICADO COM  
ÁLCOOL VANÍLICO PARA FORMAÇÃO DE SISTEMA MICROEMULSIONADO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao  
Curso de Bacharelado em Farmácia da  
Universidade Federal de Campina Grande, como  
forma de obtenção do título de Bacharel em  
Farmácia.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Juliana de Souza Alencar  
Falcão

CUITÉ – PB

2019

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE  
Responsabilidade Rosana Amâncio Pereira – CRB 15 – 791

A474s      Alves, Fábía Rafaella Silva.

Surfactante obtido de óleo de fritura transesterificado com álcool vanílico para formação de sistema microemulsionado. / Fábía Rafaella Silva Alves. – Cuité: CES, 2019.

48 fl.

Monografia (Curso de Graduação em Farmácia) – Centro de Educação e Saúde / UFCG, 2019.

Orientação: Juliana de Souza Alencar Falcão .

1. Sustentabilidade. 2. Transesterificação. 3. Novos sistemas de liberação. 4. Microemulsões. I. Título.

Biblioteca do CES - UFCG

CDU 502.131.1

FÁBIA RAFAELLA SILVA ALVES

**SURFACTANTE OBTIDO DE ÓLEO DE FRITURA TRANSESTERIFICADO COM  
ÁLCOOL VANÍLICO PARA FORMAÇÃO DE SISTEMA MICROEMULSIONADO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao  
Curso de Bacharelado em Farmácia da  
Universidade Federal de Campina Grande, como  
forma de obtenção do título de Bacharel em  
Farmácia.

Aprovado em: 25 de novembro de 2019

**BANCA EXAMINADORA:**

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Juliana de Souza Alencar Falcão  
Orientadora – UFCG

---

Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas  
Banca examinadora – UFCG  
Suplente: Ms. Cosme Silva Santos

---

Prof. Dr. Marciano Henrique de Lucena Neto  
Banca examinadora – UFCG  
Suplente: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Maria Emília da Silva Menezes

Aos meus pais José Roberto Alves (*in memoriam*) e Maria de Fátima Silva Alves e ao meu irmão José Roberto Alves Júnior, que nunca mediram esforços para me ajudar a chegar até aqui. À minha avó e segunda mãe Maria Gorete dos Santos, que sempre esteve presente demonstrando o seu amor em cada gesto e acreditando em cada um dos meus passos. A vocês, o meu esforço, amor e a minha gratidão.

## AGRADECIMENTOS

A princípio, agradeço a Deus por ter sido o meu sustento e fortaleza ao longo desses anos, por ter me permitido alcançar este sonho tão almejado e por não permitir que eu desistisse diante de minhas fraquezas. Agradeço por cada momento, cada noite mal dormida ou nem dormida, cada laço de amizade, cada ensinamento da faculdade e da vida. Sem dúvidas, eu nada seria sem o amparo e o amor de Deus e da minha mãe Maria Santíssima.

Aos meus pais... meu pai, Roberto (*in memoriam*) que partiu antes de me ver realizar este sonho, que também era dele, mas que sempre lutou para me dar o melhor que podia e sempre demonstrou o seu amor e orgulho, ao seu modo, sempre ansioso pela minha volta para casa. Sei que, onde estiver, estará feliz e orgulhoso pela sua menininha. Que saudade! Minha mãe, Fátima, a melhor mãe, que sempre me compreendeu e me apoiou em cada passo, que nunca me deixou só, mesmo distante, que com seu zelo e amor, me faz acreditar que eu era capaz de conquistar tudo o que eu quisesse. Obrigada por seu exemplo de paciência e dedicação. Se hoje eu sou o que eu sou, devo tudo a vocês! Esta conquista pertence a vocês!

Ao meu irmão, Júnior, que, embora não demonstre muito, expressa o seu amor em cada pequeno gesto, zelando, cuidando e se esforçando a cada dia para que eu alcance o meu melhor. Obrigada por tudo. Você é muito importante para mim.

À minha avó, Maria, o pilar da nossa família, exemplo de fé e de amor, a imagem de Nossa Senhora na Terra. A Senhora que sempre me ensinou a andar pelo caminho da paciência e que sempre colocou o meu nome em cada oração. O seu amor é um dos bens mais valiosos que eu poderia alcançar durante esta vida. Obrigada por ser mais que avó, por ser mãe também.

A toda a minha família, em especial tia Rosinha e tia Rosilene, por exercerem também o papel de mãe, por cada gesto de amor e carinho, por sempre estarem à frente aspirando as melhores coisas para a minha vida. Vocês também foram essenciais nesta conquista. Palavras não descrevem o tamanho da gratidão que tenho por ter vocês.

Aos meus amigos Úrsula, Bárbara, Rafaela, Elisiane, Cybelle, Titi, Ronney e Karol, por estarem comigo nos momentos difíceis e alegres. Por dividirem a vida comigo e por serem abrigo. Obrigada por cada palavra de conforto nas horas difíceis, por cada abraço de reencontro e por permitirem esses reencontros.

À minha amiga, dupla, cúmplice e parceira de Cuité, Arielly, pela amizade, pelo companheirismo e por todos os momentos que me propiciou. Você me adotou como se eu fizesse parte da sua família, e hoje tenho você como minha irmã. Foi você que me acompanhou e que esteve presente em quase todos os momentos desta jornada, sempre juntas.

Obrigada por sua amizade verdadeira. Agradeço também a “tia”, que me adotou como filha, e que hoje a tenho como minha mãe também. Nunca esquecerei vocês!

Ao meu grupo de sempre: Anderson, André, Arielly e Wedja, por todos os momentos de apoio, de risadas, de estudo e de partilha. Sou muito grata por ter encontrado pessoas tão especiais quanto vocês, que tornaram esta jornada árdua mais leve. Hoje, carrego comigo um pouco de cada um de vocês. Sempre considerarei vocês o meu grupo.

Às minhas vizinhas Sayonara e Natalícia, que compartilharam comigo momentos de solidão, alegria e tristeza. Vocês são muito especiais.

Ao meu amigo Carlos Dantas, pelos momentos de descontração e por me ajudar nas análises de laboratório.

A nova CDA: Magda, Mirla e Yanne, por me ensinarem sobre convivência e por diminuírem o fardo deste último período tão carregado, enchendo os meus dias de alegria, e demonstrando cuidado e preocupação. Vocês se tornaram a minha família também e me acolheram de tal modo que me fez sentir em casa. Obrigada por me acolherem na casa e na vida de vocês. Com certeza, a recíproca é verdadeira.

A Gilvan, por todo apoio, por acreditar em mim e por ser lar e abrigo nos momentos de cansaço e após as longas horas no laboratório.

À minha orientadora, Juliana Alencar, por ser mais que uma professora, ser exemplo de pessoa e de profissional. Obrigada por todo incentivo, pela paciência, por estar sempre disponível, por acreditar no meu potencial, às vezes até mais que eu mesma, e por me ensinar que posso ser melhor, que sempre há algo que pode ser feito, por me impulsionar! O seu entusiasmo, a sua alegria e a sua positividade foram fundamentais neste processo. Conseguimos!

A banca examinadora: Juliano Rufino e Marciano Lucena, por aceitarem tão gentilmente contribuir para este trabalho. Em especial, a Juliano, por me acompanhar e orientar no processo de síntese.

A equipe do laboratório de síntese orgânica e química medicinal, em especial Cosme, Romário, Jadson e Aqueline por todo suporte e ajuda na realização deste trabalho.

A Raquel, Isadora, Anaisa e Ricardo, por irem me buscar na universidade nas vezes em que saí tarde da noite do laboratório.

A minha turma de curso, pela partilha durante esses anos. Vocês, com certeza, foram uma das peças-chave para que tudo isso valesse a pena.

A todos que de forma direta ou indireta contribuíram para este dia chegar e para eu me tornar quem eu sou hoje.

*“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades.  
Lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram  
conquistadas do que parecia impossível.”*

*Charles Chaplin*



## RESUMO

Os impactos ambientais decorrentes do despejo de resíduos no ambiente, tais como o óleo residual de fritura, gera a necessidade de alternativas para a reciclagem dessas matérias-primas. A transesterificação é um processo pelo qual pode-se modificar as características desse resíduo, gerando um produto de caráter mais hidrofílico, viabilizando o seu emprego na produção de formas farmacêuticas como emulsões. Desse modo, o presente estudo propôs a transesterificação de óleos residuais de fritura para aplicação em um sistema microemulsionado. A princípio, foi realizada a padronização do método de transesterificação observando a melhor condição a ser aplicada no óleo residual de fritura. Dos métodos testados, o sistema de refluxo apresentou melhor separação e formação do produto, sendo empregado para a transesterificação do óleo residual com álcool vanílico. A produção das emulsões foi realizada a partir da obtenção do EHL (Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo) requerido pelo óleo transesterificado, que foi realizada experimentalmente, sendo preparados pilotos de emulsões com concentrações distintas de água, óleo transesterificado e uma mistura de dois tensoativos LABRAFIL® M1944CS e Lauril Eter Sulfato de Sódio (LESS) 27%. A transesterificação do óleo residual com álcool vanílico foi viável, demonstrando separação de fases e a formação do produto pretendido. Para a produção da microemulsão, verificou-se que os melhores resultados foram obtidos quando a proporção de surfactante aumentou para 87% e a quantidade de água e óleo diminuiu para 10% e 3%, respectivamente, obtendo, ao final, um sistema transparente com total emulsificação da fase oleosa. Desse modo, o impacto desta pesquisa é evidenciado pela viabilidade de aproveitamento do óleo residual de fritura em emulsões, por gerar um produto de valor agregado, sustentável e com diferentes atribuições.

**Palavras-chave:** Sustentabilidade; transesterificação; novos sistemas de liberação; microemulsões.

## ABSTRACT

Environmental impacts resulting from the dumping of waste into the environment, such as residual frying oil, generate the need for alternatives for recycling these raw materials. Transesterification is a process by which the characteristics of this residue can be modified, generating a more hydrophilic product, enabling its use in the production of pharmaceutical forms as emulsions. Thus, the present study proposed the transesterification of frying waste oils for application in a microemulsion system. At first, the transesterification method was standardized observing the best condition to be applied to the residual frying oil. From the tested methods, the reflux system presented better separation and formation of the product, being used for the transesterification of the residual oil with vanillic alcohol. The production of the emulsions was performed by obtaining the EHL (Hydrophilic Lipophilic Balance) required by the transesterified oil, which was carried out experimentally, being prepared emulsion pilots with different concentrations of water, transesterified oil and a mixture of two surfactants LABRAFIL® M1944CS. and Sodium Lauryl Ether Sulfate (LESS) 27%. Transesterification of the residual oil with vanillic alcohol was feasible, demonstrating phase separation and formation of the desired product. For the production of microemulsion, it was found that the best results were obtained when the proportion of surfactant increased to 87% and the amount of water and oil decreased to 10% and 3%, respectively, resulting in a transparent system with total emulsification of the oil phase. Thus, the impact of this research is evidenced by the feasibility of using residual frying oil in emulsions, as it generates a product of added value, sustainable and with different attributions.

**Keywords:** Sustainability; transesterification; new release systems; microemulsions.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Reação de Transesterificação.....	20
Figura 2 – Representação da classificação de Winsor.....	22
Figura 3 – Tipos de microemulsão esquematizados.....	23
Figura 4 – Representação de uma molécula anfifílica.....	24
Figura 5 – Formação de micelas.....	25
Figura 6 – Escala de EHL e atividade dos surfactantes.....	26
Figura 7 – Processo de transesterificação do óleo residual com álcool vanílico.....	28
Figura 8 – Reação de transesterificação de óleo residual de fritura. (A) separação da glicerina. (B) CCD correspondente.....	35
Figura 9 – Reação de transesterificação do óleo residual com álcool vanílico (A) separação do biodiesel. (B) CCD correspondente.....	36
Figura 10 – Óleos antes e após a reação de transesterificação.....	37
Figura 11 – Emulsões obtidas a partir do óleo de soja, com seus respectivos valores de EHL.....	38
Figura 12 – Emulsões obtidas a partir do éster vanílico, com seus respectivos valores de EHL.....	39
Figura 13 – Emulsões obtidas a partir do óleo de soja, utilizando EHL 14.....	40
Figura 14 – Formulações de EHL 12 empregando óleo de soja (a esquerda) e éster vanílico (a direita).....	41
Figura 15 – Formulações de EHL 9 empregando óleo de soja (a esquerda) e éster vanílico (a direita).....	41

## **LISTA DE TABELAS**

<b>Tabela 1 – Resumo dos tipos de emulsão e suas características.....</b>	<b>21</b>
<b>Tabela 2 – Determinação do EHL dos óleos transesterificados .....</b>	<b>30</b>
<b>Tabela 3 – Concentração das emulsões obtidas a partir do óleo de soja .....</b>	<b>31</b>
<b>Tabela 4 – Concentração das microemulsões obtidas a partir do éster vanílico .....</b>	<b>32</b>
<b>Tabela 5 – Condições reacionais para transesterificação do óleo de soja .....</b>	<b>33</b>

## LISTA DE ABREVIATURAS

ME - Microemulsão

EHL – Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo

LEES – Lauril Éter Sulfato de Sódio

Lab – Labrafil ® M1944CS

CMC – Concentração Micelar Crítica

CCD – Cromatografia em Camada Delgada

O/A – Óleo em água

A/O – Água em óleo

pH – Potencial hidrogeniônico

qsp – Quantidade suficiente para

NaOH – Hidróxido de sódio

HCl – Ácido clorídrico

NaCl – Cloreto de sódio

mL – Mililitro

min – Minutos

P – Padrão

P + R – Padrão + Reação

R – Reação

OS – Óleo de soja

ORF – Óleo residual de fritura

ORFTAV – Óleo residual de fritura transesterificado com álcool vanílico

FO – Fase oleosa

% - Porcentagem

nm – nanômetro

> - Maior que

< - Menor que

$\Delta G$  – Variação da energia livre de Gibbs

°C – Graus celsius

## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>15</b>
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	<b>17</b>
<b>2.1 Geral</b> .....	<b>17</b>
<b>2.2 Específicos</b> .....	<b>17</b>
<b>3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	<b>18</b>
<b>3.1 Aspectos gerais</b> .....	<b>18</b>
<b>3.2 Óleo residual de fritura</b> .....	<b>18</b>
<b>3.3 Reação de transesterificação</b> .....	<b>19</b>
<b>3.4 Sistemas emulsionados</b> .....	<b>20</b>
<b>3.4.1 Microemulsão</b> .....	<b>22</b>
3.4.2 Agentes surfactantes.....	23
3.4.3 Concentração Micelar Crítica (CMC).....	24
3.4.4 Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo (EHL).....	25
<b>4 METODOLOGIA</b> .....	<b>27</b>
<b>4.1 Local da pesquisa</b> .....	<b>27</b>
<b>4.2 Material</b> .....	<b>27</b>
<b>4.3 Equipamentos</b> .....	<b>27</b>
<b>4.4 Coleta e filtragem do óleo residual</b> .....	<b>27</b>
<b>4.5 Reação de transesterificação</b> .....	<b>27</b>
4.5.1 Padronização do método.....	27
4.5.2 Transesterificação do óleo residual com álcool vanílico.....	28
<b>4.6 Caracterização das amostras</b> .....	<b>29</b>
4.6.1 Cromatografia em Camada Delgada (CCD).....	29
<b>4.7 Determinação do Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo (EHL)</b> .....	<b>29</b>
<b>4.8 Microemulsionado contendo éster vanílico</b> .....	<b>30</b>
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>33</b>
<b>5.1 Reação de transesterificação</b> .....	<b>33</b>
5.1.1 Padronização do método.....	33
5.1.2 Transesterificação do óleo residual com álcool vanílico.....	36
<b>5.2 Determinação do Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo (EHL)</b> .....	<b>37</b>
5.2.1 Óleo de soja .....	38

5.2.2 Éster vanílico.....	38
<b>6 CONCLUSÃO.....</b>	<b>43</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>44</b>



## INTRODUÇÃO

Com os progressivos efeitos de degradação ambiental decorrentes de atividades industriais e urbanas, tem se demonstrado, nos últimos anos, crescente interesse e preocupação com a reciclagem de resíduos agrícolas e agroindustriais, tanto pelos efeitos da degradação ambiental ocasionados pelo descarte incorreto de tais resíduos na natureza, como pelo baixo custo que essas “matérias-primas” apresentam. Com isso, o desenvolvimento da pesquisa de métodos de reciclagem tem sido cada vez mais presente no contexto atual como alternativa de gerenciamento e diminuição de danos, atribuindo também, dessa maneira, valor agregado a esses produtos (MARCHEZAN et al., 2014; SANTOS, 2018).

O óleo vegetal é um produto consumido mundialmente, sendo principalmente utilizado para fritura de alimentos. Este, quando descartado de forma indiscriminada, ocasiona sérios danos ao meio ambiente, a citar: contaminação da fauna aquática, do solo e a impermeabilidade do mesmo, além de provocar a danificação das tubulações domésticas e das redes de tratamento de esgoto. Isto contrasta com seu potencial de reciclagem, uma vez que pode ser empregado como matéria-prima na fabricação de diversos produtos, a citar biodiesel, tintas, óleos para engrenagens, sabão, detergente, sabonetes, entre outros (COSTA; LOPES; LOPES, 2015; WEYER; NORA, 2015).

Apesar das possibilidades do óleo residual, ainda não existe estatísticas oficiais de quanto desse rejeito volta para a cadeia produtiva. Porém o estudo de Santos (2009) aponta que no Brasil são descartados 9 bilhões de litros de óleo de cozinha por ano. Destes, apenas 2% é reciclado, passando pelo processo de logística reversa, sendo reinserido na cadeia. Nas residências quando jogado pelo ralo da pia, provoca o entupimento das tubulações nas redes de esgoto, aumentando em até 45% os seus custos de tratamento (WEYER; NORA, 2015).

Para ser reinserido, o óleo necessita passar por processos de purificação e modificação de suas características, gerando um novo produto que pode ser aplicado nos mais diversos campos industriais. Um processo bastante utilizado no óleo vegetal ou residual é a transesterificação, a qual consiste na reação de um triglicerídeo com um álcool de cadeia curta, na presença de um catalisador ácido ou básico. Como resultado dessa reação de transesterificação, obtém-se ésteres de ácidos graxos e glicerina, os quais são os insumos básicos para derivados oleoquímicos com alto valor agregado (GARCIA, 2006; GUARIEIRO et al., 2008).

A reação de transesterificação promove alteração na viscosidade e solubilidade do óleo, possibilitando o seu emprego como surfactante, podendo ser incorporados em formas farmacêuticas compatíveis, como emulsões ou microemulsões. As microemulsões são definidas como sistemas termodinamicamente estáveis e isotropicamente translúcidos de dois líquidos imiscíveis, usualmente água e óleo, estabilizados por um filme de tensoativos localizado na interface óleo/água (BALAJI; CHERALATHAN, 2015; GURUNATHAN; RAVI, 2015; DAMASCENO et al., 2011; ALENCAR, 2009).

Há grande interesse na utilização de microemulsão em diversas áreas, como, por exemplo: em recuperação de óleo, lubrificantes, produtos farmacêuticos, fluidos de corte, alimentos, catálise enzimática, reações orgânicas e bio-orgânicas, síntese química de nanopartículas, inibidores de corrosão e têxtil, entre outros. As microemulsões têm propriedades significativamente diferentes em relação aos sistemas de emulsão, tais como tipo, tamanho, formação e estabilidade (CALLENDER et al., 2017). Em consonância, Castro, Ribeiro e Freitas (2019) remetem a importância das emulsões como inestimável, por se tratar de uma forma farmacêutica com diversas aplicações e por contribuir substancialmente em diversos ramos da ciência.

Diante disso, torna-se relevante a realização deste estudo, por se tratar de mais uma alternativa de agregar valor ao óleo residual, através da modificação de sua estrutura molecular, tornando-o aplicável na formação de tecnologias inovadoras, em que estão incluídos os sistemas microemulsionados.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Geral**

Obter um surfactante oriundo do processo de transesterificação por meio da reação entre o óleo residual de fritura com um álcool vanílico para formação de um sistema microemulsionado.

### **2.2 Específicos**

- Coletar e filtrar o óleo residual de fritura;
- Realizar a padronização do método de transesterificação;
- Realizar a transesterificação do óleo de fritura com álcool vanílico;
- Analisar o equilíbrio hidrófilo-lipófilo (EHL) do óleo de fritura filtrado e transesterificado;
- Formular um sistema microemulsionado, empregando o éster vanílico obtido da transesterificação do óleo residual.

## **3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**

### **3.1 Aspectos gerais**

A poluição e a degradação dos recursos naturais vêm ocorrendo de modo crescente e veloz, de modo que a necessidade do emprego de fontes alternativas de energia e a preservação dos recursos hídricos tornam-se cada vez mais urgentes. Essa poluição é consequência do consumo exacerbado de matérias-primas e o descarte indevido dos resíduos gerados por parte da população. A prevenção da poluição é uma das alternativas de mitigar esses resíduos, podendo ser executada de diversas formas, incluindo eliminação ou redução de fontes de poluição, alterações de processo, produto ou serviço, uso eficiente de recursos e materiais, substituição de energia, reutilização, recuperação, reciclagem e tratamento (SILVA et al., 2016).

Nesse sentido, um resíduo que apresenta extensa capacidade de poluição e que necessita de alternativas de reuso ou descarte adequado é o óleo residual de fritura. No Brasil são descartados 9 bilhões de litros de óleo de cozinha por ano, sendo reciclado apenas 2% deste valor (SILVA et al., 2016; SOUZA et al., 2017). O reaproveitamento desse resíduo permite a fabricação de biodiesel e a utilização do subproduto gerado, a glicerina, para a fabricação de detergentes e sabonetes líquidos glicerizados (SILVA et al., 2016).

### **3.2 Óleo residual de fritura**

Os óleos residuais provenientes do processo de fritura são rejeitos produzidos diariamente nos grandes centros urbanos em ambientes comerciais e domésticos (SILVA et al., 2016). Durante esse processo, os óleos e gorduras são expostos a três agentes que contribuem para sua oxidação e consequente perda da qualidade: elevada temperatura, que é a causa da alteração térmica; a umidade proveniente dos alimentos, que provoca a alteração hidrolítica; e o oxigênio do ar, que entra na massa do óleo e leva à alteração oxidativa. Tais alterações provocam a degradação de vitaminas lipossolúveis e ácidos graxos essenciais (GNANNTRANQUILLO et al., 2015).

Oliveira e Aquino (2010) destacam que o descarte inadequado de óleos vegetais é um grave problema ambiental que afeta diretamente o equilíbrio ecológico, principalmente em rios, oceanos e solos. A melhor forma de combate o despejo de óleo na natureza é a conscientização da população e o incentivo à reciclagem, uma vez que este rejeito pode ser

empregado na produção de diferentes produtos de alto valor agregado, a citar o biodiesel, tintas, sabonetes, dentre outros.

Os principais objetivos que envolvem a reciclagem do óleo residual de fritura são a redução da queima de combustíveis fósseis, assim como a redução do custo de tratamento de esgoto, uma vez que são gastos 25 centavos para o tratamento de cada litro de óleo de cozinha que chega à rede de esgotos (BRASIL, 2016). Segundo a Compesa (2019), cada litro de óleo que deixa de ser dispensado diretamente no ralo ou vaso sanitário evita que 20 mil litros de água sejam contaminados.

O percentual de óleo de fritura que vem sendo empregado na fabricação de biodiesel vem crescendo nos últimos anos. Segundo o boletim mensal do biodiesel da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (2017), esse percentual era de 7,55% em fevereiro de 2017, já em 2015, por exemplo, este valor correspondia a apenas 2,5%.

Biodiesel é definido como um combustível composto de alquil ésteres de ácidos carboxílicos de cadeia longa, resultante da reação de transesterificação (ROSSI et al., 2018).

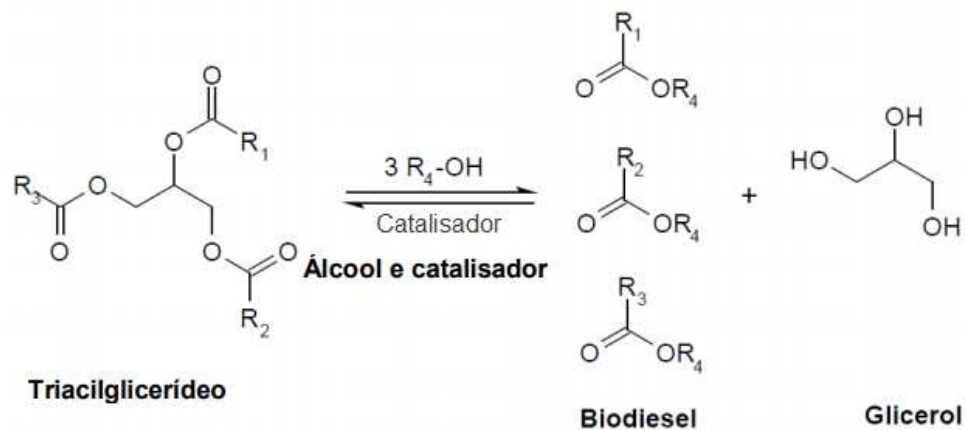
### **3.3 Reação de transesterificação**

A transesterificação consiste na reação do óleo vegetal com um álcool de cadeia curta na presença de um catalisador para formar ésteres e glicerol, de modo a reduzir a viscosidade dos triacilgliceróis e torná-los mais hidrossolúveis (ALENCAR et al., 2009; SILVA, 2011).

A rota mais utilizada para esta reação é a metílica, em razão do baixo custo do metanol (SILVA, 2011). Almeida (2018) afirma que o metanol em excesso também está relacionado à separação do glicerol e favorecimento da reação no deslocamento do equilíbrio, uma vez que, por se tratar de um álcool de cadeia curta comparado ao etanol, apresenta maior polaridade e, portanto, é mais reativo. No Brasil, por outro lado, os investimentos são voltados para a rota etílica, devido à abundância de etanol no país (SILVA, 2011).

A primeira etapa do processo consiste em transformar o triglicerídeo em um diglicerídeo; a segunda em transformar o diglicerídeo em um monoglicerídeo; e a terceira transformar o monoglicerídeo no glicerol, de modo que cada etapa produz um mol de éster. Assim, a relação estequiométrica entre o álcool e o óleo é de 3:1. Considerando a reversibilidade da reação, um excesso de álcool é geralmente adicionado a fim de deslocar o equilíbrio no sentido de formação dos produtos (WEGNER, 2014). O processo reacional é demonstrado na figura 1, a seguir:

Figura 1 - Reação de transesterificação



Fonte: (SILVA, 2011).

Além do metanol e do etanol, outros álcoois que possuem atividade biológica conhecida também podem ser empregados como agentes transesterificantes de óleos. Conforme demonstrado por Alencar et al. (2009), a utilização do álcool vanílico atribui valor agregado à matéria prima devido às suas propriedades antioxidantes conhecidas. Em seus estudos, os ésteres obtidos a partir da transesterificação do óleo de gergelim com o referido álcool desempenharam atividade antioxidante superior quando comparados aos seus ácidos graxos de origem.

### 3.4 Sistemas emulsionados

O termo emulsão deriva do latim *emulgeo*, que significa mungir, aplicando-se, de modo geral, a todas as preparações de aspecto leitoso, caracterizado por um sistema de duas fases líquidas, água e óleo, de modo que uma (fase descontínua) encontra-se dispersa no seio da outra (fase contínua), sendo estabilizadas por um filme de tensoativo (PRISTA; ALVES; MORGADO, 1992).

As propriedades desses sistemas são fortemente influenciadas pela composição do meio, como concentração de óleo e água, tipo de óleo, composição da fase aquosa, assim como pH e temperatura (CASTRO; RIBEIRO; FREITAS, 2019).

De modo geral, existem três tipos de emulsões: (i) macroemulsões ou emulsões clássicas, (ii) nanoemulsões e (iii) microemulsões, as quais são diferenciadas, pelo tamanho

das gotículas, necessidade de energia e pela espontaneidade de sua formação. A tabela 1 apresenta o resumo dos tipos de emulsão e suas características:

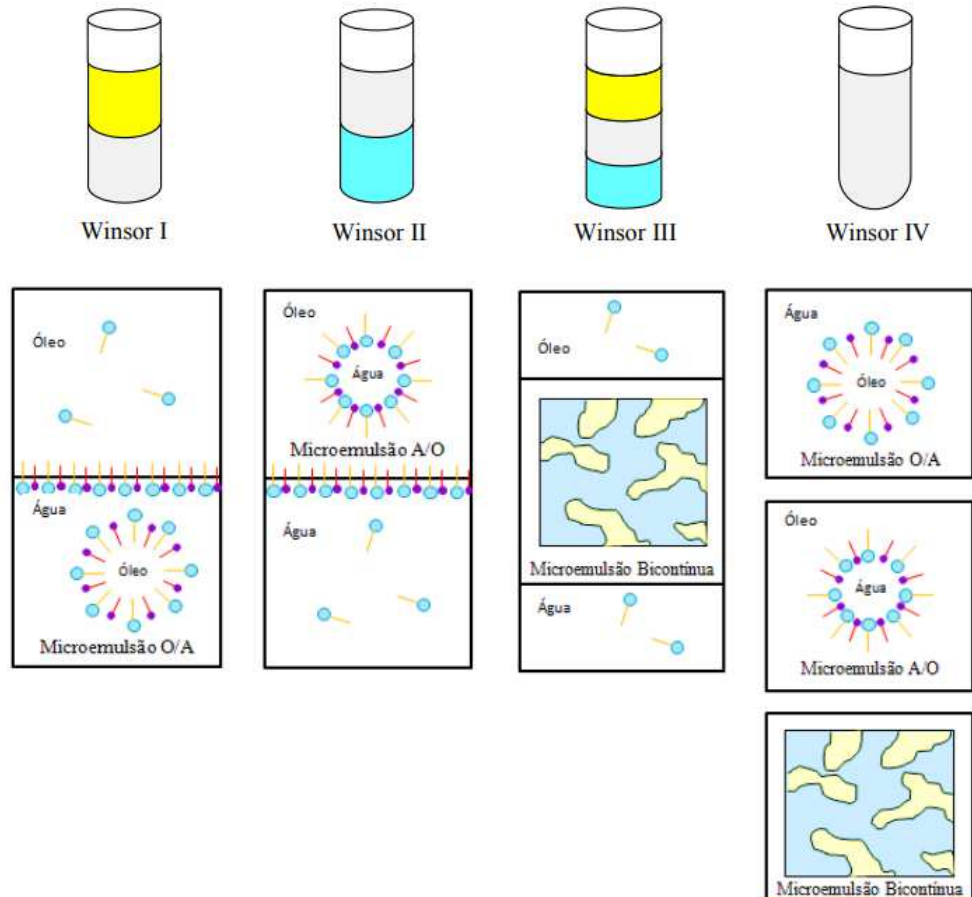
**Tabela 1 – Resumo dos tipos de emulsão e suas características**

<b>Emulsão</b>	<b>Tamanho da gotícula (diâmetro)</b>	<b>Energia necessária</b>	<b>Estabilidade</b>
Macroemulsão	> 400 nm	Sim	Cinética
Nanoemulsão	100-400 nm	Sim	Cinética
Microemulsão	10-100 nm	Não	Termodinâmica

**Fonte:** Adaptado de CALLENDER et al., 2017.

Um sistema de classificação define os vários tipos de equilíbrio gerados para os sistemas emulsionados, de acordo com a proporção dos componentes (WINSOR, 1948). Desse modo, foram estabelecidos quatro tipos de sistemas: Winsor I – Caracterizado pelo equilíbrio entre uma fase emulsionada e excesso de óleo sobre esta primeira; Winsor II – Representado pelo equilíbrio entre a fase emulsionada e excesso de água sob esta primeira; Winsor III – Representa o equilíbrio entre uma fase emulsionada, excesso de óleo e excesso de água e Winsor IV – Consiste num sistema monofásico, caracterizado por microemulsão. A classificação de Winsor é representada na figura 2:

**Figura 2 – Representação da classificação de Winsor**



**Fonte:** (SOUZA, 2017; PABST et al., 2014).

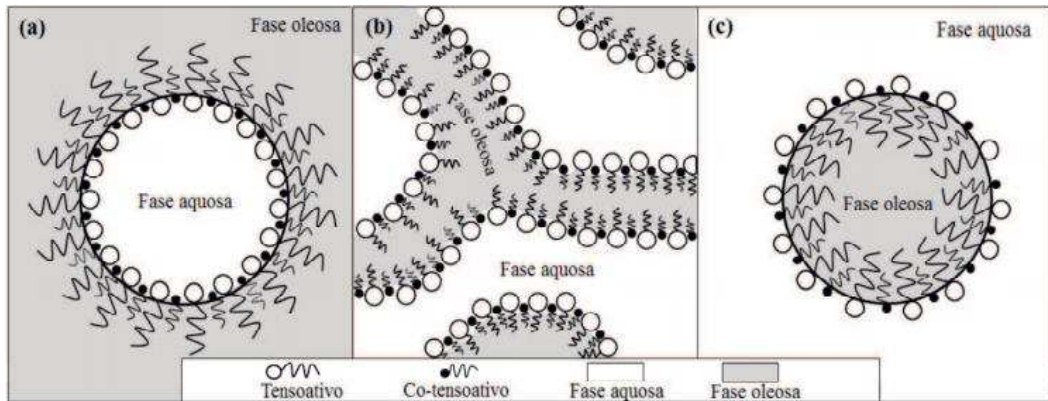
### 3.4.1 Microemulsão

As microemulsões (ME) são transparentes e termodinamicamente estáveis por apresentarem tamanho nanométrico das gotículas. Para formação de uma microemulsão os dois líquidos imiscíveis (água e óleo) são misturados e dispersos um no outro quando agitados mecanicamente. O tensoativo é o responsável pela diminuição da tensão interfacial e consequente estabilização, tornando o sistema homogêneo com a formação da fase interna, dispersa ou contínua. Por essa razão, apresenta-se como um agente determinante na formação da ME, estando em grande quantidade nesse tipo de formulação (DAMASCENO et al., 2011).

Na ME, a fase dispersa é capaz de assumir diferentes estruturas internas. A estrutura formada é influenciada pelas propriedades físico-químicas dos componentes utilizados assim como pela razão entre os componentes (DAMASCENO et al., 2011). Os tipos de microemulsão estão esboçados na figura 3:



**Figura 3 - Tipos de microemulsão esquematizados**



**Fonte:** (REIS, 2017)

Legenda: (a) microemulsão tipo A/O; (b) microemulsão bicontínua; (c) microemulsão O/A

Na configuração do tipo A/O, o componente hidrofílico encontra-se disperso na forma de gotículas coloidais no componente lipofílico. Por outro lado, na configuração do tipo O/A o componente lipofílico encontra-se disperso na forma de gotículas coloidais no componente hidrofílico. A estrutura bicontínua é caracterizada pela presença de canais adjacentes alongados, com proporção aproximadamente iguais de água e óleo, apresentando uma transição contínua entre as duas fases. Neste caso, o sistema pode ser utilizado como carreador tanto para fármacos hidrossolúveis como para lipossolúveis (SILVA et al., 2015).

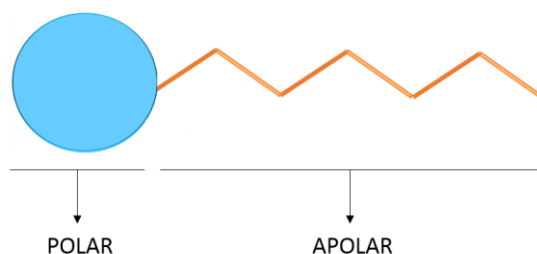
A transformação de um sistema em uma microemulsão é acompanhada pela variação da energia livre de Gibbs,  $\Delta G$ . Numericamente, essa função prediz a tendência da sua espontaneidade. Dessa forma, um processo espontâneo ocorrerá na direção da diminuição da energia livre do sistema, ou seja, o processo será espontâneo quando  $\Delta G < 0$  (ATKINS; JONES, 1999; LAWRENCE; REES, 2000). A tensão superficial será, portanto, o principal parâmetro que definirá a formação da microemulsão, devendo, assim, apresentar um valor baixo. Na maioria dos casos faz-se necessário o uso de surfactantes e co-surfactantes para minimizar a tensão superficial da gotícula. Ajustadas as concentrações desses agentes, o processo será termodinamicamente espontâneo e estável.

### 3.4.2 Agentes surfactantes

Os agentes surfactantes são compostos anfifílicos, caracterizados pela presença de duas regiões em sua estrutura molecular, uma cabeça polar e uma cauda apolar, o que possibilita a interação em meios que apresentam polaridades diferentes, atuando na interface dos dois líquidos, água e óleo, reduzindo a tensão interfacial e dificultando a coalescência das

gotículas (SANTOS et al., 2019). A representação genérica de uma molécula anfifílica pode ser observada na figura 4:

**Figura 4 – Representação de uma molécula anfifílica**



Fonte: Autoria própria.

A classificação dos tensoativos se dá, principalmente, pela carga do grupo polar da molécula, sendo divididos em: catiônicos, aniônicos, anfóteros e não iônicos (SANTOS, 2019).

Quanto aos tensoativos iônicos, os de caráter catiônico apresentam carga positiva quando dissociados em água e elevada toxicidade quando comparados aos demais grupos de tensoativos. Sofrem influência da presença de eletrólitos e pH externos. Por outro lado, os de caráter aniônico, representam a classe mais utilizada nas aplicações industriais devido ao seu baixo custo. Estes possuem um ou mais grupamentos funcionais que, quando dissociados em água, são adicionados de uma carga negativa em sua superfície (SANTOS, 2019).

As substâncias tensoativas de caráter anfótero podem comportar-se de modos distintos de acordo com o pH do meio em que se encontram, pois esse tipo de molécula contém locais ácidos e básicos que se comportam como aniônicos em meio alcalino, catiônicos em meio ácido e anfóteros em meio neutro (SILVA et al., 2015).

Tensoativos não iônicos constituem a segunda classe mais utilizada no mercado. Caracterizam-se por grupos de cabeças polares que não se ionizam em meio aquoso e, dessa forma, não apresentam carga. Sofrem pouca sensibilidade de eletrólitos no sistema e possuem efeito reduzido ao pH do meio. Por outro lado, a influência da temperatura nas propriedades físico-químicas destas moléculas é considerável (SANTOS, 2019).

### 3.4.3 Concentração Micelar Crítica (CMC)

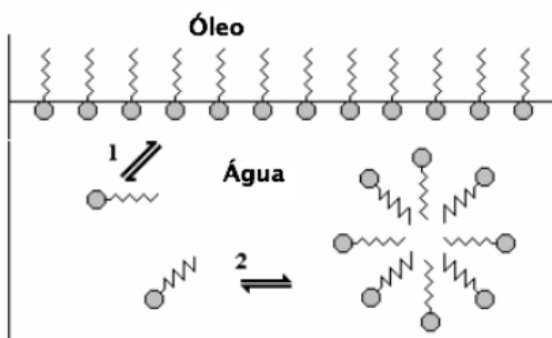
A adsorção nas interfaces ou superfícies de um dado sistema é, dentre tantas, uma propriedade fundamental dos tensoativos. As moléculas atuam como eletrólitos na formação

de monômeros, orientando-se nas interfaces de modo a reduzir a tensão entre dois líquidos de natureza distinta. Conforme se aumenta a quantidade de tensoativo a ser dissolvido em um dado solvente, essa dissolução tende a um valor limite de concentração que corresponde à saturação da interface. A partir disso, as moléculas não conseguem ser adsorvidas na interface, iniciando o processo de formação espontânea de agregados moleculares, denominados “micelas” (SANTOS, 2019).

A concentração de tensoativo em que ocorre a formação de micelas e agregados com alteração das propriedades da solução, é denominada Concentração Micelar Crítica (CMC). Deste modo, quando a solução encontra-se abaixo da CMC, as moléculas de tensoativos permanecem no meio na forma de monômeros. Acima desta concentração, por sua vez, estas iniciam o processo de agregação para formação das estruturas micelares (SANTOS, 2019).

A formação de micelas (Figura 5) e a solubilização micelar é um ponto chave na formação da estrutura da emulsão, fundamental para diminuição e extinção da área superficial da fase dispersa. O processo de solubilização ocorre quando uma das fases, a exemplo da fase lipídica, é inserida na estrutura apolar das micelas do tensoativo, fazendo com que a fase oleosa deixe de existir, uma vez que não existe mais contato com as moléculas de sua própria espécie (REIS, 2019).

**Figura 5 – Formação de micelas**



**Fonte:** (REIS, 2019).

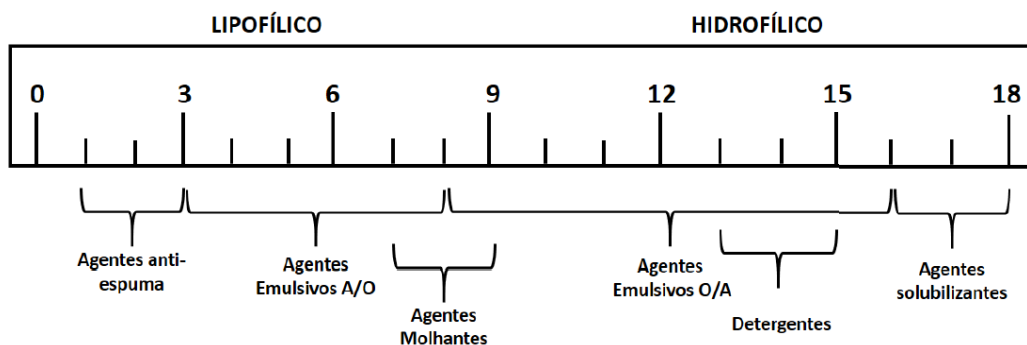
Legenda: (1) Formação de filme interfacial / (2) Formação de micela.

#### 3.4.4 Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo (EHL)

O Equilíbrio hidrófilo-lipófilo é um sistema de classificação em que são dados aos emulsificantes designações numéricas entre 1 e 18, de acordo com a prevalência das porções hidrofílicas e lipofílicas da molécula. Com isso, valores baixos de EHL determinam que a molécula possui poucos grupamentos hidrofílicos, indicando que a mesma possui maior

tendência lipofílica. Em contrapartida, valores altos de EHL indicam que há uma grande quantidade de grupos hidrofílicos na molécula, o que determina sua maior hidrofilicidade. Dessa forma, agentes emulsivos de EHL baixo tendem a formar emulsões água/óleo, ao passo que aqueles com EHL alto formam emulsões óleo/água, os quais possuem propriedade de solubilização (OLIVEIRA, 2017; FERREIRA, 2010; ZANIN, 2002). A figura 6 mostra a representação da escala de EHL:

**Figura 6 – Escala de EHL e atividade dos surfactantes**



**Fonte:** (OLIVEIRA, 2017).

Levando em consideração um sistema microemulsionado, a fase em que o tensoativo é essencialmente solúvel tende a ser a fase contínua, assim, EHL menor que 10 favorece a formação de microemulsões do tipo A/O, EHL maior que 10, microemulsões do tipo O/A, enquanto que EHL próximo a 10, microemulsões bicontínuas (PRISTA; ALVES; MORGADO, 1992; COSGROVE, 2010).

## **4 METODOLOGIA**

### **4.1 Local da pesquisa**

Os processos de transesterificação foram realizados no Laboratório de Síntese Orgânica e Química Medicinal, localizado no Centro de Educação e Saúde da Universidade Federal de Campina Grande – *Campus* Cuité. Os processos de caracterização e a formulação microemulsão foram desenvolvidas na Farmácia Escola Manoel Casado de Almeida da Universidade Federal de Campina Grande, *Campus* Cuité-PB.

### **4.2 Material**

Óleo de soja comercial (Soya); óleo residual de fritura proveniente do restaurante universitário da UFCG; Álcool etílico absoluto (Êxodo<sup>®</sup>); Álcool vanílico (Sigma<sup>®</sup>); Iodo (Neon); Hidróxido de sódio (Dinâmica<sup>®</sup>); Hidróxido de potássio (Proquimios<sup>®</sup>); Cloreto de sódio (Dinâmica<sup>®</sup>), Ácido Clorídrico (Vetec), Lauril Éter Sulfato de Sódio (Codossal Química), Labrafil<sup>®</sup> M1944CS e água destilada.

### **4.3 Equipamentos**

Chapa aquecedora; agitador magnético; banho ultrassônico e banho maria elétrico.

### **4.4 Coleta e filtragem do óleo residual**

A amostra de óleo de fritura foi obtida após a utilização no preparo dos alimentos provenientes do restaurante universitário da UFCG *Campus* Cuité. Em seguida, a amostra foi filtrada utilizando um filtro de pano.

### **4.5 Reação de Transesterificação**

#### **4.5.1 Padronização do método**

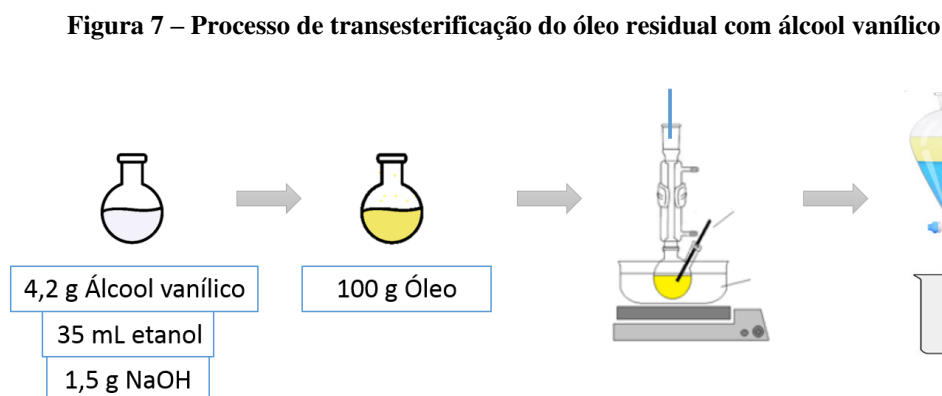
A fim de verificar a aplicabilidade e o comportamento da amostra, optou-se por realizar, inicialmente, a padronização do método de transesterificação, a partir da realização de diferentes condições reacionais utilizando o óleo de soja refinado, por se tratar de uma amostra mais pura comparada ao óleo residual, e utilizando etanol como agente transesterificante, por ser um álcool de menor custo em relação ao álcool vanílico.

Dessa forma, baseando-se nos métodos descritos por Rockembach et al. (2014) e por Chendynski et al. (2016) foram testados dois métodos, sob três condições distintas: (1) Banho de ultrassom com aquecimento a 60 °C durante 30 minutos; (2) Banho de ultrassom a 55 ± 5 °C durante uma hora e (3) Reação sob refluxo durante uma hora.

Todas as reações empregaram aquecimento, uma vez que o uso da temperatura diminui o tempo reacional, e uma temperatura de 45 °C garante bons resultados, porém, considerando o ponto de ebulição do etanol de 78,3 °C, optamos por trabalhar próximo a esta faixa (SILVA, 2011). Para cada teste, utilizou-se 50 g de óleo de soja, 17,5 mL de etanol destilado e 0,75 g de NaOH.

#### 4.5.2 Transesterificação do óleo residual com álcool vanílico

A reação de transesterificação foi conduzida sob sistema de refluxo, durante duas horas, baseando-se nos métodos descritos por Chendynski et al. (2016) e Alencar et al. (2009). O procedimento experimental consistiu no preparo de uma solução de álcool vanílico (4,3 g) em etanol destilado (35 mL) e NaOH (1,5 g). A solução foi vertida em 100 g de óleo, contido em um balão de fundo redondo. Em seguida, a mistura reacional foi conduzida ao sistema de refluxo, acoplando uma agulha ao condensador. Terminada a reação, a mistura foi transferida para um funil de separação, aguardou-se a separação da glicerina removendo-a. O produto transesterificado foi lavado com 20 mL de HCl aq. (5% v/v), descartando a fase aquosa. Foi feita uma nova lavagem com 20 mL de solução saturada de NaCl, descartando também a fase aquosa resultante. Por fim, adicionou-se sulfato de sódio anidro, e o produto final foi filtrado com auxílio de um filtro de papel. Pode-se observar esse processo esboçado na figura 7:



Fonte: Autoria própria.

## 4.6 Caracterização das amostras

### 4.6.1 Cromatografia em camada delgada (CCD)

A cromatografia em camada delgada (CCD) foi utilizada para o acompanhamento das reações de transesterificação. Para tanto utilizou-se sílica como fase estacionária e empregou-se para eluição os sistemas de acetato de etila/hexano (na proporção 30:70) e acetato de etila/hexano (na proporção 10:90). A visualização dos compostos foi através da imersão da placa cromatográfica em um sistema básico de permanganato de potássio (OLIVEIRA et al., 2018).

### 4.7 Determinação do equilíbrio hidrófilo-lipófilo (EHL)

O equilíbrio hidrófilo-lipófilo do éster vanílico e do óleo de soja foi determinado experimentalmente, de modo que foram preparadas emulsões seriadas utilizando um par de emulgentes de EHL conhecido, misturados em proporções variáveis, de modo a originarem valores definidos e escalonados de EHL. Os tensoativos utilizados foram lauril éter sulfato de sódio (LESS) 27% (EHL 40) e Labrafil® M1944CS (EHL 9) (ZANIN et al., 2002). Nesse caso, as proporções de tensoativos foram calculadas de acordo com a equação 1, a seguir:

#### Equação 1 – Cálculo do EHL requerido

$$EHL_{final} = \frac{EHL_{LEES} \times LESS(\%) + EHL_{Lab} \times Lab(\%)}{100}$$

Fonte: (OLIVEIRA, 2017).

Em que:

LESS = Lauril Éter Sulfato de Sódio a 27%

Lab = Labrafil

As emulsões foram preparadas com concentrações fixas de 10% de fase oleosa, qsp de água destilada suficiente para completar 10 mL da formulação, e variação da associação dos dois tensoativos empregados, de modo que a soma da concentração resultou em 5%. A tabela 2 apresenta as concentrações dos componentes para obtenção das emulsões, com seus respectivos valores de EHL calculados:

**Tabela 2 - Determinação do EHL dos óleos transesterificados**

<b>LEES</b>	<b>LABRAFIL<sup>®</sup> M1944CS</b>	<b>ÓLEO</b>	<b>ÁGUA</b>	<b>EHL</b>
	5%	10%	85%	
3% (0,015 mL)	97% (0,485 mL)	1 mL	8,5 mL	10
10% (0,05 mL)	90% (0,45 mL)	1 mL	8,5 mL	12
16% (0,08 mL)	84% (0,42 mL)	1 mL	8,5 mL	14
22% (0,110 mL)	78% (0,390 mL)	1 mL	8,5 mL	16
28% (0,140 mL)	72% (0,360 mL)	1 mL	8,5 mL	18

**Fonte:** Autoria própria.

O preparo das emulsões consistiu no aquecimento em banho-maria elétrico a 75 °C das fases aquosa e oleosa, separadamente, posteriormente unidas e mantidas sob agitação manual e aquecimento por 15 minutos. Decorrido o tempo, as emulsões foram retiradas do banho-maria, mantendo-se a agitação manual por mais 15 minutos à temperatura de 25 ± °C. Após isso, as emulsões foram envasadas e submetidas à centrifugação a 3500 rpm, durante 5 minutos, tempo suficiente para ocorrer a separação das fases ou para o sistema manter-se homogêneo. Por fim, observou-se macroscopicamente os resultados (SILVA et al., 2009; PRISTA; ALVES; MORGADO, 1992).

A análise macroscópica após centrifugação foi realizada de acordo com os parâmetros adotados: (1) Grau de emulsificação da fase oleosa; (2) Quantidade de fase emulsionada; (3) Grau de emulsificação da fase aquosa e (4) Turbidez da fase aquosa.

A determinação final do EHL toma como referência a emulsão que apresenta maior estabilidade, ou seja, não apresenta aspecto grumoso nem separação de fases. Desse modo, admite-se que o valor de EHL da emulsão mais estável corresponde ao do óleo em ensaio (PRISTA; ALVEZ; MORGADO, 1992).

#### **4.8 Microemulsionado contendo éster vanílico**

A formulação de microemulsões geralmente é realizada utilizando diagramas pseudoternários. Por meio deles, é possível identificar os componentes mais adequados e suas proporções relativas para a obtenção de sistemas fisicamente estáveis. Sua análise possibilita encontrar as regiões de transição entre emulsões, fases separadas e microemulsões O/A e A/O e, conseqüentemente, determinar as concentrações mínimas de cada componente para obter uma microemulsão. No entanto, para a construção desse gráfico é necessário um amplo



número de amostras, o que implica na delonga de obtenção dos resultados (FURNALETTO et al., 2011).

Métodos alternativos podem ser empregados para a obtenção de um sistema microemulsionado, como o desenvolvimento experimental de misturas, tão eficiente quanto a construção de diagramas, em que formulações com diferentes balanços entre os componentes são submetidas a análise (FURLANETTO et al., 2006).

Diante disso, utilizou-se o método de desenvolvimento experimental de misturas com base no piloto de EHL que demonstrou melhor resultado, ou seja, maior emulsificação da fase oleosa, ajustando, posteriormente, as quantidades de água e óleo, de modo a produzir um sistema homogêneo e translúcido.

Dessa forma, após a observação do EHL que apresentou melhor emulsificação de fase oleosa, os novos pilotos foram produzidos seguindo as concentrações de 10%, 5% e 3% de fase oleosa, empregando para cada uma dessas concentrações 75%, 65% e 55% de fase aquosa, produzindo nove formulações. Assim como na padronização do método de transesterificação, nesta etapa, o óleo de soja também foi empregado, de modo a compreender o quanto de água, em média, deveria ser ajustado para o éster vanílico de óleo residual. Pode-se visualizar as concentrações determinadas para as novas emulsões na tabela 3:

**Tabela 3 – Concentrações das emulsões obtidas a partir do óleo de soja**

<b>EMULSÃO</b>	<b>ÓLEO</b>	<b>ÁGUA</b>	<b>RELAÇÃO DA MISTURA DE TENSIOATIVOS/ EHL 14</b>
1	10% (1 mL)	75% (7,5 mL)	15% LEES: 0,24 mL/Labrafil: 1,26 mL
2	10% (1 mL)	65% (6,5 mL)	25% LEES: 0,4 mL/Labrafil: 2,1 mL
3	10% (1 mL)	55% (5,5 mL)	35% LEES: 0,56 mL/Labrafil: 2,94 mL
4	5% (0,5 mL)	75% (7,5 mL)	20% LEES: 0,32 mL/Labrafil: 1,68 mL
5	5% (0,5 mL)	65% (6,5 mL)	30% LEES: 0,48 mL/Labrafil: 2,52 mL
6	5% (0,5 mL)	55% (5,5 mL)	40% LEES: 0,64 mL/Labrafil: 3,36 mL

7	3% (0,3 mL)	75% (7,5 mL)	22% LEES: 0,352 mL/Labrafil: 1,848 mL
8	3% (0,3 mL)	65% (6,5 mL)	32% LEES: 0,512 mL/Labrafil: 2,688 mL
9	3% (0,3 mL)	55% (5,5 mL)	42% LEES: 0,672 mL/Labrafil: 3,528 mL

**Fonte:** Autoria própria.

Dessa forma, com base no EHL do éster vanílico e no mapeamento das concentrações de óleo e de água realizado com óleo de soja, foram elaboradas microemulsões nas concentrações e nos respectivos valores de EHL demonstrados na tabela 4:

**Tabela 4 – Concentrações das microemulsões obtidas a partir do éster vanílico**

EMULSÃO	ÓLEO	ÁGUA	PROPORÇÃO DE MISTURA TENSOATIVA	EHL
1	3% (0,3 mL)	10% (1 mL)	87% LEES: 0,87 mL/Lab: 7,83 mL	12
2	3% (0,3 mL)	10% (1 mL)	87% LEES: 0,00 mL/Lab: 8,7 mL	9

**Fonte:** Autoria própria.







## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Reação de transesterificação

#### 5.1.1 Padronização do método

As diferentes condições com os respectivos resultados das reações de transesterificação são apresentadas na tabela 5:

**Tabela 5 - Condições reacionais para transesterificação do óleo de soja**

AMOSTRA	MÉTODO	TEMPERATURA	TEMPO	SEPARAÇÃO	CCD
Óleo de soja	Banho de ultrassom	$55 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$	30 min		
			60 min		
	Sistema de refluxo	$80 \text{ }^\circ\text{C}$	60 min		

**Fonte:** Autoria própria.

Legenda: (P) Padrão/ (P+R) Padrão mais reação/ (R) Reação

Os resultados demonstraram que o tempo é um ponto crítico na reação para a amostra, uma vez que, apesar de todas as condições apresentarem separação de fases sugerindo a

formação do produto, a CCD correspondente ao método de ultrassom ocorrido em 30 minutos exibiu duas manchas no sítio (R), as quais podem ser correspondentes à intermediários da reação, indicando que a reação não foi total.

Por outro lado, as duas reações ocorridas no dobro do tempo, tanto empregando o banho ultrassônico quanto empregando o sistema de refluxo, apresentaram bons resultados, levando em consideração que apenas uma mancha foi observada no sítio da reação (R), a qual revelou-se em uma altura superior ao óleo não transesterificado fixado no sítio (P) das placas de CCD, indicando que o composto é mais hidrossolúvel em relação ao óleo. Pode-se inferir, desta forma, que a conversão dos triglicerídeos em ésteres etílicos foi atingida após 1 hora de reação.

Por outro lado, um estudo realizado por Almeida, Duarte e Neto (2018) utilizando sistema de refluxo, durante uma hora, não demonstrou separação de fases (éster e glicerina), embora tenha sido empregado o metanol como agente transesterificante, o qual apresenta maior reatividade quando comparado ao etanol, por possuir menor estrutura molecular em relação a este. Diante disso, os autores também utilizaram etanol como agente transesterificante, porém não obtiveram sucesso. Vale salientar, por sua vez, que a temperatura de reação adotada foi de 55 °C, o que pode ter contribuído para a não conclusão da reação, corroborando com os resultados do estudo em questão, podendo a temperatura ser considerada um ponto crítico da reação.

Cordero-Ravelo e Schallenberg-Rodriguez (2018) demonstram que um dos parâmetros determinantes na transesterificação é a agitação vigorosa, devendo estar presente constantemente durante a reação, a fim de garantir a interação entre os componentes da mistura, principalmente quando se trata de um álcool de cadeia curta, cuja solubilidade em óleo é dificultada. Ainda, este é um aspecto relevante para conduzir a reação estudada, considerando que a forma de apresentação do álcool vanílico é sólida e que o mesmo teve que ser previamente solubilizado em etanol para ser submetido à reação com o óleo, o que, por sua vez, dificulta o processo reacional com o álcool de interesse.

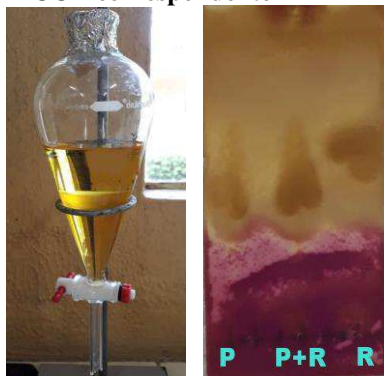
Além da conclusão da reação, demonstrada pelas placas de CCD, outro aspecto considerado na seleção do método a ser empregado para o óleo de fritura residual foi a separação da glicerina. Observou-se que o método que apresentou melhor comportamento para o óleo de soja foi àquele que utilizou sistema de refluxo, tendo em vista que para este a separação ocorreu de maneira mais nítida quando comparado ao produto obtido por meio da

reação utilizando ultrassom, sendo, portanto, o método de escolha para ser aplicado ao óleo residual.

A reação empregando o banho ultrassônico não foi bem sucedida, embora tenha sido demonstrado por Rockembach et al. (2014) que esse tipo de energia apresenta melhores resultados de rendimento quando comparado a outras metodologias convencionais, uma vez que as ondas ultrassônicas permitem uma maior interação entre as moléculas no meio reacional.

Seguiu-se com o procedimento padronizado para a transesterificação do óleo residual de fritura empregando, ainda, como agente transesterificante o etanol. Por se tratar de uma amostra residual e, portanto, sujeita à maior influência de interferentes, optou-se pelo aumento do tempo reacional de uma para duas horas para garantir a formação do produto pretendido. A figura 8 apresenta os resultados obtidos quanto à separação da glicerina e a CCD correspondente à reação:

**Figura 8 - Reação de transesterificação de óleo residual de fritura. (A) separação da glicerina. (B) CCD correspondente**



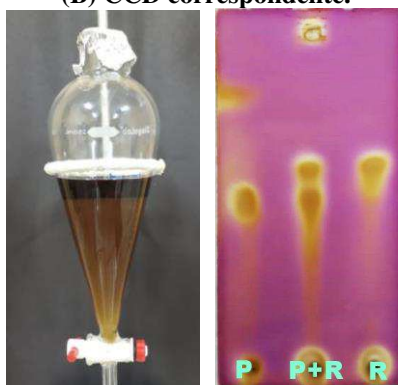
**Legenda:** (P) Padrão/ (P+R) Padrão mais reação/ (R) Reação  
**Fonte:** Autoria própria.

Conforme apresentado na figura 8, pôde-se constatar que, assim como ocorrido na reação com o óleo de soja, para o óleo residual de fritura a reação sob refluxo também se completou, baseando-se na separação de fases observada e na CCD que demonstrou a formação de uma mancha unitária no sítio (R) em uma altura superior a da mancha correspondente ao óleo de fritura não transesterificado presente no sítio (P), indicando a formação de um produto mais hidrossolúvel, que pode vir a ser o éster etílico.

### 5.1.2 Transesterificação do óleo residual com álcool vanílico

A reação de transesterificação do óleo residual de fritura com álcool vanílico ocorrida sob refluxo demonstrou-se bem sucedida, uma vez que observou-se a separação de fases em ésteres de ácidos graxos (biodiesel) e glicerol ou glicerina e que, da mesma forma que as demais reações, a CCD demonstrou a formação de uma mancha unitária no sítio da reação (R), conforme figura 9:

**Figura 9 - Reação de transesterificação do óleo residual com álcool vanílico. (A) Separação do biodiesel. (B) CCD correspondente.**



**Fonte:** Autoria própria.

Legenda: (P) Padrão/ (P+R) Padrão mais reação/ (R) Reação

Por se tratar de um sistema fechado, o método de transesterificação sob refluxo dificulta o ganho de umidade do ambiente, e a alternativa de inserção da agulha no sistema propicia a evaporação do etanol ao longo do processo reacional de forma lenta e gradual, favorecendo a introdução do álcool vanílico na molécula de triglicerídeo sem que provoque a sua recristalização antes do término da reação.

A figura 10 demonstra o éster vanílico derivado do óleo de fritura (ORFT), obtido após a separação da glicerina e da lavagem com as soluções de HCl e de NaCl, comparando-o ao óleo de soja (OS) e ao óleo residual de fritura (ORF) antes da transesterificação:

**Figura 10 – Óleos antes e após a reação de transesterificação**



**Fonte:** Autoria própria

Legenda: OS (Óleo de soja) / ORF (Óleo residual de fritura) / ORFT (Óleo residual de fritura transesterificado com álcool vanílico)

Após a observação do produto transesterificado obtido frente aos óleos não transesterificados, pôde-se observar a mudança na coloração ocorrida após o processo reacional. Segundo comentado por Silva (2011), na rota do biodiesel é comum a ocorrência do clareamento do produto gerado pela transesterificação. Todavia, outros biodieseis podem apresentar coloração mais escura, decorrente da presença de antioxidantes naturais no meio, o que, por sua vez, ocorreu na amostra ORFT (KNOTHE et al., 2006; LEUNG; WU; LEUNG, 2010; DAS et al., 2009; JAIN; SHARMA, 2010). Este fenômeno de escurecimento pode ser atribuído ao álcool vanílico que foi empregado como agente transesterificante, uma vez que Soares (2002) aponta que a presença do grupo metoxila aliado à hidroxila na molécula, confere caráter antioxidante ao álcool.

## **5.2 Determinação do equilíbrio hidrófilo-lipófilo (HLB)**

O método de inversão de fases descrito por Moraes et al. (2006) utilizou a concentração de tensoativos a 5%. Baseando-se nesse estudo, o presente trabalho utilizou essa concentração inicial do par de tensoativos Labrafil<sup>®</sup> M1944CS e Lauril Éter Sulfato de Sódio (LESS) para preparar as emulsões com concentração fixa de 10% de óleo e 85% de água.

Após o cálculo das proporções dos dois tensoativos, chegou-se aos seguintes valores de EHL: 10, 12, 14, 16 e 18. De acordo com Ferreira (2010), a faixa do valor de EHL requerido para os óleos vegetais, como o óleo de soja, é de 7-12. Nesse segmento, optou-se por trabalhar na faixa de EHL dos tensoativos de 10 a 18, uma vez que o éster obtido a partir da transesterificação do óleo, à primeira instância, teria o valor de EHL elevado, por se tornar uma molécula mais hidrofílica, decorrente do processo.

### 5.2.1 Óleo de soja

Após a centrifugação das formulações, analisou-se os parâmetros macroscópicos, avaliando a separação/cremação das emulsões. A figura 11 demonstra os resultados obtidos para os diferentes EHL:

**Figura 11 - Emulsões obtidas a partir do óleo de soja, com seus respectivos valores de EHL**



**Fonte:** Autoria própria.

Conforme demonstrado na figura 11, pôde-se observar que não houve diferença significativa entre as emulsões obtidas a partir do óleo de soja, uma vez que foi notória a separação de fase oleosa. Em relação à quantidade de fase emulsionada, grau de emulsificação e turbidez da fase aquosa observou-se, da mesma forma, que estes parâmetros mantiveram-se semelhante nos cinco pilotos. Desse modo, verificou-se que a concentração de 5% de mistura tensoativa não foi suficiente para emulsionar todo o óleo presente nas formulações.

Posteriormente, buscou-se comparar as emulsões obtidas a partir do óleo de soja a emulsões obtidas a partir do éster vanílico.

### 5.2.2 Éster vanílico

Para o éster vanílico, notou-se que, diferentemente do óleo de soja, os pilotos demonstraram maior turbidez da fase aquosa, sugerindo aumento da hidrofília do óleo, gerada pelo processo de transesterificação, ou seja, a maior turvação da fase aquosa demonstrada nos pilotos contendo o éster vanílico indica uma maior afinidade do produto pela água. Segundo Nunes et al. (2017), a natureza da fase oleosa tem papel determinante na estabilidade do sistema, afetando as suas propriedades, tamanho das gotículas e a viscosidade. As emulsões obtidas a partir desse produto são demonstradas na figura 12:



**Figura 12 - Emulsões obtidas a partir do éster vanílico, com seus respectivos valores de EHL**



**Fonte:** Autoria própria.

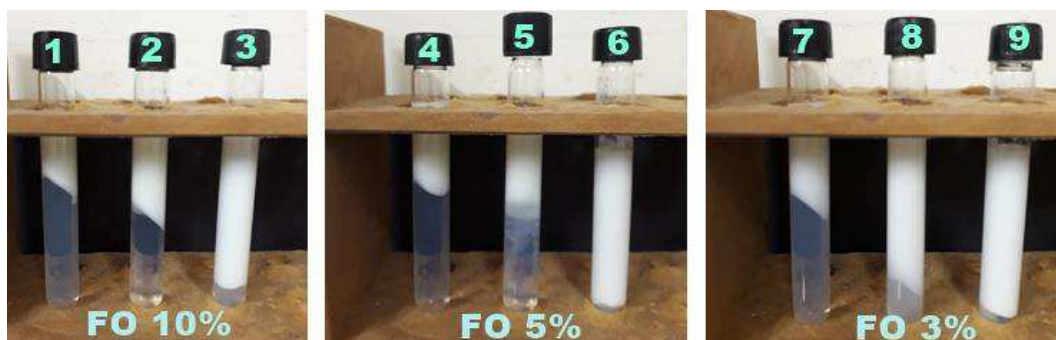
Foi observado que os pilotos obtidos apresentaram diferença significativa quando comparados entre si e com os pilotos de óleo de soja, de modo que as emulsões demonstraram maior grau de emulsificação da fase oleosa (éster vanílico) e maior turbidez da fase aquosa, diferentemente dos pilotos do óleo de soja, em que o grau de fase oleosa emulsionada foi menor e a fase aquosa manteve-se mais transparente. Após a análise macroscópica das emulsões elaboradas, selecionou-se o piloto de EHL 12 para dar prosseguimento ao experimento para ajuste das concentrações de água e óleo, em razão deste ter apresentado, dentre os demais, maior turbidez da fase aquosa, assim como ausência de separação de fase oleosa.

De acordo com Fernandez et al. (2004), para solubilização completa da fase oleosa, é necessária uma concentração crítica de tensoativos, uma vez que quantidades insuficientes de emulsionante não solubilizam o óleo por formar gotículas maiores que não se dispersam, fazendo-se necessário o ajuste das concentrações dos componentes.

### **5.3 Microemulsionado contendo éster vanílico**

Inicialmente utilizou-se o óleo de soja para mapeamento da região de microemulsão, fixando o EHL 14 e diminuindo as concentrações de óleo e de água. O EHL 14 foi selecionado dentre os pilotos do óleo de soja em razão destes não terem apresentado diferença significativa de separação de fase oleosa. Os pilotos obtidos para as novas concentrações são mostrados na figura 13:

**Figura 13 - Emulsões obtidas a partir do óleo de soja, utilizando EHL 14**



**Fonte:** Autoria própria.  
**Legenda:** FO – Fase oleosa.

Conforme pôde-se observar na figura 13, os melhores resultados foram obtidos conforme diminuía-se a concentração de água e aumentava-se a quantidade de tensoativos, obtendo-se emulsões do tipo clássica. Dessa forma, os pilotos que apresentaram maior grau de fase emulsionada foram os de número 3, 6 e 9, os quais continham menor concentração de fase aquosa, correspondente a 55%. Ainda, foi verificado que destes, o piloto de número 9 foi aquele que demonstrou ausência de separação de fase oleosa, uma vez que o mesmo possuía menor concentração de óleo (3%), de água (55%) e maior concentração de tensoativos, indicando, dessa forma, a necessidade da diminuição consecutiva da fase aquosa e aumento da concentração de mistura tensoativa, para obtenção de uma microemulsão.

Com base nesses resultados e considerando o piloto que apresentou maior emulsificação do éster vanílico, que corresponde ao EHL 12, formulou-se um piloto de microemulsão a partir da concentração de tensoativos determinada. Desta vez, reajustou-se a concentração de fase aquosa para 10% e fixou-se 3% de fase oleosa. O emprego da fase oleosa na concentração de 3% também pode ser considerado por se tratar de uma matéria-prima de alto custo e que numa produção em larga escala muito desse produto seria utilizado. Comparou-se o resultado obtido com um piloto de óleo de soja nas mesmas concentrações, conforme pode-se observar na figura 14:

**Figura 14 – Formulações de EHL 12 empregando óleo de soja (a esquerda) e éster vanílico (a direita)**



**Fonte:** Autoria própria.

De acordo com a imagem, a formulação que empregou o óleo de soja apresentou um sistema emulsionado turvo, indicando que o tamanho das gotículas é maior em relação à formulação em que foi empregado o éster vanílico, na qual observou-se um sistema translúcido, com menor tamanho das gotículas, característico de uma microemulsão.

No entanto, verificada a turbidez da fase aquosa, demonstrada pelo piloto em que obteve-se o sistema microemulsionado, seguiu-se com a formulação de outro sistema, mantendo-se as concentrações de água (10%) e de éster vanílico (3%) e utilizando-se 87% de surfactante, porém, desta vez, apenas o Labrafil, gerando uma microemulsão de EHL 9. Comparou-se, da mesma forma, com uma formulação com óleo de soja, nas mesmas proporções. Os resultados podem ser observados na figura 15:

**Figura 15 - Formulações de EHL 9 empregando óleo de soja (a esquerda) e éster vanílico (a direita)**



**Fonte:** Autoria própria.

Conforme demonstrado na formulação anterior, pode-se observar que a formulação contendo éster vanílico apresenta gotículas microemulsionadas, diferentemente da formulação contendo óleo de soja, em que as gotículas são maiores por apresentar um sistema emulsionado turvo. Diante disso, considerando que a formulação não apresentou separação de fases e que a fase oleosa foi completamente emulsionada, o EHL do éster vanílico determinado para obtenção de uma microemulsão corresponde ao EHL 9.

Desse modo, a transformação do resíduo de óleo de fritura em um novo produto, atribuindo-lhe valor agregado pela utilização de um álcool com características antioxidantes como agente transesterificante, como o álcool vanílico, pode gerar um produto inovador, tendo como perspectivas o seu emprego não somente em sistemas microemulsionados, como também em outras forma farmacêuticas, a citar cremes dentais, cremes, anti-idade e xampus.

## 6 CONCLUSÃO

A reação de transesterificação do óleo residual de fritura com álcool vanílico é um método viável e aplicável, uma vez que foi demonstrada a formação de um produto com maior poder de emulsificação quando comparado ao óleo de origem, assumindo, desta forma, atividade surfactante. Além disso, esta metodologia agrega valor ao produto, uma vez que o álcool vanílico torna-o aplicável em formas farmacêuticas de interesse atual, tais como as microemulsões. Diante disso, foi visto que dentre os métodos de transesterificação testados, àquele que utilizou o sistema de refluxo demonstrou melhores resultados, por apresentar formação do produto, observado partir da CCD e pela separação de fases ter sido efetiva de modo a facilitar a extração do éster obtido. Contatou-se também a importância da determinação do EHL para garantir a formação de um sistema microemulsionado estável, sendo determinado o valor de EHL 9 para o éster vanílico. Sendo assim, o potencial desta pesquisa é evidenciado pela produção de um produto sustentável e de valor agregado, que pode vir a ser empregado também em outras formas farmacêuticas, tais como creme dental, rejuvenescedores e xampus.

## REFERÊNCIAS

- ALENCAR, J. et al. Improving the Stability and Antioxidant Properties of Sesame Oil: Water-Soluble Spray-Dried Emulsions from New Transesterified Phenolic Derivatives. **Journal of Agric. Food Chem.** v. 57, p. 7311–7323, 2009.
- ALMEIDA, H. M.L.; DUARTE, E. S. A.; NETO, J. G. V. Síntese de Biodiesel pela Reação de Transesterificação Básica com Óleo de Soja. **Revista Processos Químicos**, v. 12, n. 23, p. 95-98, 2018.
- ANP – Agência Nacional de Petróleo. Boletim Mensal do Biodiesel, fev.2017. Disponível em: <http://www.anp.gov.br>. Acesso em: 12 ago. 2019.
- ATKINS, P.; JONES, L.; **Chemical Principles: The Quest for Insight**, Freeman: New York, 1999.
- BALAJI, G.; CHERALATHAN, M. Experimental investigations of antioxidante effect on oxidation stability and emissions in a methys ester of nem oil fueled DI diesel engine. **Renewable Energy, Elsevier**, v. 74, p. 910-916, 2015.
- BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. **Campanha recolhe óleo de fritura**. Brasília, DF: Ministério do Meio Ambiente, 12 jan. 2016. Disponível em: <https://www.mma.gov.br/informma/item/13200-noticia-acom-2016-01-1399.html>. Acesso em: 12 ago. 2019.
- CALLENDER, S.P.; MATHEWS, J.A.; KOBERNYK, K.; WETTIG, S.D. Microemulsion utility in pharmaceuticals: Implications for multi-drug delivery. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 526, p. 425-442, 2017.
- CASTRO, M. A. F.; RIBEIRO, D. C.;FREITAS, R. R. Análise bibliométrica sobre o uso de ultrassom em emulsões do tipo óleo em água (O/A). **Research, Society and Development**, v. 8, n. 1, p. 23, 2019.
- CHENDYNSKI, L. T.; ANGILELLI, K. G.; FERREIRA, B. A. D.; BORSATO, D. Modelagem matemática aplicada a síntese do produtos da reação de transesterificação a partir de gordura animal e óleo vegetal. **Revista Virtual de Química**, v. 8, n. 3, p. 823-837, 2016.
- COMPESA – Companhia Pernambucana de Saneamento. Disponível em: <https://servicos.compesa.com.br/compesa-amplia-parceria-com-a-asa-para-coleta-de-oleo-de-cozinha/>. Acesso em: 12 ago. 2019.
- CORDERO-RAVELO, V.; SCHALLENBERG-RODRIGUEZ, J. Biodiesel production as a solution to waste cooking oil (WCO) disposal. Will any type of WCO do for a transesterification process? A quality assessment. **Journal of environmental management**, v. 228, p. 117-129, 2018.
- COSGROVE, T. **Colloid science: principles methods and applications**. 2. ed. United Kingdom: Wiley, 2010.

COSTA, D. A.; LOPES, G. R.; LOPES, J. R. Reutilização do óleo de fritura como uma alternativa de amenizar a poluição do solo. **Revista Monografias Ambientais**, v. 14, p. 243-253, 2015.

DAMASCENO, B. P. G. et al. Microemulsão: um promissor carreador para moléculas insolúveis. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica Aplicada**, Araraquara, v. 32 n. 1 p. 9-18, 2011.

DAS, L. M.; BORA, D. K.; PRADHAN, S.; NAIK, M. K.; NAIK, S. N. Long-term storage stability of biodiesel produced from Karanja oil. *Fuel*, n. 88, v. 11, 2009.

FERNANDEZ, P.; ANDRÉ, V.; RIEGER, J. KÜHNLE, A. Nanoemulsion formation by emulsion phase inversion. **Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Aspects**, v. 251, n. 1-3, 2004.

FERREIRA, A. O. **Guia prático da farmácia magistral**. 4. ed. São Paulo: Pharmabooks Editora, 2010.

FURLANETTO, S.; CIRRI, M.; PIEPEL, G.; MENNINI, N.; MURA, P.; Mixture experiment methods in the development and optimization of microemulsion formulations. **Journal of pharmaceutical and biomedical analysis**, v. 55, n. 4, p. 610-617, 2011.

FURLANETTO, S.; ORLANDINI, S.; MARRAS, A. M.; MURA, P.; PINZAUTI, S.; Mixture design in the optimization of a microemulsion system for the electrokinetic chromatographic determination of ketorolac and its impurities: Method development and validation. **Electrophoresis**, v. 27, n. 4, p. 805-818, 2006.

GARCIA, C. M. Transesterificação de óleos vegetais. **Dissertação** (Mestrado em Química Inorgânica) Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2006.

GATTEFOSSÉ. **Labrafil® M 1944 CS**. Disponível em: <https://www.gattefosse.com/pharmaceuticals-products/labrafil-m-1944-cs>. Acesso em: 15 de outubro de 2019.

GNANNTRANQUILLO, P. C. et al. Monitoramento da qualidade do óleo de fritura em barracas de feiras livres no município de São Caetano do Sul, SP. **Atas de Saúde Ambiental-ASA**, v. 3, n. 2, p. 80-87, 2015.

GUARIEIRO, L. L. N. Metodologia Analítica para Quantificar o Teor de Biodiesel na Mistura Biodiesel: Diesel Utilizando Espectroscopia na Região do Infravermelho. **Química Nova**, Bahia, v. 31, n. 2, 2008.

GURUNATHAN, B.; RAVI, A. Process optimization and kinetics of biodiesel production from neem oil using copper doped zinc oxide heterogeneous nanocatalyst. **Bioresource Technology**, v. 190, p. 424-428, 2015.

JAIN, S.; SHARMA, M. P. Stability of biodiesel and its blends: A review. **Renewable and sustainable energy reviews**, n. 14, v. 2, 2010.

KNOTHE, G.; KRAHL, J.; GERPEN, J. V.; RAMOS, L. P. **Manual de biodiesel**. Blucher ed. v. 1, 2006.

LAWRENCE, M. J.; REES, G. D. Microemulsion-based media as novel drug delivery systems. **Advanced drug delivery reviews**, v. 45, n. 1, p. 89-121, 2000.

LEUNG, D. Y. C.; WU, X.; LEUNG, M. K. H. A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. **Applied Energi**, 2010.

MARCHEZAN, M. P. et al. Produção de sabonetes sólidos com óleo usado e essência de cravo-da-índia. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, Rio Grande do Sul, v. 18, n. 1, 2014.

MORAIS, J. M.; SANTOS, O. D. H.; DELICATO, T.; GONÇALVES, R. A.; ROCHA-FILHO, P. A. Physicochemical characterization of Canola oil/water nano - emulsion obtained by HLB number and Emulsion Phase Inversion Methods. **Journal of Dispersion Science and Technology**, v. 27, n. 1, p. 109-115, 2006.

NUNES, F. D. F.; LAZINSKI, L. D. M.; MARTINS, M.; FUJIWARA, G. M.; BETIM, F. C. M. OLIVEIRA, C. F.; DIAS, J. F. G. Controle Da Estabilidade De Emulsões Múltiplas. **Visão Acadêmica**, n. 18, v.1, 2017.

OLIVEIRA, F. S. **Revisão da importância do estudo do equilíbrio hidrófilo-lipófilo (EHL) e determinação do EHL do óleo de pracaxi (*Pentaclethra macroleoba*)**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Farmácia) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2017.

OLIVEIRA, J. A. B.; AQUINO, K. A. S. Óleo residual de frituras: impactos ambientais, educação e sustentabilidade no biodiesel e sabão. In: JORNADA DE ENSINO, PESQUISA E EXTENSÃO DA UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO, 10., 2010, Recife. **Anais**. Recife: JOPEX, 2010.

OLIVEIRA, R. J. et al. 4-Bromobenzamidoxima: estudo sintético, caracterização estrutural e bioensaio toxicológico frente às larvas de artemia salina. In: III CONAPESC, 2018, Campina Grande. Congresso Nacional de Pesquisa e Ensino de Ciência, 2018.

PABST G.; KUCERKA, N.; NIEH, M.; KATSARAS, J. **Liposomes, Lipid Bilayers and Model Membranes: From Basic Research to application**. Boca Raton: CRC Press, 2014.

PRISTA, L. N.; ALVES, A. C.; MORGADO, R. **Técnica farmacêutica e farmácia galênica**. 4 ed. v. 1. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1992.

REIS, L. A. P. **Desenvolvimento e caracterização de microemulsões de óleo de abacate para uso cosmético**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2019.

REIS, M. Y. F. A. **Microemulsões contendo azitromicina: Formulação, caracterização e atividade antibacteriana**. Dissertação de Mestrado (Ciências Farmacêuticas) – Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, 2017.



ROCKEMBACH, C. T. et al. Síntese do Biodiesel Derivado do Óleo da Semente de Uva Promovida por Ultrassom. **Revista Virtual de Química**, v. 6, n. 4, p. 884-897, 2014.

ROSSI, G. Z. et al. Análise técnica da produção do biodiesel a partir do óleo de fritura residual. **The Journal of Engineering and Exact Sciences – JCEC**, v. 4, n. 1, 2018.

SANTOS, E. S. **Estudo do desempenho tribológico em sistemas de emulsão/microemulsão para aplicação em fluidos de corte**. Tese de Doutorado (Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2019.

SANTOS, M. F. O.; JESUS, V. A. S.; SILVA, G. F.; SILVA, M. S.; SANTOS, J. P. L. Desenvolvimento de um tensoativo a base de óleo de babaçu para formulação de sistemas microemulsionados usado para quebra de emulsões do tipo água em óleo. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 5, n. 2, p. 0179-0183, 2019.

SANTOS, N. Q. **Percepções de alunos da educação básica em relação aos impactos causados pelo descarte do óleo de cozinha no meio ambiente**. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Ciências Biológicas) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Santa Helena, 2018.

SANTOS, R. S. **Gerenciamento de resíduos: coleta de óleo de cozinha**. Trabalho de Conclusão de Curso - Faculdade de Tecnologia da Zona Leste, São Paulo, 2009.

SILVA, J. A.; DAMASCENO, B. P. G. L.; BORBA, V. F. C.; EGITO, E. S. T.; SANTANA, D. P. Uso de diagramas de fase pseudoternários como ferramenta de obtenção de nanoemulsões transdérmicas. **Revista Brasileira de Farmácia**, v. 90, n. 3, p. 345-349, 2009.

SILVA, J. D. F.; SILVA, Y. P.; PIATNICKI, C. M. S.; BOCKEL, J. W. J.; MENDONÇA, C. R. B. Microemulsões: Componentes, características, potencialidades em química de alimentos e outras aplicações. **Química Nova**, v. 38, p. 1196-1206, 2015.

SILVA, Tatiana Aparecida Rosa da. **Biodiesel de óleo residual: produção através da transesterificação por metanólise e etanolise básica, caracterização físico-química e otimização das condições reacionais**. 2011. Tese (Doutorado em Ciências Exatas e da Terra) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2011.

SILVA, V. F. et al. Sustentabilidade com a produção de biodiesel a partir de óleo de fritura e utilização da glicerina para produção de detergente líquido e sabonete líquido glicerinados. In: JORNADA CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA FATEC DE BOTUCATU, 5., 2016, Botucatu. **Anais da IV JORNACITEC**. Botucatu: FATEC, 2016.

SOARES, S. E. Phenolic acids as antioxidants. **Revista de Nutrição**, v. 15, n. 1, p. 71-81, 2002.

SOUZA et al. Responsabilidade socioambiental: o redirecionamento do óleo de cozinha na preservação dos recursos hídricos do sertão central. In: ENCONTRO DE EXTENSÃO, DOCÊNCIA E INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 10., 2017, Quixadá. **Anais do EEDIC**. Quixadá, 2017.

WEGNER, Aline Celuppi. **Obtenção e caracterização de biodiesel com método “tdsp modificado” utilizando mistura de etanol/metanol.** 2014. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.

WEYER, M.; NORA, G. D. Resíduos sólidos domésticos: estudo de caso do óleo vegetal residual no bairro Morada da Serra - Cuiabá/MT. **Revista Geonorte**, v. 6, n. 24, 2015, p.62-80.

ZANIN, S. M et al. Determinação do Equilíbrio Hidrófilo-Lipófilo (EHL) de Óleos de Origem Vegetal. **Visão Acadêmica**, Curitiba, v.3, n.1, 2002.