

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

JÚLIA HUMMEL DELLA BARBA

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DO ÓLEO DA *MORINGA OLEIFERA* DE ACORDO
COM MÉTODO DE EXTRAÇÃO E REGIÃO DE PLANTIO**

LONDRINA

2023

JÚLIA HUMMEL DELLA BARBA

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DO ÓLEO DA *MORINGA OLEIFERA* DE ACORDO
COM MÉTODO DE EXTRAÇÃO E REGIÃO DE PLANTIO**

**Physicochemical analysis of *Moringa oleifera* oil according to extraction
method and planting region**

Trabalho de conclusão de curso de graduação
apresentado como requisito para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Mecânica da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientadora: Janaina Fracaro de Souza Gonçalves.

LONDRINA

2023



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es) e que licenciem as novas criações sob termos idênticos. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

JÚLIA HUMMEL DELLA BARBA

**ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DO ÓLEO DA *MORINGA OLEIFERA* DE ACORDO
COM MÉTODO DE EXTRAÇÃO E REGIÃO DE PLANTIO**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação
apresentado como requisito para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia Mecânica da Universidade
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 22/novembro/2023

Janaina Fracaro de Souza Gonçalves
Doutorado em Engenharia Mecânica Aeronáutica
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Janksyn Bertozzi
Doutorado em Ciências na área de concentração Química
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Roger Nabeyama Michels
Doutorado em Agronomia
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

LONDRINA

2023

AGRADECIMENTOS

Ao refletir sobre esta jornada, sou inundada por um sentimento profundo de gratidão. Agradeço primeiramente a Deus, que me dá forças todos os dias, sendo o sustento da minha vida, e que me concede tantas oportunidades, incluindo a de me formar nesta universidade.

À minha mãe, que se dedicou incansavelmente a mim, ensinando-me as lições mais valiosas da vida. Ao meu avô, que permanece presente em meu coração e que me ensinou a enfrentar tudo com alegria, amor e paciência. À toda minha família que sempre esteve ao meu lado.

Ao meu namorado por toda ajuda e suporte durante os últimos anos. A todos os amigos que conheci na universidade, especialmente aqueles com quem compartilhei longas madrugadas de estudo e risadas, sempre dispostos a ajudar, e que levarei para sempre comigo. Aos meus irmãos de fé, que sempre estiveram ao meu lado em oração, oferecendo suporte espiritual e emocional, minha eterna gratidão.

À minha orientadora, Prof. Dra. Janaina, cuja sabedoria e parceria foram essenciais nesta trajetória, e por todas as oportunidades que me abriu. À UTFPR e todos os docentes do Curso de Engenharia Mecânica que fizeram parte da minha construção acadêmica. Os desafios me moldaram em uma pessoa mais resiliente, ensinando-me a superar obstáculos com determinação e coragem.

Neste momento, gostaria também de expressar minha gratidão aos profissionais com quem tive a oportunidade de trabalhar. Cada um contribuiu significativamente para o meu desenvolvimento profissional e pessoal, enriquecendo minha experiência com conhecimentos valiosos e boas memórias.

Por fim, agradeço a todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização desta pesquisa, de modo especial a Larissa e Leticia. Agradeço também ao Fernando, Gustavo, Helena, Isabela, Luiza e a tantos outros que, mesmo distantes, estiveram sempre ao meu lado, enriquecendo minha vida e minhas experiências ao longo deste percurso.

RESUMO

Diante da necessidade de lubrificantes mais sustentáveis e considerando a facilidade de cultivo e adaptabilidade da *Moringa oleifera* a diferentes condições climáticas, esse estudo foi conduzido para explorar o potencial dessa planta na produção de biolubrificantes. Amostras de óleo de *Moringa oleifera* de três diferentes regiões do Brasil - Aracaju, Mossoró e Maringá - foram analisadas em termos de composição de ácidos graxos, índices de acidez, peróxido, saponificação, refração, viscosidade e potencial lubrificante utilizando o teste Reichert. Dois métodos de extração, prensagem a frio e por solvente via Soxhlet, foram avaliados em relação aos mesmos parâmetros e adicionalmente quanto ao rendimento de óleo. A comparação entre as técnicas de extração utilizando a Análise Hierárquica de Processos (AHP) revelou que, embora a extração por solvente seja mais severa e possa degradar o óleo, ela é a mais indicada para a obtenção de um maior teor de óleo e visando sua aplicação na indústria. A composição de ácidos graxos não foi afetada pelo método de extração, porém o óleo obtido por prensagem apresentou uma qualidade superior, com menor índice de acidez e maior estabilidade, refletindo em um potencial lubrificante superior. Além disso, a análise comparativa das sementes de diferentes regiões indicou que fatores como a localidade e características do solo influenciam significativamente nas propriedades dos óleos extraídos. As sementes de Aracaju, em particular, destacaram-se, apresentando qualidades que contribuem para a durabilidade e redução do desgaste em ferramentas lubrificadas. O estudo aponta que o óleo da *Moringa oleifera* demonstrou ser adequado para a produção de biolubrificantes, sendo essencial implementar práticas agrícolas eficazes e garantir um armazenamento adequado das sementes e do óleo para assegurar a produção de um produto de alta qualidade.

Palavras-chave: ácido graxo; lubrificantes; prensagem a frio; solvente.

ABSTRACT

In response to the need for more sustainable lubricants and considering the ease of cultivation and adaptability of *Moringa oleifera* to different climatic conditions, this study was conducted to explore the potential of this plant in the production of biolubricants. Samples of *Moringa oleifera* oil from three different regions of Brazil - Aracaju, Mossoró, and Maringá - were analyzed in terms of fatty acid composition, acidity index, peroxide, saponification, refraction, viscosity, and lubricant potential using the Reichert test. Two extraction methods, cold pressing and solvent extraction via Soxhlet, were evaluated in relation to these parameters and additionally in terms of oil yield. The comparison between extraction techniques using the Analytic Hierarchy Process (AHP) revealed that although solvent extraction is harsher and may degrade the oil, it is more suitable for obtaining a higher oil content and aiming for its application in the industry. The fatty acid composition was not affected by the extraction method, but the oil obtained by cold pressing exhibited superior quality, with a lower acidity index and greater stability, reflecting a superior lubricant potential. Furthermore, the comparative analysis of seeds from different regions indicated that factors such as locality and soil characteristics significantly influence the properties of the extracted oils. The seeds from Aracaju, in particular, stood out, showing qualities that contribute to the durability and reduction of wear in lubricated tools. The study points out that the oil of *Moringa oleifera* has proven to be suitable for the production of biolubricants, emphasizing the need to implement effective agricultural practices and ensure proper storage of the seeds and oil to guarantee the production of a high-quality product.

Keywords: fatty acid; lubricants; cold pressing; solvent.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Sistema tribológico	20
Figura 2 - Processo de condensação de ácidos graxos com glicerol resultando no triacilglicerol.....	27
Figura 3 - Equipamento de extração Soxhlet.....	34
Figura 4 - Árvore <i>Moringa oleifera</i> com vagens (a), suas folhas e flores (b)	36
Figura 5 - Imagens obtidas por MEV da superfície dos pinos ensaiados no Reichert Test lubrificado por: (a) óleo de moringa extraído por prensagem; (b) óleo de moringa extraído por Soxhlet	79
Figura 6 - Estereoscopia óptica da superfície lubrificada pelo óleo da região da UERN	81
Figura 7 - Estereoscopia óptica da superfície lubrificada pelo óleo da região da UEM	81
Figura 8 - Estereoscopia óptica da superfície lubrificada pelo óleo da região da UFS	82

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Teor de óleo para cada método de extração	62
Gráfico 2 - Composição de cada tipo de ácido graxo para as três regiões estudadas.....	68
Gráfico 3 - Composição de ácido oleico por região	69

LISTA DE FOTOGRAFIAS

Fotografia 1 - Sementes recém coletadas (a) e após trituração (b)	50
Fotografia 2 - Extrator utilizado em conjunto com a prensa hidráulica	52
Fotografia 3 - Sachê no interior do extrator Soxhlet.....	53
Fotografia 4 - Sistema de extração Soxhlet montado	54
Fotografia 5 - Separação do óleo do solvente no rota-evaporador Fisatom 802	54
Fotografia 6 - Viscosímetro dentro de banho à 95°C	60
Fotografia 7 - Ensaio Reichert Test preparado com o óleo de <i>Moringa oleifera</i> (a) e disco em movimento contra o pino (b)	61

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Quadro 1 - Escala numérica de Saaty	48
Quadro 2 - Fluxograma do processo de extração e análise do óleo	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Estruturas químicas dos ácidos graxos mais comuns	28
Tabela 2 - Valores de IAM de acordo com tamanho da matriz paritária	49
Tabela 3 - Composição em ácidos graxos do óleo de <i>Moringa oleifera</i> extraído por prensagem e Soxhlet.....	64
Tabela 4 - Composição em ácidos graxos do óleo de <i>Moringa oleifera</i> em diferentes regiões.....	67
Tabela 5 - Propriedades físico-químicas do óleo da moringa para cada método de extração	71
Tabela 6 - Propriedades físico-químicas do óleo da moringa de cada região de plantio.....	75
Tabela 7 - Composição de ácidos graxos do óleo de moringa e pinhão-manso	82
Tabela 8 - Propriedades físico-químicas dos óleos vegetais	84

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AGS	Ácido graxo saturado
AGMS	Ácido graxo monoinsaturado
AGPS	Ácido graxo poli-insaturado
AHP	Analytic Hierarchy Process
ANP	Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis
AOCS	American Oil Chemists' Society
ASTM	American Society for Testing and Materials
EMAGs	Ésteres metílicos de ácidos graxos
IA	Índice de acidez
IAM	Inconsistência aleatória média
IC	Índice de consistência
IP	Índice de peróxido
IS	Índice de saponificação
ISO	International Organization for Standardization
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
OECD	Organisation for Economic Co-operation and Development
RC	Relação de consistência
UEM	Universidade Estadual de Maringá
UERN	Universidade do Estado do Rio Grande do Norte
UFS	Universidade Federal de Sergipe
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
SAE	Society of Automotive Engineers

LISTA DE SÍMBOLOS

$\lambda_{m\acute{a}x}$	Maior autovalor da matriz paritria
n	Nmero de elementos comparados na matriz paritria
IA	ndice de acidez [mgKOH/g]
V	Volume da soluo de KOH gasto na titulao [mL]
N	Normalidade exata da soluo de KOH
m	Massa da amostra [g]
IP	ndice de perxido [meqO ₂ /kg]
S	Volume do titulante do teste com amostra [mL]
B	Volume do titulante do teste em branco [mL]
M	Molaridade do tiosulfato de sdio
IS	ndice de saponificao [mgKOH/g]
V_0	Volume da soluo de HCL gasto na prova em branco [mL]
V_1	Volume da soluo de HCL gasto com a amostra [mL]
N_e	Normalidade exata do HCL
ν	Viscosidade cinemtica [cSt]
t	Tempo de fluxo [s]
C	Constante de calibrao do viscosmetro [cSt/s]
A_e	rea da elipse [cm ²]
a	Raio maior da elipse [cm]
b	Raio menor da elipse [cm]

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	Contextualização	15
1.2	Objetivo	17
1.3	Objetivos específicos	17
1.4	Justificativa	18
2	REFERENCIAL TEÓRICO	19
2.1	Sistema Tribológico	20
2.1.1	Atrito	21
2.1.2	Mecanismos de desgaste	22
2.2	Meios de lubrificação	23
2.2.1	Lubrificantes vegetais	24
2.3	Ensaio Reichert Test	26
2.4	Composição dos óleos vegetais	27
2.5	Aplicação dos óleos vegetais	30
2.6	Tipos de extração	31
2.6.1	Extração por prensagem	31
2.6.2	Extração por solvente	32
2.7	<i>Moringa oleifera</i>	35
2.7.1	Óleo da Moringa	38
2.7.2	Revisão dos principais métodos de extração do óleo da semente da moringa encontrados na literatura	39
2.8	Influência do cultivo e clima	40
2.9	Métodos de análise de óleo	42
2.9.1	Índice de acidez (IA).....	42
2.9.2	Índice de peróxido (IP)	43
2.9.3	Índice de saponificação (IS)	45
2.9.4	Índice de refração.....	45
2.9.5	Viscosidade	46
2.10	Método de análise hierárquica (AHP)	47
3.1	Matéria Prima	50
3.2	Obtenção do óleo	52
3.2.1	Extração mecânica	52
3.2.2	Extração por solvente	52

3.2.3	Teor de óleo	55
3.2.4	Comparação entre os métodos de extração pelo método de AHP	55
3.3	Análises do óleo	56
3.3.1	Composição de ácidos graxos	56
3.3.2	Caracterização físico-química	57
<u>3.3.2.1</u>	<u>Índice de acidez.....</u>	<u>57</u>
<u>3.3.2.2</u>	<u>Índice de peróxido</u>	<u>57</u>
<u>3.3.2.3</u>	<u>Índice de saponificação</u>	<u>58</u>
<u>3.3.2.4</u>	<u>Índice de refração.....</u>	<u>59</u>
<u>3.3.2.5</u>	<u>Viscosidade cinemática</u>	<u>59</u>
3.3.3	Potencial lubrificante	60
4	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	62
4.1	Teor de óleo	62
4.2	Comparação entre os métodos de extração pelo AHP	63
4.3	Composição de ácidos graxos.....	64
4.3.1	Comparação entre métodos de extração	64
4.3.2	Comparação entre regiões de plantio.....	66
4.4	Caracterização físico-química	71
4.4.1	Comparação entre métodos de extração	71
4.4.2	Comparação entre regiões de plantio.....	75
4.5	Potencial lubrificante	79
4.5.1	Comparação entre métodos de extração	79
4.5.2	Comparação entre regiões de plantio.....	80
4.6	Comparação do óleo de <i>Moringa oleifera</i> com o óleo de pinhão- manso.....	82
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	86
	REFERÊNCIAS.....	90
	ANEXO A – RESOLUÇÃO EM VIGOR: ANP Nº 911, DE 18 DE NOVEMBRO DE 2022 - DOU DE 23-11-2022	105
	ANEXO B – PORTARIA ANTERIOR: ANP Nº 129, DE 30.7.1999, DOU 2.8.1999- REPUBLICADA DOU 30 DE SETEMBRO DE 1999	107

1 INTRODUÇÃO

As tendências de consumo recentes e as novas políticas ambientais têm colocado os óleos vegetais em destaque, especialmente em aplicações industriais. Este interesse crescente é impulsionado pela necessidade de fontes de energia sustentáveis, ressaltando o papel vital dos óleos vegetais como alternativas aos combustíveis fósseis. Por isso, compreender o cenário dessas mudanças é indispensável, especialmente considerando casos específicos como o do Brasil e o potencial da *Moringa oleífera*.

1.1 Contextualização

O consumo global de óleos vegetais tem crescido de forma expressiva ao longo dos últimos anos. Segundo a United States Department of Agriculture (2023), para a temporada de 2023/24 há uma previsão de um incremento de 4% na oferta e de 4,3% no consumo desses óleos em comparação com 2019/20. No entanto, apesar de sua proeminência na produção de grãos, o Brasil ocupa a sexta posição no cenário global de produção de óleos vegetais.

Em 2022, a demanda total por óleos básicos no Brasil atingiu 1.554.453 m³ (Belmiro, 2023). Deste montante, 37% foram provenientes das três refinarias existentes no país, localizadas em Duque de Caxias (REDUC), Fortaleza (LUBNOR), e em São Francisco do Conde (Mataripe), 19,3% advêm do processo de rerrefinação, e um significativo volume de 43,6% foram importados. Segundo Belmiro (2023), estes números sublinham uma deficiência na produção nacional de óleos, indicando uma necessidade de ampliar a capacidade produtiva interna para atender à crescente demanda.

Este cenário ressalta o potencial inexplorado do Brasil na produção de óleos vegetais. Sendo o país líder global na produção de grãos vegetais, com um pico de 168,51 milhões de toneladas em julho de 2023/24, existe uma oportunidade significativa de aproveitar essa posição para aumentar a produção interna de óleos e reduzir a dependência de importações (United States Department of Agriculture, 2023).

Na conjuntura atual de busca por alternativas sustentáveis, a *Moringa oleifera* emerge como uma opção viável para a produção de óleo vegetal no Brasil. Originária da Índia, esta planta impressiona pela sua excepcional adaptabilidade. Sua habilidade de prosperar em solos pouco férteis, exigindo mínimos nutrientes minerais, é uma de suas maiores vantagens (Anwar *et al.*, 2007). Esta característica não só evita a disputa por terras agrícolas mais férteis, como também a posiciona como uma escolha acertada para o semiárido brasileiro, região marcada por escassas precipitações (Lucena, 2021).

A árvore de moringa, conforme Ayerza (2011), pode produzir até 580 kg/ha de óleo, uma quantidade que depende das condições climáticas e do solo. Essa produtividade é comparável à de culturas como soja, canola e girassol (500-600 kg óleo/ha) e supera a de mamona e milho (200-300 kg óleo/ha), que são as principais fontes de óleos vegetais combustíveis no Brasil, segundo Mourad (2006).

Estudos recentes têm mostrado uma preferência pela utilização de culturas não comestíveis na produção de bio-óleos, evitando assim a concorrência com a indústria alimentícia (Atabani *et al.*, 2013). Nesse contexto, embora as folhas da moringa sejam nutricionalmente valiosas e contenham índices proteicos que variam entre 20% e 28% (Nouman *et al.*, 2014; Tasfaye *et al.*, 2014), é das suas sementes que se extrai o óleo para essa finalidade. Assim, a utilização da moringa na obtenção de biolubrificantes não interfere na oferta global de alimentos, garantindo equilíbrio em ambas as frentes. Além de ser um complemento nutricional na dieta familiar, o cultivo da *Moringa oleifera* pode se tornar uma fonte de renda adicional para esses agricultores, impulsionando a economia local (Honório, 2019).

O óleo da moringa foi identificado como uma alternativa energética viável, como combustível para motores a diesel após um processo de transesterificação, como apontado por Silva *et al.* (2010). Além disso, resíduos de sementes pós-extração têm demonstrado eficácia no tratamento de efluentes (Vilaseca; López-Grimau e Gutiérrez-Bouzán, 2014). Um estudo realizado por Lima (2015) constatou que 200mg de semente de moringa triturada podem eliminar 100% da turbidez de 200ml de água em 2 horas.

A diversidade nas propriedades do óleo da moringa pode ser atribuída a várias razões, como variações sazonais, diferenças nas condições de crescimento, técnicas de cultivo e até mesmo métodos de extração distintos, como a prensagem a frio e o método Soxhlet. A escolha do método de extração é crucial, pois cada técnica pode

impactar diferentemente as características finais do óleo. Diferentes métodos podem influenciar no teor de óleo obtido, enfatizar certas qualidades do óleo ou preservar compostos específicos. Essas nuances resultam em óleos únicos, cada um com suas próprias características (Anwar *et al.*, 2005).

A variedade de óleos provenientes de diferentes regiões oferece uma boa oportunidade para explorar diversas propriedades e usos. Seja na indústria alimentícia, na cosmética ou na indústria, cada semente apresenta suas particularidades que podem ser aproveitadas de maneiras específicas. O aroma, a composição química e os benefícios podem variar, permitindo aplicações diversificadas (Aquino, 2018).

Para avaliar o potencial dos óleos vegetais, a aplicação de ensaios tribológicos como o método Reichert Test é vantajosa devido ao pequeno volume de amostra necessário (Stoeterau, 2004). Esse método, ao simular um movimento por rolamento semelhante ao que ocorre em processos de torneamento, poderá determinar se o óleo do vegetal é adequado como lubrificante, especialmente quando utilizado como fluido de corte (Gonçalves, 2013).

1.2 Objetivo

O presente trabalho tem como objetivo preencher uma lacuna no conhecimento científico ao investigar como diferentes métodos de extração e a origem das sementes afetam as características e o desempenho do óleo de *Moringa oleifera*, sendo essencial para o desenvolvimento de um óleo lubrificante sustentável e eficaz.

1.3 Objetivos específicos

Os objetivos específicos deste trabalho se resumem a:

- Determinar qual método de extração (prensagem a frio ou Soxhlet) do óleo da moringa apresenta maior rendimento;
- Analisar a composição de ácidos graxos do óleo de moringa em função do método de extração e origem das sementes;
- Investigar as propriedades físico-químicas de acordo com o método de extração e origem das sementes;

- Comparar características do óleo da moringa com outro fluido vegetal;
- Verificar, utilizando o método Reichert, se há variação no potencial lubrificante entre os dois diferentes métodos de extração de óleo;
- Avaliar, por meio do método Reichert, a influência no potencial lubrificante quando há sementes provenientes de origens distintas.

1.4 Justificativa

A crescente demanda global por alternativas sustentáveis em todos os setores da indústria tem impulsionado a busca por fontes de materiais mais ecológicos e eficientes. Nesse cenário, a *Moringa oleífera* emerge como uma opção promissora para atender a essa necessidade, não só por suas propriedades biodegradáveis, mas também pela facilidade de cultivo. Esse último atributo, faz com que a planta se torne particularmente atraente para a agricultura familiar, especialmente em regiões menos privilegiadas, potencializando a economia local.

A compreensão das características físico-químicas do óleo derivado da moringa proporciona uma visão abrangente de suas possíveis aplicações, dentre as quais se inclui a produção de lubrificantes vegetais. Nesse contexto, é importante conhecer como diferentes métodos de extração podem influenciar a composição e as propriedades físico-químicas do óleo, visto que essas variações podem afetar seu potencial lubrificante.

A extensa região de cultivo da moringa no Brasil, que abrange uma diversidade de solos e climas, resulta em variações nas características das plantas e, conseqüentemente, nos produtos derivados. Enquanto essas variações podem representar desafios para a indústria, entendê-las pode também se converter em oportunidades significativas. Isso permite que empresas aprimorem seus produtos, adaptando-se e inovando a partir das especificidades apresentadas.

Assim, por meio desse trabalho, será possível a compreensão detalhada das características do óleo da moringa e seu comportamento em diferentes cenários, contribuindo para maximizar suas aplicações práticas. Ao considerar fatores como métodos de extração e ambientes de cultivo, pode-se desbloquear o potencial versátil deste recurso natural, beneficiando indústria, economia, e meio ambiente.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Historicamente, os primeiros lubrificantes adotados pela humanidade provinham de fontes animais e vegetais. No século XIX, os óleos minerais derivados do petróleo substituíram majoritariamente esses óleos naturais, sendo posteriormente complementados pelos sintéticos. Contudo, devido à escassez de recursos não renováveis, como o petróleo, aos impactos ambientais associados e às novas regulamentações, observa-se uma crescente necessidade de retorno às fontes primárias, sobretudo as vegetais (Bondioli, Della Bella e Manglaviti, 2003).

O mercado brasileiro de lubrificantes vendeu cerca de 1.477.351 m³ em 2021, um crescimento de 9,39% em relação ao ano anterior (Belmiro, 2022). No entanto, a proporção de lubrificantes de origem vegetal ainda é baixa, representando apenas cerca de 0,1% do mercado, apesar do Brasil possuir enorme potencial para produzir esses óleos. Em comparação, na Alemanha, a participação dos lubrificantes de base vegetal já ultrapassou 5% (ANP, 2021). No primeiro trimestre de 2023, o mercado brasileiro de lubrificantes continuou crescendo, registrando uma alta de 3,8% em comparação ao mesmo período do ano anterior (Kipper, 2023).

Os lubrificantes sintéticos e minerais possuem implicações ambientais significativas. São considerados mais tóxicos, e, sob altas temperaturas, liberam substâncias nocivas ao ambiente e à saúde humana (Aguilera, García e Moreno, 2020). Dados da ANP (2021) estimam que ao menos 50% dos lubrificantes utilizados mundialmente sejam liberados no meio ambiente devido a evaporação, derramamentos ou acidentes. Pesquisas indicam que um único litro de óleo lubrificante usado tem o potencial de contaminar até um milhão de litros de água, evidenciando uma grave preocupação ambiental (Kipper, 2023). Portanto, o desenvolvimento de biolubrificantes e a reciclagem de óleos são essenciais para promover a sustentabilidade.

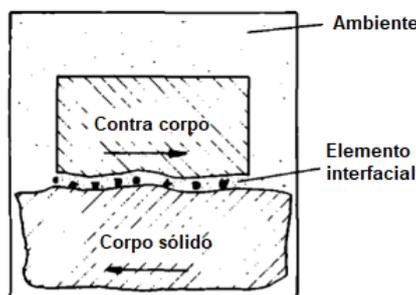
Os biolubrificantes são derivados principalmente de óleos vegetais com mínima intervenção química e aprimorados com aditivos (Silva, 2012). Uma grande inovação neste campo ocorreu na década de 90, com a Dupont Co., ao lançar uma soja cerca de 4 vezes mais rica em ácido oleico, e com menos da metade em ácido linolênico, em comparação à soja convencional. Destinado inicialmente a frituras, esse óleo provou ser 27 vezes mais resistente à oxidação, o que impulsionou a criação de vários lubrificantes de alta qualidade (Honary, 2009).

Dessa forma, para a formulação de novos lubrificantes é importante entender os parâmetros que influenciam a lubrificação e as propriedades físico-química dos óleos vegetais. O principal desafio é encontrar um óleo que seja biodegradável e ao mesmo tempo que tenha alta resistência à oxidação (Kolwzan e Gryglewicz, 2003).

2.1 Sistema Tribológico

A tribologia é a área da ciência e tecnologia que estuda como as superfícies interagem entre si em movimento relativo, bem como temas relacionados abordando fenômenos pertinentes como fricção, desgaste e lubrificação (Stachowiak; Batchelor, 2013). Atrelado a este conceito, Gahr (1978) descreve o sistema tribológico, ou tribossistema, como dois corpos que interagem entre si por um contato móvel, com um elemento interfacial e circundado por um ambiente, conforme ilustrado na Figura 1.

Figura 1 - Sistema tribológico



Fonte: Adaptado de Gahr (1978, p. 82)

Stoeterau (2004) detalha que o tribossistema caracteriza-se por duas principais consequências decorrentes da interação entre as superfícies envolvidas. A primeira, quantificada pelo coeficiente de atrito, é a resistência ao movimento, que gera calor no local do contato e pode produzir ruído. A segunda, é a alteração das características das superfícies durante o processo de escorregamento relativo. Isso pode fazer com que elas se tornem mais lisas ou rugosas, mudem de dureza, e até mesmo percam material pelo processo conhecido como desgaste.

A perda gradativa de material num sistema tribológico se dá em função de alguns dados de entrada como: tipo e objeto de base e contra corpo, influências externas como temperatura, umidade, materiais intermediários entre os dois corpos, a carga aplicada entre eles, e o tipo de movimento que acontece (Czichos, 1978).

2.1.1 Atrito

A força de atrito é definida como a resistência tangencial na interface entre dois corpos quando, sob ação de uma força externa, um corpo se move ou tende a se mover sobre outro (Hutchings e Shipway, 2017). Esse movimento, pode ser classificado como deslizamento ou rolamento, e só ocorrerá se a força aplicada superar a força de atrito oposta (Blau, 2008).

O atrito, conforme Stachowiak e Batchelor (2001), envolve a dissipação de energia entre corpos deslizantes, devido a elevações na temperatura e ao ruído. Várias de suas características são resultados das propriedades das asperezas em contato. É importante lembrar, que muitas vezes a força de atrito é desejável, como por exemplo em sistemas de freios, embreagens, acoplamentos e nas propriedades que garantem a aderência e evitam o derrapamento de pneus nas superfícies (Stoeterau, 2004).

Segundo Hutchings e Shipway (2017) a força atrito é independente tanto da área de contato aparente, como da velocidade de deslizamento, e é proporcional a força normal de deslizamento. Isso trouxe a definição de coeficiente de atrito estático e dinâmico. O estático está relacionado com a resistência ao movimento inicial entre dois objetos que estão em repouso, e o relativo com a resistência ao movimento depois que o deslizamento já começou (Blau, 2008).

Embora algumas vezes tratados como constantes, esses coeficientes dependem da temperatura, poeira, filmes óxidos, vibração, velocidade de deslizamento entre os corpos e da condição de contato (Stachowiak e Batchelor, 2004; Stoeterau, 2004). Nos processos de usinagem, uma lubrificação adequada irá diminuir essas interferências sobre as superfícies, o que implica em redução do atrito e menos desgaste da interface ferramenta-peça (Martins e Schaeffer, 2009).

O estudo de Martins e Schaeffer (2009) revela como a aplicação de diferentes lubrificantes afeta a variação do coeficiente de atrito, levando a uma redução significativa tanto no coeficiente quanto na deformação linear. No aço SAE 8640, o uso de Teflon®¹ como lubrificante resultou em um coeficiente de atrito de 0,028, em

¹ Marca registrada referente ao polímero politetrafluoroetileno (PTFE).

contraste com 0,032 quando utilizado o Aerodag². Para o alumínio, os coeficientes observados foram 0,033 com o uso de Aerodag e 0,037 ao aplicar Teflon®.

2.1.2 Mecanismos de desgaste

Stoeterau (2004) define o desgaste como a deterioração gradual e indesejável de superfícies que estão em contato e se movimentam uma em relação à outra, causada principalmente por ações mecânicas. É um fenômeno extremamente complexo que não é considerado uma propriedade dos materiais, mas uma resposta do sistema, englobando as condições do ambiente, material, operação, lubrificação e ponto de contato (Bayer, 1994).

A principal razão para a diminuição da eficácia mecânica e para a degradação material é o desgaste, sendo que a sua mitigação pode resultar em benefícios econômicos significativos, conforme destacam Holmberg e Erdemir (2017).

No processo de desgaste descrito por Neale (1995), há duas fases principais. A fase de "*running-in*" é o período inicial onde o desgaste é mais intenso, e ocorre principalmente devido ao contato entre as irregularidades das superfícies em interação. A segunda fase, conhecida como "*steady-state*", é o momento em que o desgaste é mais estável, majoritariamente governado pelas propriedades mecânicas do material e à sua capacidade de ajustar-se às asperezas da superfície oposta ou de formar uma camada fina de material desgastado, resultando em uma redução no coeficiente de atrito.

Conforme explicado por Stoeterau (2004), o desgaste também é classificado com base no mecanismo que o provoca, os mais conhecidos sendo adesão, abrasão, corrosão e fadiga superficial, e podem ocorrer simultaneamente. O desgaste adesivo é o mais responsável por danos, e surge da ligação e deformação das asperezas superficiais principalmente devido ao calor do atrito. Mesmo com baixas cargas, o contato intenso sob alta pressão pode levar à transferência de material entre as superfícies em movimento (Gahr, 1978).

O desgaste abrasivo refere-se à perda de material quando uma superfície mais dura desliza sobre outra mais mole, ocasionando ranhuras. Pode ser ocasionado também quando partículas rígidas entram entre as superfícies, como por exemplo,

² Linha de lubrificante à base de grafite.

contaminantes em lubrificantes (Gahr, 1978; Stoeterau, 2004). Já o desgaste por oxidação, segundo Gahr (1978), ocorre pela formação de uma camada de óxido resultante de uma reação química, que reduz o contato direto entre as superfícies envolvidas, especialmente em condições de escorregamento de alta velocidade.

Ademais, sobretudo em superfícies de rolamento, por haver um carregamento cíclico, as tensões variáveis podem provocar trincas que se propagam chegando até a superfície, resultando na formação de uma cavidade que pode causar a fratura. Este tipo de desgaste é chamado de fadiga ou "*pitting*", e só ocorre na presença de óleo, pois sem ele, as superfícies são mais propensas a desenvolver escamas, ao invés de cavidades. Para cada conjunto de material e carga, existe uma viscosidade crítica abaixo da qual o óleo irá entrar na trinca e promover o *pitting* (Stoeterau, 2004).

Os resultados dos ensaios realizados por Maru (2003), envolvendo aços AISI 52100 e AISI 8640 com lubrificação mineral, demonstraram uma redução significativa do desgaste. A perda média de dimensão vertical das amostras permaneceu abaixo de 50 μm , evidenciando que o uso de lubrificantes adequados desempenha um papel crucial na diminuição do desgaste mecânico.

2.2 Meios de lubrificação

De acordo com Blau (2008), a lubrificação é caracterizada como qualquer substância interposta entre duas superfícies em movimento relativo com o objetivo de reduzir o atrito e o desgaste entre elas. As camadas de filmes lubrificante que separam os corpos, são geralmente muito finas e podem ser difíceis de observar. Em geral, as espessuras dessas camadas de material variam de 1 a 100 $[\mu\text{m}]$, embora filmes cada vez mais finos também possam ser encontrados (Stachowiak e Batchelor, 2001).

Secco *et al.* (2013) e Stachowiak e Batchelor (2001) afirmam que os lubrificantes também retiram o calor e partículas de desgaste, principalmente quando empregados como fluido de corte, e podem servir como meio para distribuir inibidores de corrosão e biocidas. O desempenho do lubrificante depende de sua composição, de suas características físicas e químicas, e dos materiais que estão em contato (Stachowiak e Batchelor, 2001).

Além da seleção e formulação de lubrificantes, outros fatores estão envolvidos na lubrificação, como projeto da geometria de contato e os métodos para aplicá-los,

filtrá-los, condicioná-los e descartá-los. Em geral, os lubrificantes podem ser sólidos, líquidos ou gases. Os métodos de predição para filmes líquidos ou gasosos envolvem, em nível elementar, a lubrificação hidrodinâmica, hidrostática e elasto-hidrodinâmica (Blau, 2008).

Junior (2019) realizou testes com disco de aço 4140 em contato com pino de aço inoxidável 304, para verificar a diferença entre contato seco e lubrificado. O resultado foi que em média, o contato seco apresentou coeficiente de atrito de 0,5, desgaste de 1024 μm e variação mássica de 0,3g. Já o contato lubrificado mostrou coeficiente de atrito de 0,1, desgaste de 56 μm e variação mássica de 0,04 g.

Em um estudo sobre a influência do fluido de corte na usinagem de polímeros realizado por Sorte (2020), foi concluído que a utilização do fluido lubrificante melhora a integridade da superfície usinada e reduz a rugosidade. A presença do fluido também diminui o tamanho dos cavacos e a corrente consumida no processo, devido ao menor atrito entre ferramenta e peça.

2.2.1 Lubrificantes vegetais

Segundo Aguilera, García e Moreno (2020), a tribologia verde é um novo conceito da tribologia, que se preocupa em reduzir o consumo de energia mediante a diminuição do atrito, e minimização da contaminação do ar, da água e da terra. Isso somente se torna possível com a adoção de materiais biodegradáveis e não tóxicos, como é o caso dos lubrificantes obtidos por meio de vegetais.

O lubrificante mineral, por ser não biodegradável, acaba sendo prejudicial a natureza, uma vez que pode poluir de forma devastadora a água e o meio ambiente (Adhvaryu *et al.*, 2002). Assim, a utilização de óleos vegetais, como o de rícino, babaçu, canola, ao invés dos óleos de petróleo e mineral, torna-se interessante e ainda apresentam um menor custo em relação aos lubrificantes sintéticos. Além de ser mais ecológico, o lubrificante vegetal tem excelentes propriedades lubrificantes, e em sua maioria possui alto ponto de fulgor, o que acarreta menos emissão de óxidos de carbono (Aguilera, García e Moreno, 2020).

Plantas como *jatropha*, *mahua*, algodão, canola e girassol estão sendo estudadas como fontes de lubrificantes devido ao seu alto teor de ácido oleico, gerando lubrificantes mais estáveis (Castro *et al.*, 2006; Goud *et al.*, 2006; Meyer *et*

al., 2008). O óleo de mamona, extraído de sementes que contêm entre 40% e 60% de óleo, é rico em ácido ricinoleico e se destaca pela alta densidade e viscosidade, adequando-se perfeitamente à indústria de lubrificantes (Patel *et al.*, 2016).

Em um estudo conduzido por Silva (2015), foi constatado que biolubrificantes oriundos da epoxidação de óleos de maracujá e moringa possuem propriedades tribológicas superiores aos fluidos comerciais de base mineral, sugerindo serem alternativas promissoras aos lubrificantes convencionais. Em outra pesquisa, realizada por Aquino (2018), o óleo de Moringa, tanto em sua forma pura quanto aditivada, apresentou qualidades como acidez, umidade, densidade e estabilidade térmica que destacam seu potencial na produção de biolubrificantes.

De acordo com Silva (2018), os óleos hidráulicos e de processo, juntamente com os fluidos de trabalho em metal compõem cerca de dois terços do mercado de lubrificantes industriais no Brasil. A rápida evolução das regulamentações e opções está pressionando a indústria a se adaptar.

Em relação ao óleo mineral, o óleo vegetal apresenta superioridade no desempenho de corte, estende a durabilidade da ferramenta e aprimora o acabamento das superfícies. Apesar de seus benefícios ecológicos, os fluidos vegetais são mais vulneráveis à degradação, seja por oxidação ou por reações hidrolíticas. Assim, escolher adequadamente o tipo de óleo vegetal e monitorar o pH da solução são aspectos importantes (Woods, 2005).

Na investigação do potencial de lubrificação dos óleos de tungue e pinhão manso como fluidos de corte realizado por Silva (2017), verificou-se que ambos apresentaram qualidades promissoras. Embora o tungue tenha mostrado um rendimento global ligeiramente inferior devido à ausência de aditivos, seus resultados nos ensaios tribológicos foram comparáveis aos do pinhão manso. Nos testes de desgaste e perda de massa dos pinos utilizando os óleos in natura, o tungue demonstrou leve superioridade, e em relação à ferramenta, o pinhão manso prolongou significativamente sua vida útil.

Em pesquisa de Silva *et al.* (2014), o desempenho de óleos vegetais de milho e soja foi avaliado como fluidos de corte em relação ao fluido integral. As peças trabalhadas com óleos vegetais exibiram rugosidades semelhantes às do fluido integral. Os óleos vegetais apresentaram maior viscosidade, densidades comparáveis e proporcionaram melhor resfriamento das peças com menor corrosão, evidenciando sua eficácia e viabilidade no processo.

2.3 Ensaio Reichert Test

No campo da tribologia, para se fazer um estudo sobre desgaste e atrito em determinado tipo de material, simulando condições reais de operação, é utilizado um dispositivo de teste denominado tribômetro (Morim, 2018).

O tribômetro é um instrumento flexível para aferição de propriedades de atrito e desgaste de conjuntos de materiais e lubrificantes sob condições definidas de carga, velocidade, temperatura e atmosfera. A caracterização tribológica compreende análises das verdadeiras condições de aplicação do material, bem como investigações referentes ao coeficiente de atrito, taxa de desgaste e longevidade do filme (Radi *et al.*, 2007).

Existem vários tribômetros disponíveis comercialmente, e em sua maioria se limitam a uma configuração de teste, exigindo por vezes, a seleção criteriosa e/ou utilização de vários dispositivos para atender uma necessidade (Chlum, 2010).

De acordo com Lutif *et al.* (2015), o Reichert Test é um ensaio que utiliza um tribômetro para avaliar o desgaste e a relação entre fluidos lubrificantes em diferentes materiais. O mecanismo desse teste consiste em criar um atrito entre um anel de metal duro, acoplado a um eixo, que desliza sobre um pino fixo de liga de alumínio ou de aço. Gonçalves (2013) ressalta que, para garantir a presença contínua de um filme lubrificante, um terço da parte inferior do anel deve permanecer submerso no óleo sob análise. Com o decorrer de um tempo pré-determinado, na superfície do pino testado, surgem marcas elípticas de desgaste (Lutif *et al.*, 2015; Cosmacini e Veronezi, 1986). A dimensão destas marcas é influenciada diretamente pela capacidade de carga do fluido em avaliação, assim, quanto maior for essa capacidade, menor será o desgaste observado na peça (Hutchings, 1992).

O Reichert Test é frequentemente utilizado para a formulação de novos fluidos devido ao menor consumo de fluido de corte comparado aos testes convencionais de usinagem. Dentro deste contexto, o material do pino serve como simulação da peça a ser usinada, enquanto o anel atua como representação da ferramenta de corte (Gonçalves, 2013).

Lutif *et al.* (2015) conduziram testes utilizando o ensaio Reichert Test para avaliar detergência, lubricidade e desgaste em superfícies metálicas submetidas a condições a seco e lubrificadas com água, óleo de amendoim e óleo de moringa. Os

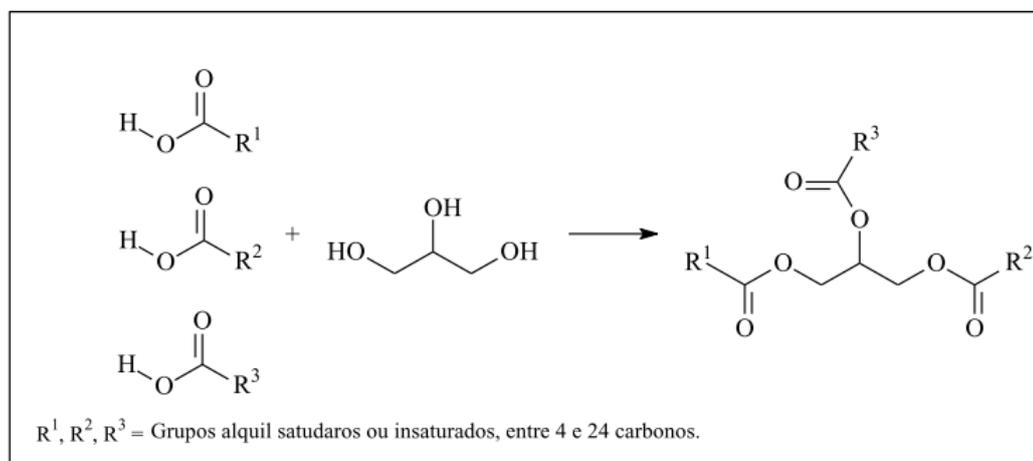
resultados indicaram que o óleo de moringa apresentou o melhor desempenho, mostrando bom perfil para utilização como fluido de corte.

2.4 Composição dos óleos vegetais

As oleaginosas apresentam elevado teor de óleo, em média 35%. Os óleos são obtidos a partir de suas partes, como raízes, galhos, folhas, mas sendo frequentemente extraídos da polpa, grãos ou sementes (Lehninger *et al.*, 1995).

Os óleos vegetais são substâncias hidrofóbicas, ou seja, insolúveis em água, compostas por aproximadamente 95% de triacilgliceróis, sendo o outro restante composto por mono e diacilgliceróis, tocoferóis, proteínas, dentre outros produtos de reações de oxidação (Peter, 1978). Conforme explicado por Moretto e Fett (1998) esses triacilgliceróis resultam da condensação de três moléculas de ácidos graxos com uma molécula de glicerol, como ilustrado na Figura 2.

Figura 2 - Processo de condensação de ácidos graxos com glicerol resultando no triacilglicerol



Fonte: ANP (2016, p. 24)

Os ácidos graxos, por sua vez, representam 96% do peso molecular dos triacilgliceróis. Eles são caracterizados por longa cadeia de átomos de carbono, geralmente em número par, cuja extremidade está ligada à um grupo carboxila, característica dos ácidos orgânicos (Knothe, 2005). Essas cadeias podem ser classificadas em duas categorias: as saturadas, nos quais todos os átomos de carbono na cadeia estão ligados a pelo menos dois átomos de hidrogênio, e as insaturadas, com carbonos ligados a somente um átomo de hidrogênio, apresentando uma ou mais duplas ligações, como explicado por Moretto e Fett (1998). A quantidade

de ligações duplas está relacionada com o número de átomos de hidrogênio faltantes na cadeia orgânica desses ácidos carboxílicos (Lopes, 2015). As estruturas mais comuns e nomes de ácidos graxos são apresentados na Tabela 1:

Tabela 1 - Estruturas químicas dos ácidos graxos mais comuns

	Ácido Graxo	Nomenclatura IUPAC	Estrutura	Fórmula
Saturados	Butírico	Butanóico	4:0	$C_4H_8O_2$
	Capróico	Hexanóico	6:0	$C_6H_{12}O_2$
	Caprílico	Octanóico	8:0	$C_8H_{16}O_2$
	Cáprico	Decanóico	10:0	$C_{10}H_{20}O_2$
	Láurico	Dodecanóico	12:0	$C_{12}H_{24}O_2$
	Mirístico	Tetradecanóico	14:0	$C_{14}H_{28}O_2$
	Palmítico	Hexadecanóico	16:0	$C_{16}H_{32}O_2$
	Estearico	Octadecanóico	18:0	$C_{18}H_{36}O_2$
	Araquídico	Eicosanóico	20:0	$C_{20}H_{40}O_2$
	Behênico	Docosanóico	22:0	$C_{22}H_{44}O_2$
	Lignocérico	Tetracasanóico	24:0	$C_{24}H_{48}O_2$
	Cerótico	Hexacosanóico	26:0	$C_{26}H_{52}O_2$
Insaturados	Palmitoleico	Cis-9-Hexadecenóico	16:1	$C_{16}H_{30}O_2$
	Oléico	Cis-9-Octadecenóico	18:1	$C_{18}H_{34}O_2$
	Gadoléico	Cis-11-Eicosenóico	20:1	$C_{20}H_{38}O_2$
	Linoleico	Cis-9-cis-12-Octadecadienóico	18:2	$C_{18}H_{32}O_2$
	Linolênico	Cis-9-cis-12-cis-15-Octadecatrienóico	18:3	$C_{18}H_{30}O_2$

Fonte: Adaptado de Vianni e Braz-Filho (1995)

As gorduras se diferenciam dos óleos por serem sólidas à temperatura ambiente, devido à sua constituição maior em ácidos graxos saturados, enquanto os óleos vegetais são líquidos e possuem de 1 a 4 insaturações na cadeia carbônica (Solomons, 1996).

Conforme evidenciado por Araújo (2005), cada óleo apresenta uma composição típica. O percentual de cada ácido graxo e o comprimento da cadeia de carbono dos ácidos graxos, influencia características como ponto de fusão, peso específico, viscosidade, solubilidade, reatividade química, estabilidade térmica e oxidativa do óleo.

Os óleos ricos em ácidos graxos saturados geralmente apresentam maior resistência a variações térmicas e oxidação em comparação com aqueles com alto teor de ácidos graxos insaturados (Knothe, 2005). Ao mesmo tempo, alta proporção

de ácidos graxos saturados de cadeia longa dificultam o escoamento à frio (Jayadas *et al.*, 2014). Em relação a lubricidade, as cadeias de ácidos graxos saturados organizam-se de maneira mais compacta devido à sua estrutura linear, diferentemente das cadeias insaturadas. Por essa razão, óleos com alta concentração de ácidos graxos insaturados propiciam a formação de um filme lubrificante mais espesso, garantindo uma lubrificação superior (Joaquim, 2007).

Óleos vegetais como os de soja, linhaça e canola possuem uma elevada insaturação, influenciada pela presença de derivados dos ácidos linoleico e linolênico. Essa característica compromete a estabilidade termo-oxidativa desses óleos, levando à polimerização. Como consequência, em altas temperaturas, eles tendem a formar produtos mais espessos e resinosos. Se utilizados como lubrificantes sem modificações para diminuir a insaturação, podem provocar acúmulo de resíduos, efeitos corrosivos e prejuízos aos maquinários em um período relativamente breve (Silva, 2012).

O ácido oleico se mostra importante na composição dos óleos tendo em vista a produção de lubrificantes. A pesquisa de Honary (2009) apontou que em comparação com um óleo de soja comum, o óleo de soja com alto teor de ácido oleico pode ter uma estabilidade oxidativa aproximadamente 27 vezes maior do que o óleo de soja convencional.

Outras substâncias como ácidos graxos livres, fosfatídeos, peróxidos, e tocoferóis também são encontrados nos óleos. A concentração de ácidos graxos livres pode aumentar durante o processamento e o armazenamento, e seu teor determina os procedimentos necessários para neutralizar a acidez do óleo (O'Brien, 2003). No processo de refino, a concentração de ácidos graxos livres é reduzida a um limite máximo de 0,6%, expresso em ácido oleico, de acordo com as regulamentações da ANVISA (2005), estabelecendo um padrão aceitável de acidez para óleos refinados.

Tocoferóis atuam como antioxidantes, tornando os óleos brutos mais resistentes à deterioração oxidativa (Moretto e Fett, 1998). Enquanto isso, segundo Zagonel e Ramos (2000), a presença de fosfatídeos no biodiesel pode causar danos graves aos motores, incluindo o acúmulo de depósitos de carbono e corrosão durante a queima. Porém é possível remover esse composto do óleo bruto por meio de uma lavagem aquosa, processo chamado degomagem.

Em relação as propriedades, ainda que os óleos vegetais são mais propensos a ter uma estabilidade oxidativa reduzida, eles possuem benefícios em relação aos

outros óleos. Caracterizam-se por um controle melhor do atrito e possuem ponto de fluidez mais elevados quando comparado aos óleos minerais. Do ponto de vista financeiro, os óleos vegetais podem custar até 3 vezes mais que os minerais, devido à complexidade de sua cadeia de produção. Por outro lado, os sintéticos chegam a custar 10 vezes mais que os minerais, uma vez que requerem processos de fabricação tecnologicamente mais avançados (Weller e Perez, 2010).

2.5 Aplicação dos óleos vegetais

No estudo realizado por Lima *et al.* (2007), foi produzido biodiesel a partir do óleo de babaçu utilizando metanol e etanol como agentes transesterificantes. Os biodieseis atenderam aos padrões da ANP, permitindo sua utilização puro ou misturados ao diesel em motores a ciclo diesel sem adaptações. Além disso, o biodiesel feito com etanol mostrou algumas qualidades superiores ao feito com metanol, indicando uma direção promissora para a produção de biodiesel no Brasil.

A análise da composição de ácidos graxos feita por Deus (2008) evidenciou que o óleo da amêndoa e da polpa do pequi são ricos em ácido palmítico e oleico. Estes compostos são essenciais em emulsões, proporcionando suavidade à pele e atuando como lubrificantes para peles extremamente secas, o que os torna aptos para uso em cosméticos.

O ensaio tribológico de Aquino (2018) comparou o óleo de moringa puro e o aditivado com nanopartículas de ferro. Foi observado que o óleo aditivado teve coeficiente de atrito de 0,065, enquanto o puro registrou 0,058. Ambos se mostraram eficazes como lubrificantes até a temperatura de 300°C, ponto em que começa a degradação.

Em outra investigação, feita por Silva (2015), biolubrificantes derivados de óleos de maracujá e moringa foram elaborados em suas formas pura e epoxidada. A epoxidação dos óleos conferiu melhor estabilidade oxidativa e diminuição da acidez. Todos os biolubrificantes apresentaram características tribológicas excelentes em relação a fluidos comerciais padrão, com o óleo de maracujá puro destacando-se pelo seu desempenho.

Um estudo de Silva *et al.* (2014) apontou que os óleos de soja e milho tiveram desempenho notável em retificação comparados ao óleo mineral. O óleo de soja

proporcionou um acabamento comparável ao do óleo mineral, e a baixa acidez dos óleos vegetais resultou em menor corrosividade, favorecendo a conservação do equipamento e da peça.

A pesquisa de Gonçalves (2013) focada no óleo de pinhão-manso como fluido de corte, enfatizou sua capacidade de lubrificação, confirmada através de ensaios específicos. Esse óleo também evidenciou grande resistência à oxidação e características biocidas. No entanto, foi identificado a presença de éster de forbol e cursina no pinhão manso, substâncias reconhecidas como tóxicas.

2.6 Tipos de extração

A composição química e o teor de óleo de uma determinada variedade pode ser afetada pelo método de extração e pelo armazenamento da matéria-prima, como indicado por Ramos *et al.* (2011). A extração visa separar o óleo da matriz, que na maioria dos óleos vegetais é a semente. Seus principais objetivos são obter o óleo livre de alterações e impurezas, alcançando o máximo rendimento, e produzir uma torta, ou farelo, de qualidade superior (Schneider, 2003). Segundo Tandy (1991), o processo varia de acordo com a matéria prima, e pode incluir limpeza, secagem, desintegração, floculação e condicionamento ou aquecimento.

No caso de sementes, o preparo começa com a limpeza, e em seguida a maioria é descascada, pois as cascas contêm frequentemente menos de 1% de óleo. Além disso, elas podem prejudicar a eficiência do processo de extração, então são separadas por um aspirador e tratadas para separar o óleo e a farinha (O'Brien, 2003).

As oleaginosas também podem passar pela etapa de aquecimento, que geralmente ocorre com temperaturas entre 80°C e 105°C. Isso quebra as células, coagula as proteínas, torna os fosfolipídios insolúveis, aumenta a fluidez do óleo, elimina fungos e bactérias, inativa enzimas e seca até um teor de umidade adequado (O'Brien, 2003).

2.6.1 Extração por prensagem

Sob a perspectiva de impacto ambiental, a extração por prensagem é a opção mais favorável, pois não resulta na geração de produtos ou resíduos tóxicos. É um

método de baixa eficiência, mas é adaptável a vários tipos de oleaginosas, apresenta simples manuseio e é de baixo custo, sendo viável para pequenos agricultores (Singh e Bargale, 2000).

A extração mecânica, como apontado por Li (2002), separa o líquido e o sólido por meio de prensas, que são do tipo contínua ou hidráulica, podendo ser motorizadas ou manuais. A aplicação de alta pressão reduz significativamente o volume da matéria-prima, resultando na ruptura das paredes celulares e na expulsão do óleo. Durante esse processo, traços de água são evaporados, a viscosidade do óleo diminui continuamente e os sólidos, pigmentos e compostos coloidais são gradualmente incorporados ao óleo.

As prensas contínuas operam com roscas que trituram o material, liberando o óleo, podendo operar com sementes à temperatura ambiente ou com um pré-tratamento térmico. Já as prensas hidráulicas, que podem ser equipadas com um extrator, funcionam através de um êmbolo que aplica pressão direta sobre o material. Esta pressão gera uma força considerável que comprime o material no extrator, efetivamente extraíndo o óleo. Durante este processo, o óleo é filtrado ao passar por um conjunto de aberturas dimensionadas no cesto do extrator, garantindo a separação do óleo do material sólido restante (Aquino, 2018; Singh e Bargale, 2000).

De acordo com Antoniassi *et al.* (2013), a prensagem mecânica é uma técnica adequada para operações em pequena escala, especialmente quando se lida com materiais com umidade inferior a 10%, ou com teor de óleo considerável. Embora seja extraído óleo com boa qualidade, esse processo frequentemente resulta em uma torta com uma parcela de óleo retido. Por isso, muitas vezes é realizado um processo combinado com a extração por solvente.

2.6.2 Extração por solvente

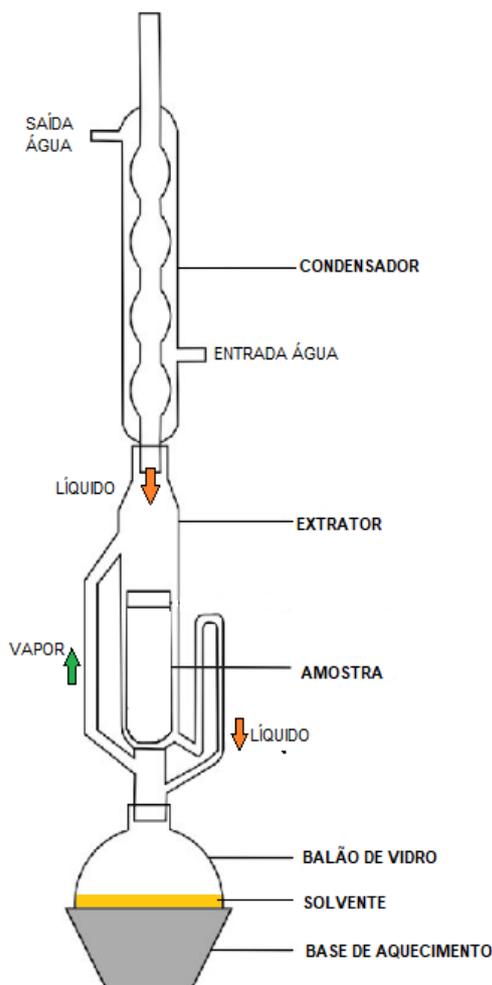
A extração por solvente dos triacilglicerídeos dos tecidos da estrutura celular é descrita como um processo de transporte extrativo ligado a uma fase sólida. Para que isso aconteça de forma eficiente, é necessário que o material seja completamente desintegrado antes do início da extração (Sella, 2007).

Segundo Schneider (1980), a extração ocorre pela adição de um solvente capaz de solubilizar a substância, e consiste basicamente em três etapas. Na primeira

etapa, acontece a transferência de massa de soluto de um meio sólido para o solvente. Este estágio engloba a penetração do solvente nos poros do material sólido, processo que facilita a extração do soluto. A seguir, na segunda etapa, dá-se a formação de uma solução que combina o soluto e o solvente, ocorrendo a difusão do soluto nos poros para a parte externa do sólido através do solvente. Por último, ocorre a evaporação do solvente, resultando na segregação efetiva do soluto, concluindo o processo de extração, com o soluto sendo separado e recolhido de maneira eficaz (Richardson, Harker e Backhurst, 2002).

Pipolo *et al.* (2015) recomenda a extração química por solvente para oleaginosas com baixo teor de óleo e produção em grande escala, como é comum na extração de óleo de soja. O autor explica que este processo é amplamente utilizado no processamento industrial, sendo indicado para produção de soluções de alto valor agregado, como o óleo de moringa, e para eliminar impurezas na purificação de sólidos.

Dentre os diversos métodos de extração por solvente, o de Soxhlet é o mais antigo, e teve o primeiro aparelho desenvolvido em 1879 por Frans Von Soxhlet. O equipamento utilizado é ilustrado na Figura 3, sendo formado por três partes principais. A primeira consiste em uma câmara de extração ou extrator, onde é colocada a matriz sólida em um papel de filtro. Abaixo da câmara, é encaixado um balão de ebulição, onde o solvente é adicionado. O solvente, geralmente éter de petróleo, éter dietílico ou n-hexano, é aquecido e evapora, subindo por um tubo lateral até o condensador, que fica acima do extrator. No condensador, o solvente vai se resfriando e condensando de volta no extrator, entrando em contato com a matriz sólida. Dessa maneira, o solvente vai dissolvendo o soluto, formando uma solução, que desce para o balão de ebulição novamente. O fluido é aquecido novamente, formando um ciclo, que irá se repetir até a extração completa do que se deseja (Sella, 2007).

Figura 3 - Equipamento de extração Soxhlet

Fonte: Adaptado de Shinzato *et al.* (2010)

Se faz necessário que os grãos sejam triturados, reduzindo a área superficial, para melhor penetração do solvente. Ao final, o solvente se encontra misturado com o óleo, precisando ser removido para separação e para reutilização. Isso é realizado por meio de um evaporador rotativo, que separa componentes com pontos de ebulição diferentes (Aquino, 2018).

A eficiência do processo de extração depende de diversos fatores. Estes incluem o tamanho das partículas da amostra, a umidade da amostra, uma vez que a presença de água pode dificultar a penetração do solvente, e o tipo de solvente utilizado, pois é preciso ter afinidade e solubilidade entre o solvente e o componente a ser extraído (Martins, Lopes e Andrade, 2013).

Segundo Aquino (2007), a escolha do solvente é determinada por uma série de fatores críticos, incluindo seletividade, viscosidade, densidade, volatilidade, ponto de ebulição, inflamabilidade, toxicidade e custo. O n-hexano é frequentemente o

escolhido devido à sua alta seletividade para compostos polares, estreita faixa de ebulição e imiscibilidade em água. No entanto, Moretto e Fett (1998) salientam que devido ao seu potencial poluente, custos e questões de segurança relacionadas à inflamabilidade, alternativas estão sendo exploradas para encontrar solventes mais sustentáveis e seguros.

Essa técnica oferece diversas vantagens: não necessita de especialização, a amostra está em contato contínuo com o solvente, que é renovado constantemente, e o sistema opera regularmente à uma temperatura alta. Além disso, comparado à prensagem, tem maior capacidade e permite a extração de uma quantidade significativa de óleo sem a necessidade de filtração e sem resíduo de óleo após o processo (Castro e García-Ayuso, 1998).

Castro e García-Ayuso (1998) destacam que ao considerar o aspecto ecológico, o método emprega uma extensa quantidade de solvente prejudicial ao meio ambiente e à saúde humana, além de representar um custo elevado. O período extenso de extração e as altas temperaturas empregadas podem comprometer as propriedades do óleo, resultando em uma redução de sua qualidade.

Em 1957, Folch, Lees e Stanley (1957) publicaram um método para a isolamento e purificação de lipídios em tecido animal, utilizando uma combinação de clorofórmio e metanol, seguida pela adição de cloreto de potássio. Confrontando a necessidade de utilizar um grande volume de solventes, Bligh e Dyer aprimoraram esse método em 1959, reduzindo a quantidade de solventes utilizados e acelerando o processo. Ambos os métodos, comparado com o de Soxhlet, evitam reações de peroxidação e hidrólise. Contudo, persistem desvantagens significativas, como a toxicidade dos solventes empregados e a extração de contaminantes não lipídicos da fase orgânica.

2.7 *Moringa oleifera*

Moringa, o único gênero da família *Moringaceae* e parte da ordem *Brassicales*, é composto por 13 espécies distintas. Originária da África e Ásia, demonstrou uma notável capacidade de adaptação, sendo agora cultivada em todos os continentes (Olson, 2002). Ela se caracteriza por ser um arbusto ou árvore de pequeno porte, de crescimento rápido, podendo atingir até 12 metros de altura.

Apresenta casca de cor clara, folhas verdes pequenas, flores brancas, vagens de 18 a 50 cm, e geralmente um único tronco sustentando uma copa aberta (Ashraq, Basra e Ashfaq, 2012; Morton, 1991). A árvore pode ser observada na Figura 4:

Figura 4 - Árvore *Moringa oleifera* com vagens (a), suas folhas e flores (b)



(a)



(b)

Fonte: Autoria própria (2023)

A espécie *Moringa oleifera*, conhecida por ser a mais economicamente cultivada e com maior presença global, tem sua origem nas áreas tropicais secas do noroeste da Índia, ao sul do Himalaia. No Brasil, sua introdução foi por volta de 1950, e prevalece na região Nordeste, com destaque para os estados do Maranhão, Piauí e Ceará (Lorenzi & Matos, 2002).

Por demonstrar baixa exigência em termos de nutrientes minerais, ela é capaz de prosperar em solos de baixa fertilidade (Anwar *et al.*, 2007). Rangel (1999) e Seifu (2012) destacaram esta leguminosa como resistente a seca, a pragas, com alta capacidade de adaptação a diferentes tipos de solo, e com facilidade de propagação, podendo ser cultivada tanto através do plantio direto quanto pela produção de mudas. Muthuswamy (1954) relatou que na Índia, as plantas cultivadas a partir de estacas começam a dar frutos (vagens) em 6-8 meses após o plantio, sendo que cada vagem possui aproximadamente 20 sementes. O rendimento geralmente é baixo nos

primeiros 2 anos, mas a partir do terceiro ano, uma única árvore produz 600 ou mais frutos por ano. Em Pernambuco, a produtividade da plantação de Moringa alcançou 45 toneladas de vagens por hectare, conforme relatado por Silva *et al.* (2010).

Todas as partes da planta possuem alguma utilidade. Suas folhas, ricas em proteínas e aminoácidos essenciais, são transformadas em suplementos alimentares, conforme mencionado por Ramachandran; Peter e Gopalakrishnan (1980), se tornando um recurso valioso em regiões onde a desnutrição é uma preocupação.

A moringa também é uma escolha popular para a suplementação alimentar de animais, beneficiando peixes, galinhas e ruminantes, conforme pesquisas de Oliveira *et al.* (2020). O estudo de Azzaz *et al.* (2016) sobre o potencial da árvore como suplemento na nutrição animal revelou ao adicionar 5 gramas de folhas secas de *Moringa oleifera* por quilo de matéria seca à dieta de ovelhas lactantes, houve um aumento de 12,75% na produção de leite e aprimoramento na qualidade do leite quando comparado com a dieta composta de uma mistura concentrada e trevo egípcio.

Estudos mostram que a moringa possui ação anticancerígena, anti-inflamatória, antidiabética, antioxidante e antimicrobiana. Essas propriedades a tornam um recurso promissor na medicina tradicional, proporcionando benefícios para a saúde humana no tratamento de doenças (Anwar *et al.*, 2007; Gimenis, 2015).

Onde o acesso de água limpa é limitado, as suas sementes podem auxiliar no clareamento e tratamento de água. Devido às suas propriedades coagulantes e capacidade bactericida, as sementes trituradas da Moringa são eficazes na purificação da água, como constatado em estudos de Frighetto *et al.* (2007) e Paterniani, Mantovani e Sant'Anna (2009).

Suas sementes também são altamente valorizadas pela indústria devido à abundante quantidade de óleo que contêm, podendo ser utilizado até em cosméticos, como mencionado por Lalas e Tsakins (2002). Pesquisas como de Aquino (2018) e Silva (2015) demonstraram que o óleo das sementes apresentou boas propriedades tribológicas, se tornando uma boa opção para o uso como biolubrificante. Almeida *et al.* (2015) e Silva *et al.* (2010) concluíram que o óleo pode ser utilizado como matéria prima para a produção de biodiesel ou como mistura junto ao petrodiesel. Além disso, o resíduo resultante da extração de óleo das sementes pode ser utilizado como fertilizante (Rashid *et al.*, 2008).

O estudo de Villafuerte e Villafurte-Abonal (2009) constatou que a árvore *Moringa* absorve dióxido de carbono 50 vezes mais rápido que o cedro japonês e 20 vezes mais que a vegetação em geral. Devido à sua alta capacidade de sequestro de carbono, a plantação desta árvore pode ser uma estratégia eficaz para mitigar os efeitos das mudanças climáticas.

2.7.1 Óleo da Moringa

Sengupta e Gupta (1970) afirmam que a produção de óleo utilizando as sementes da *Moringa* varia de 30% a 49%. Esse óleo demonstra uma notável resistência à oxidação, como evidenciado por meio de um teste Rancimat, o qual registrou um período de estabilidade de 93 horas (AOCS, 1992).

Ao analisar a composição dos ácidos graxos no óleo de moringa, Domínguez *et al.* (2017) e Stadlander e Becker (2017) observaram uma clara predominância de ácidos graxos monoinsaturados, com destaque para os ácidos oleico, gadoleico e palmitoleico. Os ácidos graxos saturados estiveram presentes em quantidades relativamente reduzidas, com o ácido palmítico, behênico e araquídico se destacando como os mais representativos. Além disso, apenas traços de ácidos graxos poli-insaturados foram detectados.

A riqueza em ácido oleico, representando aproximadamente 78% de sua composição, lhe confere propriedades semelhantes às do azeite de oliva (AOCS, 1992). Em um conjunto de pesquisas realizadas por Ayerza (2011), Melaku *et al.* (2017), Lalas, Horzi e Tsaknis (2006), Stadlander e Becker (2017) e Tsaknis (1998), foi avaliado algumas espécies de *Moringa* e os resultados mostraram que a *Moringa oleifera* apresentou o teor de ácido oleico variando entre 66% e 81,7%. Já em relação à *Moringa Peregrina*, os níveis desse ácido variaram de 71,1% a 77,8%, enquanto na *Moringa Stenopetala*, a faixa ficou entre 63% e 76%, indicando uma semelhança entre as espécies estudadas.

É importante destacar que todas as espécies de moringa apresentam níveis consideráveis de ácido behênico, sendo que a *Moringa oleifera* é a mais rica nesse aspecto, com uma faixa de 2,9% a 8,13%. Em comparação, a *Moringa Peregrina* varia de 2,7% a 7,8%, enquanto a *Moringa Stenopetala* situa-se entre 5,6% e 6,1%, conforme documentado em estudos anteriores (AL-Juhaimi *et al.*, 2016; Melaku *et al.*

2017; Stadlander e Becker, 2017). A presença substancial de ácido behênico é responsável pela atribuição do nome genérico "árvore do óleo de ben" à *Moringa oleifera* (Anwar e Rashid, 2007).

Em relação à composição geral dos óleos de moringa, destaca-se que esses óleos normalmente apresentam baixos teores de ácidos graxos livres, situando-se em torno de 2%, indicando que a neutralização não é considerada necessária. No entanto, devido à presença considerável de fosfolipídios, geralmente é recomendada a aplicação do processo de degomagem (Anwar e Rashid, 2007; Tsaknis, 1998).

Em estudo conduzido por Kleiman, Ashley e Brown (2008), a *Moringa oleifera* apresentou mais estabilidade oxidativa em análise comparativa do óleo provenientes da *Sclerocarya Birrea* (marula), ambos amplamente utilizados na indústria cosmética. O óleo de Moringa, contendo 1000 ppm de tocoferóis, demonstrou um índice de estabilidade de 133 horas a uma temperatura de 110 °C, ao passo que o de marula, com a mesma quantidade de tocoferóis, registrou estabilidade por apenas 37 horas a uma temperatura de 110 °C. Ambas as espécies apresentaram variações nos níveis de ácido behênico, oscilando entre 1% e 7%, com teores de ácido oleico variando de 68% a 79%.

2.7.2 Revisão dos principais métodos de extração do óleo da semente da moringa encontrados na literatura

Almeida (2015) observou variações nos teores de óleo em função das diferentes pressões aplicadas no método de prensagem mecânica durante 6 horas: 19,13±0,10% para 8 toneladas, 22,81±0,01% para 11 toneladas e 25,60±0,03% para 14 toneladas.

Gomes, Dutra e Gutierrez (2019) efetuaram uma avaliação comparativa do rendimento de extração sob diferentes tratamentos térmicos seguidos de prensagem. Os dados indicaram teores de 22,19% na extração à temperatura ambiente, 19,49% para o tratamento a 45°C e 19,98% para o tratamento a 55°C.

Ao explorar a extração de óleo das sementes de moringa australianas pelo método Soxhlet, Zhao e Zhang (2013) registraram um teor de 40,12% após 8 horas, utilizando 10g de semente e 150 mL de hexano.

No estudo conduzido por Almeida (2015), ao comparar durações de extração de 2, 4, 6 e 8 horas utilizando solvente hexano pelo método Soxhlet foi revelado que

os intervalos de 2 e 4 horas são economicamente mais vantajosos. Nesses períodos, foram atingidos teores de 40,52% e 44,76%, respectivamente.

Silva *et al.* (2009) examinaram a eficácia da extração do óleo da semente moringa de Aracaju via Soxhlet, considerando diversos solventes. O hexano se mostrou o mais apropriado para extração, alcançando 44%, seguido por éter de petróleo (38,75%), etanol (36,00%), metanol (32,00%) e acetona (23,75%).

Tsaknis *et al.* (1998) investigaram a característica do óleo da semente de moringa de Malawi, utilizando prensa e Soxhlet. Os solventes n-hexano e uma combinação de clorofórmio:metanol foram usados, resultando em 26,5% de óleo utilizando a prensa, 35,3% com hexano e um melhor resultado de 39,5% com a mistura. Da mesma forma, em um estudo posterior, Silva (2013) examinou a extração do óleo de sementes de Sergipe. Foi registrado 26,02% de óleo na prensagem, sob pressão de 12 ton/cm² por 4 horas. No método Soxhlet, com n-hexano, foi obtido um teor de 37,01% em 2 horas, usando 300 mL de solvente e 10 g de semente.

2.8 Influência do cultivo e clima

Conforme destacado por Ayerza (2011), a composição química das sementes e do óleo pode sofrer influência do nível de maturação, das características do solo e das condições climáticas a que são submetidas.

A cultura é majoritariamente encontrada em regiões secas e áridas, demonstrando produtividade e rentabilidade nestas condições (Ramachandran, Peter e Gopalakrishnan, 1980; Sundararaj *et al.*, 1970). Anwar *et al.* (2005) observaram variações significativas no teor de óleo das sementes de *Moringa oleifera* devido às condições agroclimáticas, influenciadas pela diversidade na textura natural do solo e pelas limitações climáticas. Em seu estudo, o teor de óleo da semente em três regiões diferentes oscilou entre 33,23 e 40,90%, sendo o maior valor observado na região de clima mais seco.

Silva (2013) examinou as variações nas características físicas e químicas das sementes de moringa oriundas de diversas regiões do Brasil, incluindo os estados de Sergipe e Bahia (região Nordeste), Paraná (região Sul) e Mato Grosso do Sul (região Centro-Oeste). Identificou-se que o óleo extraído destas sementes possui alto teor de ácido oleico e baixo índice de acidez, mostrando semelhança com o azeite de oliva.

Especificamente, as sementes do Paraná apresentaram teores de 7,13% de umidade, 4,98% de cinzas, 33,15% de proteína e 36,54% de lipídios. As sementes de Sergipe destacaram-se pelos níveis mais elevados de ácido oleico. Além disso, observou-se que a secagem prévia das sementes potencializou o rendimento da extração de óleo por solvente

O relatório de Sanders (1982) sustenta que o aumento nos ácidos graxos insaturados geralmente está associado a climas mais frios, levando à produção de antioxidantes como um sistema de autodefesa contra o estresse ambiental. Em estudo feito no Paquistão, a atividade antioxidante das folhas da *Moringa oleifera* foi mais elevada em dezembro, no mês frio, e mais baixa em junho, no mês quente, com somente algumas exceções. Além da estação, a localização também influenciou no resultado, pois áreas frias exibiram uma atividade antioxidante relativamente mais alta em comparação com as regiões temperadas (Iqbal e Bhangar, 2005).

Dentre todas as suas espécies, a *Moringa oleifera* é a única que os métodos de cultivo foram desenvolvidos e relatados na literatura (Steinnitz *et al.*, 2018). A árvore prospera em uma ampla variedade de solos, exceto em argilas pesadas e compactas, e não tolera água estagnada ou inundações frequentes (Terra, 1966). Segundo Thurber e Fahey (2009), ela cresce bem em solos arenosos ou argilosos, com um pH ligeiramente ácido a altamente alcalino, uma faixa de precipitação de 250 a 3000 mm e uma faixa de temperatura de 25 a 35°C.

Os métodos de cultivo também devem ser adaptados ao principal propósito da colheita, seja para produção de sementes ou folhas. Para uma boa produção de folhas, o plantio denso deve ser feito, ou seja, com espaçamento de 30 cm x 10 cm. Quando as árvores atingirem cerca de 1,5 metros de altura, elas devem ser podadas para 15 cm de altura. As fileiras podadas crescem novamente com um maior número de galhos e folhas, proporcionando um suprimento contínuo de folhas. Outro método para a produção de folhas, que podem ser colhidas continuamente, é o plantio a partir de estacas. Estas são colocadas no solo a uma distância de 15 cm ou até 1 m de distância para formar uma cerca viva, como frequentemente é feito nas Filipinas (Quisumbing, 1951) e no Quênia (Dale e Greenway, 1961). A partir do terceiro ano, árvores cultivadas a partir de estacas produzem 600 ou mais frutos por ano (Ramachandran; Peter e Gopalakrishnan, 1980; Morton, 1991).

Às vezes, especialmente no sul da Índia, flores e frutos aparecem duas vezes por ano, resultando em duas safras, de julho a setembro e de março a abril. Devido

ao crescimento desordenado, para ter uma boa forma, as árvores precisam ser podadas, e assim, os frutos são produzidos em abundância após essa prática (Ramachandran; Peter e Gopalakrishnan, 1980). Segundo Peter (1978), para uma boa produção de sementes, 2-3 sementes por buraco devem ser plantadas a uma profundidade de 2-3 cm, com espaçamento entre as árvores de 2-5 metros, dependendo dos tipos anuais ou perenes. Pesquisas recentes de Roshetko *et al.*, (2017) sugerem que a produção de sementes requer um plantio de baixa densidade (2,5 × 2,5 m ou 3 × 3 m).

Embora a irrigação regular e a adubação sejam raramente praticadas, o cultivo "*drumstick*" é relatado como estimulador de rendimentos. O plantio é feito com espaçamento de 3-5 metros em todas as direções, e a irrigação é realizada nas fases iniciais, até que as plantas estejam bem estabelecidas. Pesquisas na Universidade Agrícola de Tamil Nadu, Índia, mostraram que a aplicação de 7,5 kg de esterco de curral e 0,37 kg de sulfato de amônio por árvore, resultou em um aumento de três vezes na produção de vagens em comparação com as árvores não adubadas (Sundararaj *et al.*, 1970; Martin e Rubert, 1975).

2.9 Métodos de análise de óleo

Os métodos de análise de óleo desempenham um papel importante na formulação de novos lubrificantes e na melhoria dos lubrificantes existentes. Esses métodos permitem aos fabricantes avaliarem o desempenho dos produtos, identificar áreas de aprimoramento e garantir que os lubrificantes atendam aos requisitos e especificações necessárias (Rocco *et al.*, 2016).

2.9.1 Índice de acidez (IA)

O índice de acidez é uma medida que revela o estado de conservação de óleos e gorduras, avaliando a quantidade de ácidos graxos livres ou outras substâncias ácidas contidas no óleo. Ele é definido como o número de miligramas de uma base, como o hidróxido de potássio, necessário para neutralizar os ácidos graxos livres presentes em 1,0 grama da amostra, empregando p-naftolbenzeína como indicador (IAL, 2008).

A formação de ácido graxo livre está geralmente associada à rancidez dos óleos e gorduras, e esse processo pode ser acelerado pelo aquecimento e pela exposição à luz (Moretto & Fett, 1998). Este índice é um indicativo da eficácia do processo de neutralização dos resíduos ácidos que surgem durante o tratamento do óleo. Portanto, é fundamental para avaliar a qualidade do óleo e a eficácia do processo de neutralização dos resíduos ácidos resultantes de seu tratamento (Silva, 2015).

Moretto & Fett (1998) acrescentam que essa característica pode variar dependendo de vários fatores, como o grau de maturação e as condições de armazenamento das sementes ou frutos usados na para extração da matéria, bem como a temperatura, o tempo de extração, e as condições de armazenagem do próprio óleo.

Almeida *et al.* (2015) compararam o índice de acidez do óleo da *Moringa oleifera* para dois métodos de extração, e foi registrado o valor de 0,89 mg KOH/g na extração por prensagem e 1,34 mg KOH/g pela extração por Soxhlet. Em contraste, Fernandes (2015), obteve um índice consideravelmente mais alto, 13,2 mg KOH/g, pela extração por Soxhlet. O autor sugere que este alto valor pode estar relacionado a diversos fatores, como condições de maturação e armazenamento das sementes.

2.9.2 Índice de peróxido (IP)

O índice de peróxido é um indicador da degradação de óleos ou gorduras devido à oxidação. Durante a oxidação do óleo, ocorrem reações químicas que podem resultar na formação de peróxidos orgânicos. Estes são caracterizados pela ligação de átomos de carbono da estrutura lipídica ao grupo peróxido (-O-O). A presença desses compostos sinaliza o início da deterioração, frequentemente associada a mudanças no sabor e no odor característicos desses produtos (Reda, 2004).

A manutenção de um índice baixo é crucial para garantir que o óleo mantenha seu desempenho eficaz e que os componentes do sistema de lubrificação sejam protegidos contra a degradação e o desgaste (Moser, 2009). No entanto, é importante destacar que um baixo nível de peróxidos na amostra não indica necessariamente boa estabilidade oxidativa. A formação de peróxidos é uma reação inicial que ocorre quando as ligações insaturadas presentes nos ácidos graxos contidos no óleo entram em contato com o oxigênio do ar. Se não controlada, ao longo do tempo esses

peróxidos podem se decompor e dar origem a uma série de produtos de degradação, levando por exemplo a um aumento do índice de acidez (Silva, Borges e Ferreira, 1999).

De acordo com Baccan, Andrade e Godinho (2003), para medir o índice de peróxido, uma amostra do óleo é misturada com uma solução de iodeto de potássio (KI) em ácido acético glacial (CH_3COOH). Os peróxidos na amostra reagem com o iodeto de potássio, liberando iodo (I_2), que pode ser titulado com uma solução de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) para determinar a concentração de peróxidos na amostra. O tiosulfato de sódio atua como um agente redutor para o iodo, resultando em uma mudança de cor da solução. Com base na quantidade de tiosulfato de sódio necessário para neutralizar o iodo liberado, é possível calcular o índice de peróxido da amostra. O resultado é expresso em termos de miliequivalentes de oxigênio ativo por quilograma de amostra (meqO_2/kg).

É importante considerar que o iodo liberado durante o processo pode se unir às ligações insaturadas dos ácidos graxos, o que pode resultar em um índice de peróxido aparentemente menor. Já a presença de oxigênio no ambiente pode causar a liberação de iodo, levando a leituras mais elevadas no índice de peróxido. Para evitar esse problema, é recomendável eliminar o oxigênio do ambiente e evitar a agitação durante a reação. Além disso, determinar o ponto final da titulação é mais difícil quando o nível de peróxido na amostra é baixo, geralmente entre 0,06 e 20,00 meqO_2/Kg . Devido a essas complexidades, a análise do índice de peróxido é mais indicada para detectar os estágios iniciais de oxidação, nos quais as alterações são mais visíveis e confiáveis (Gray, 1978).

Gomes, Dutra e Gutierrez (2019) conduziram uma pesquisa sobre as sementes de Moringa extraídas por prensagem submetidas a diferentes temperaturas de tratamento. Observaram um elevado valor no índice de peróxido, que ficou entre 18,20 meqO_2/Kg e 20,80 meqO_2/Kg . Cavalcante (2017) avaliou o óleo da Moringa registrando um índice de 19,33 meqO_2/Kg , considerando-o como elevado, tendo em vista que ultrapassou o limite para esse parâmetro proposto pela ANVISA. Por outro lado, Melo (2010), ao comparar as propriedades físico-químicas de diferentes óleos vegetais, relatou um índice de peróxido de 6,69 meqO_2/Kg para o óleo da *Moringa oleifera*.

2.9.3 Índice de saponificação (IS)

O índice de saponificação, é uma medida que avalia a quantidade de hidróxido de potássio (KOH) necessária para saponificar um grama de uma substância. Durante a saponificação, os triglicerídeos são submetidos à hidrólise, liberando os ácidos graxos que, por sua vez, reagem com a base para formar sabão e glicerol. É uma medida importante na fabricação de sabões e detergentes, onde os óleos e gorduras são convertidos em sabão por meio do processo de saponificação. (Starling, 2016).

Um alto índice frequentemente indica a presença de ácidos graxos de cadeia curta, que são saponificados mais facilmente. Vale ressaltar, que o índice de saponificação não serve para identificar o óleo, pois muitos óleos possuem esses valores muito semelhantes (Barthus, 1999).

Em estudo feito por Silva *et al.* (2014) comparando o óleo de Moringa obtido por prensagem com o azeite de oliva, o índice de saponificação encontrado foi de 164,87 mgKOH/g e 188,41 mgKOH/g respectivamente. Em outro trabalho feito por Fernandes (2015), o óleo de moringa extraído por Soxhlet com n-hexano como solvente apresentou um índice de saponificação no valor de 179 mgKOH/g. Também pelo mesmo método de extração, utilizando sementes da cidade de Maringá, Marques (2015) encontrou um valor de 175,64 mgKOH/g para o índice de saponificação.

2.9.4 Índice de refração

O índice de refração é uma medida física que indica como a luz se propaga através de um meio específico, neste caso, o óleo. É definido como a razão da velocidade da luz no vácuo pela sua velocidade no meio, e frequentemente medido usando um refratômetro (Santos, 2011).

Moretto e Fett (1998) declararam que o índice de refração desempenha um papel fundamental no controle dos processos de hidrogenação, tanto para óleos quanto para gorduras, a uma temperatura recomendada de 40°C. Cada óleo apresenta uma capacidade de desviar a luz que o atravessa, o que está diretamente relacionado à sua composição. Os autores ainda afirmam que o índice de refração de um óleo aumenta à medida que as cadeias de hidrocarbonetos se tornam mais longas e à medida que os ácidos graxos nos triglicerídeos se tornam mais insaturados. No

entanto, este índice pode sofrer influência de outros elementos, como o nível de ácidos graxos livres, processos oxidativos e tratamentos térmicos aplicados.

A utilidade do índice de refração para óleos e gorduras se estende ao seu uso como critério de identificação e de qualidade, para detectar a presença de impurezas. No contexto dos óleos, esse índice está correlacionado com o índice de iodo e é aplicado para monitorar os processos de hidrogenação de óleos insaturados (Cecchi, 2003).

Em pesquisa realizada por Lalas e Tsaknis (2002), foi observado que o óleo da moringa obtido via prensagem visando fins alimentares, apresentou um índice de refração de 1,46 na temperatura de 40°C. Com a extração por Soxhlet, os autores notaram uma variação mínima no índice dependendo do tipo de solvente: 1,4587 para extração com n-hexano e 1,459 com uma combinação de clorofórmio e metanol. Esses dados estão alinhados com os resultados de Marques (2015), que registrou um índice de 1,467 a 40°C para o óleo de sementes coletadas em Maringá, extraídas pelo método Soxhlet.

2.9.5 Viscosidade

De acordo com Kim *et al.* (2010), a viscosidade é uma propriedade física que determina o comportamento do fluxo de um líquido. Ela também indica a quantidade de ácidos graxos poli-insaturados e ácidos graxos monoinsaturados presentes no óleo, de forma que uma concentração elevada de ácidos graxos insaturados resulta em uma viscosidade reduzida. Segundo Rocco *et al.* (2016) dois métodos são utilizados para medir esta propriedade: a viscosidade dinâmica e a cinemática.

A viscosidade dinâmica caracteriza a resistência de um fluido ao cisalhamento, um tipo de deformação causada por forças atuando em direções iguais ou opostas. Este fenômeno é resultado, principalmente, da interação molecular presente no fluido e é influenciado pela temperatura à qual o fluido está exposto (Rocco *et al.*, 2016).

A viscosidade cinemática de um óleo refere-se à sua resistência ao fluxo sob a influência da gravidade. Ela é dada pela razão da viscosidade dinâmica pela densidade do fluido. Essa propriedade é essencial na avaliação do desempenho do

óleo, influenciando tanto a sua capacidade de lubrificação quanto o seu comportamento em diferentes temperaturas (Almeida *et al.*, 2015; Rocco *et al.*, 2016).

De acordo com a norma ASTM 445 a medição da viscosidade cinemática envolve o uso de um viscosímetro de vidro capilar calibrado, e seu valor pode ser obtido pela multiplicação da constante de calibração do viscosímetro pelo tempo que a amostra leva para fluir sob a ação da gravidade entre dois pontos do aparelho.

Na operação de máquinas, o calor gerado exige lubrificação constante. Nesse contexto, o índice de viscosidade é um parâmetro amplamente utilizado na indústria do petróleo para representar a variação da viscosidade do óleo em função da temperatura, sendo determinado a partir das viscosidades do óleo a 40 e 100 °C. Valores mais elevados desse índice indicam uma menor alteração na viscosidade com a mudança da temperatura, reduzindo assim a influência desta sobre a viscosidade do fluido (Rocco *et al.*, 2016).

No estudo de Geller e Goodrum (2000) sobre a reologia de alguns óleos vegetais e triglicerídeos análogos, foi observado que entre 25 e 80 °C, a viscosidade reduziu no mínimo 25% a cada aumento de 20 °C na temperatura. Esta conclusão foi confirmada por Wang e Briggs (2002) em uma análise com óleos de soja modificados, onde notaram uma redução da viscosidade com o incremento da temperatura, sendo este fenômeno associado à composição de ácidos graxos do óleo.

Pereira (2015) efetuou a medição da viscosidade cinemática do óleo bruto de sementes de moringa coletadas em Recife, registrando valores de 43,6 mm²/s e 39,1 mm²/s a 40°C para os métodos de prensagem e solvente, respectivamente. De maneira similar, Fernandes (2015) observou um valor ligeiramente superior, 44,5 mm²/s, para o óleo extraído por solvente.

2.10 Método de análise hierárquica (AHP)

O Analytic Hierarchy Process (AHP) é um método multicritério estruturado e flexível para tomada de decisões complexas, especialmente útil quando é preciso ponderar diferentes fatores, que podem ser tanto quantitativos quanto qualitativos (Marins, Souza e Barros, 2009).

Este método foi desenvolvido pelo matemático Thomas L. Saaty por volta de 1970, e consiste na decomposição e síntese das relações entre os critérios até que

se chegue a uma priorização dos seus indicadores, aproximando-se de uma melhor resposta de medição única de desempenho (Saaty, 1991).

Segundo Vieira (2006), o AHP se baseia em três princípios fundamentais. Primeiramente, ele envolve a construção de hierarquias, um processo que permite organizar critérios complexos de uma decisão em uma estrutura hierárquica, geralmente em formato de árvore. O segundo princípio é a definição de prioridades. Para isso é necessário realizar um julgamento paritário para compor a matriz paritária, fazendo comparações par a par entre os elementos da hierarquia, se baseando na escala de Saaty apresentada no Quadro 1. Este processo ajuda a determinar a importância relativa de cada elemento dentro da estrutura hierárquica.

Quadro 1 - Escala numérica de Saaty

Escala numérica	Escala Verbal	Explicação
1	Ambos os elementos são de igual importância.	Ambos os elementos contribuem com a propriedade de igual forma.
3	Moderada importância de um elemento sobre o outro.	A experiência e a opinião favorecem um elemento sobre o outro.
5	Forte importância de um elemento sobre o outro.	Um elemento é fortemente favorecido.
7	Importância muito forte de um elemento sobre o outro.	Um elemento é muito fortemente favorecido sobre o outro.
9	Extrema importância de um elemento sobre o outro.	Um elemento é favorecido pelo menos com uma ordem de magnitude de diferença.
2, 4, 6, 8	Valores intermediários entre as opiniões adjacentes.	Usados como valores de consenso entre as opiniões.
Incremento 0.1	Valores intermediários na graduação mais fina de 0.1.	Usados para graduações mais finas das opiniões.

Fonte: Adaptado de Saaty (1990)

De acordo com Marins, Souza e Barros (2009), a quantidade de julgamentos necessários para a construção de uma matriz paritária genérica A é $n(n-1)/2$, onde n é o número de elementos pertencentes a esta matriz. Os elementos de A são definidos pelas condições abaixo:

$$A = \begin{bmatrix} 1 & a_{12} & \dots & a_{1n} \\ \frac{1}{a_{21}} & 1 & \dots & a_{2n} \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ \frac{1}{a_{n1}} & \frac{1}{a_{n2}} & \dots & 1 \end{bmatrix}, \quad \text{onde}$$

$$a_{ij} > 0 \quad \text{positiva}$$

$$a_{ij} = 1 \quad \therefore \quad a_{ji} = 1$$

$$a_{ij} = \frac{1}{a_{ji}} \quad \text{recíproca}$$

$$a_{ik} = a_{ij} * a_{jk} \quad \text{consistência}$$

Após a construção das matrizes paritárias, tanto para os critérios quanto para as alternativas, é preciso realizar a normalização por meio da soma dos elementos de cada coluna das matrizes e posterior divisão de cada elemento destas matrizes pelo somatório dos valores da respectiva coluna (Saaty, 1990).

Por fim, o terceiro princípio crucial do AHP é a consistência lógica. O método oferece ferramentas para avaliar se as definições de prioridades feitas durante as comparações par a par são consistentes. Isso é realizado através do índice de consistência (IC) e da relação de consistência (RC), calculados pelas Equações 1 e 2, e que medem a coerência dos julgamentos, garantindo que as decisões tomadas sejam lógicas e bem fundamentadas (Vieira, 2006).

$$IC = \frac{\lambda_{m\acute{a}x} - n}{n - 1} \quad (1)$$

$$RC = \frac{IC}{IAM} \quad (2)$$

A Inconsistência Aleatória Média (IAM), é definida de acordo com o tamanho da matriz paritária avaliada, conforme a Tabela 2:

Tabela 2 - Valores de IAM de acordo com tamanho da matriz paritária

Dimensão da matriz	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Inconsistência Aleatória Média	0,00	0,58	0,90	1,12	1,24	1,32	1,41	1,45	1,49	1,49

Fonte: Adaptado de Saaty (1991)

Assim, se alcançado um RC menor ou igual a 0,01, a comparação é consistente e a análise pode ser realizada pelo método AHP. Em seguida, a alternativa mais satisfatória é determinada pelo cálculo da prioridade global de cada opção avaliada, escolhendo-se aquela que apresenta o maior valor de prioridade

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os procedimentos experimentais aplicados no desenvolvimento deste trabalho. As análises e os ensaios foram desenvolvidos em parceria com um grupo de pesquisadores nos laboratórios da Universidade Estadual de Maringá (UEM).

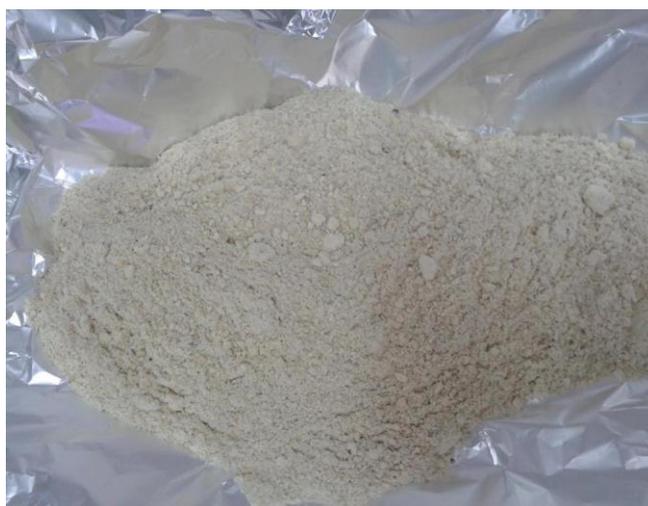
3.1 Matéria Prima

Para a execução do projeto, sementes de *Moringa oleifera* foram adquiridas de três locais distintos, representando três origens diferentes. As vagens contendo as sementes foram coletadas nas proximidades dos campus universitários da UERN (Mossoró), da UFS (Aracaju) e da fazenda agrícola da UEM (Maringá). Após a coleta, as sementes brancas mostradas na Fotografia 1(a) foram separadas das vagens e das cascas que as rodeiam e em seguida estocadas. O tempo de armazenamento de cada conjunto de semente até sua utilização foi diferente. As sementes de Mossoró ficaram armazenadas por 1 mês, as de Maringá por 6 meses, e de Aracaju por um período de 3 meses. Posteriormente, no laboratório da UEM, as sementes foram trituradas com um triturador comum de 180 watts de potência, resultando na Fotografia 1(b).

Fotografia 1 - Sementes recém coletadas (a) e após trituração (b)



(a)

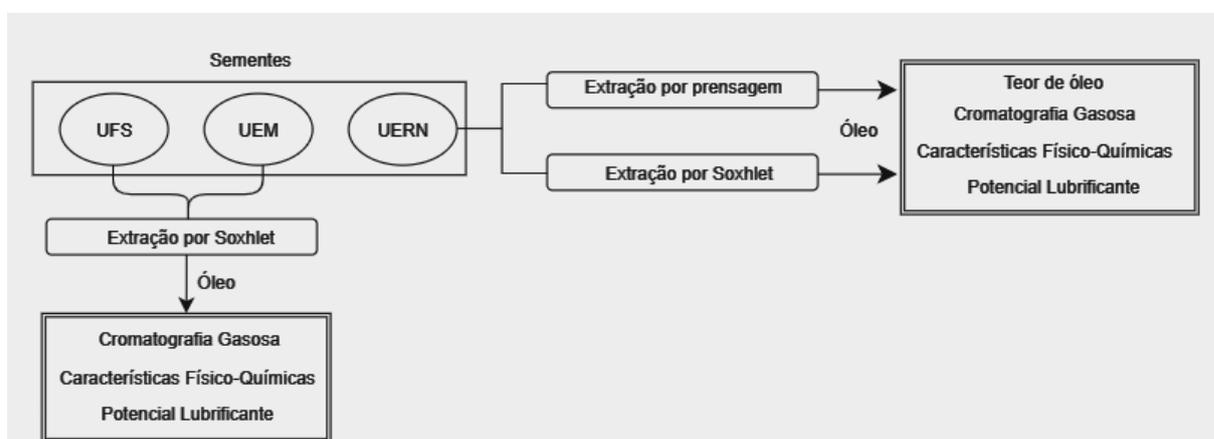


(b)

Fonte: Autoria própria (2023)

As sementes de moringa oriundas da UERN foram submetidas a dois métodos distintos de extração de óleo: prensagem a frio e extração química via Soxhlet. A opção por utilizar somente as sementes dessa região para esta parte do estudo objetivou eliminar a variação da região de cultivo como uma variável nesta análise. Assim, foi possível concentrar a investigação na avaliação comparativa entre os dois métodos de extração. Para ambos os procedimentos, foram calculados o teor de óleo extraído e analisadas as composições dos ácidos graxos presentes. Além disso, características físico-químicas e o potencial lubrificante do óleo obtido foram avaliados para cada método de extração empregado. O fluxograma com as etapas é apresentado no Quadro 2:

Quadro 2 - Fluxograma do processo de extração e análise do óleo



Fonte: Autoria própria (2023)

Na sequência do estudo, a análise foi ampliada para considerar as diferentes regiões de plantio, de modo a entender a influência da origem geográfica para o óleo. Nesta etapa, as sementes de moringa das outras duas regiões (UFS e UEM) foram submetidas ao processo de extração pelo método Soxhlet para serem comparadas entre si e com as sementes provenientes da UERN extraídas pelo mesmo método. A composição dos ácidos graxos, as características físico-químicas e o potencial lubrificante do óleo extraído foram avaliados para cada região de plantio.

3.2 Obtenção do óleo

3.2.1 Extração mecânica

Para a extração mecânica por prensagem, foi utilizada uma prensa hidráulica da marca Bovenau, da Universidade Estadual de Maringá, com capacidade de 30 toneladas (1 ton = 22,63 kgf/cm²). Os discos da prensa foram ajustados para acomodar o extrator, equipado com um êmbolo e um copo coletor destinado ao óleo. Com o extrator devidamente posicionado, foi aplicada uma pressão constante de 14 toneladas durante um período de 5 horas. O procedimento foi realizado onze vezes, utilizando aproximadamente 50 g de sementes previamente trituradas em cada extração.

Fotografia 2 - Extrator utilizado em conjunto com a prensa hidráulica



Fonte: Adaptado de Almeida (2015)

3.2.2 Extração por solvente

Na realização da extração pelo método Soxhlet, as sementes trituradas foram submetidas primeiramente à um tratamento em forno de micro-ondas por 8 minutos

em potência máxima para eliminação da umidade. Após a retirada do material do forno, este foi transferido para um dessecador a fim de evitar a absorção de umidade do ar e permitir seu resfriamento.

Posteriormente, uma amostra de 20g do material foi colocado em um papel filtro, que foi dobrado e fechado com um grampeador, formando um sachê para ser introduzido pela abertura superior no extrator Soxhlet, conforme Fotografia 2. Adicionalmente, 200mL de solvente hexano 99% foram cuidadosamente adicionados ao balão de ebulição, com o auxílio de uma proveta, estabelecendo assim uma proporção soluto/solvente de 1:10.

Fotografia 3 - Sachê no interior do extrator Soxhlet



Fonte: Autoria própria (2023)

A montagem do sistema de extração prosseguiu com o posicionamento do balão de ebulição sobre a chapa de aquecimento, seguido pela conexão cuidadosa do extrator ao balão. As mangueiras foram adequadamente instaladas no condensador, que em seguida, foi acoplado na parte superior do conjunto, de acordo com a Fotografia 3. Após o ajuste da temperatura de operação para aproximadamente 70°C, ligeiramente acima da temperatura de ebulição do solvente utilizado, foi dado início ao processo de extração que teve a duração total de 6 horas.

Fotografia 4 - Sistema de extração Soxhlet montado

Fonte: A autoria própria (2023)

Após a conclusão da extração e um período subsequente de resfriamento, a mistura de óleo e solvente foi transferida para um rota-evaporador, regulado em 40°C conforme ilustrado na Fotografia 4. Nesse equipamento, foi realizada a separação do solvente do óleo da moringa. O óleo remanescente foi então conduzido a uma estufa com circulação de ar por um período de 24 horas à temperatura de 40°C, a fim de eliminar qualquer resíduo do solvente resultante da extração. A torta que ficou retida no sachê foi separada e guardada para outras pesquisas. O processo foi repetido por 50 vezes, até que toda quantidade de óleo necessária para todos os experimentos fosse obtida.

Fotografia 5 - Separação do óleo do solvente no rota-evaporador Fisatom 802

Fonte: A autoria própria (2023)

3.2.3 Teor de óleo

Para ambos os métodos de extração, as sementes trituradas foram pesadas antes do processo em uma balança de precisão. Após a conclusão da extração, o óleo já totalmente separado das sementes ou do solvente, foi igualmente pesado. Com base nas massas obtidas, foi possível calcular o teor de óleo empregando a Equação 3, e a determinação final do teor médio de óleo foi baseada na média aritmética dos teores de todas as extrações realizadas.

$$Teor (\%) = \frac{massa\ de\ óleo}{massa\ de\ semente} * 100 \quad (3)$$

3.2.4 Comparação entre os métodos de extração pelo método de AHP

No estudo, o método de Análise Hierárquica de Processos (AHP) foi aplicado para avaliar as duas técnicas de extração: prensagem à frio (M1) e Soxhlet (M2), sob os critérios teor de óleo obtido (C1), tempo de extração (C2) e aplicabilidade industrial (C3). Inicialmente, foram construídas matrizes paritárias 2x2 para cada critério, comparando M1 e M2, aplicando a escala de Saaty para quantificar as preferências entre os métodos.

O critério teor de óleo obtido foi considerado o fator mais crucial no processo de extração, tendo recebido a pontuação máxima de 7 na escala de Saaty, refletindo sua prioridade para a tomada de decisão. Em relação ao critério tempo de extração, foi atribuída uma pontuação moderada de 3, indicando que, embora importante, não é tão determinante para a escolha do processo. O critério aplicabilidade industrial, por sua vez, recebeu uma pontuação de 6, destacando a necessidade de um método de extração que se alinhasse eficientemente com as demandas e o ambiente de uma produção industrial. Após a normalização dessas matrizes, calcularam-se os vetores de prioridades para as alternativas em cada critério.

Em seguida, foi realizada a verificação da consistência das matrizes de alternativas, calculando o maior autovalor (λ_{max}), índice de consistência (CI) e razão de consistência (CR). De forma semelhante, construiu-se uma matriz paritária para os critérios, numa matriz 3x3, com pesos atribuídos de 7 para C1, 3 para C2 e 6 para C3. A matriz foi normalizada e os vetores de prioridades para os critérios foram calculados, seguidos pela verificação da consistência usando λ_{max} , CI e CR.

Para obter o resultado, foi multiplicado os vetores de prioridades das alternativas pelo vetor de prioridades dos critérios. A soma desses produtos para cada alternativa resultou na pontuação final, que foi utilizada para a análise e tomada de decisão sobre a eficácia das metodologias de extração avaliadas

3.3 Análises do óleo

3.3.1 Composição de ácidos graxos

Após a extração, os óleos vegetais foram submetidos ao processo de transesterificação, no qual os triglicerídeos foram convertidos em ésteres metílicos de ácidos graxos conforme o método proposto por Hartman e Lago (1973). Para a preparação dos ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAGs), foi utilizado o padrão interno tricosanoato de metila. Essa etapa foi fundamental para a análise subsequente, pois facilitou a volatilização dos componentes do óleo, permitindo a sua separação e identificação na cromatografia gasosa.

Para o procedimento, foram pesados 100 mg do óleo da moringa e misturados com 5,0 mL de solução de hidróxido de sódio 0,50 mol/L em metanol, com aquecimento em refluxo por 5 minutos. Em paralelo foi produzido o reagente de esterificação pela combinação de 2 g de cloreto de amônio, 60 mL de metanol e 3 mL de ácido sulfúrico, aquecido por 15 minutos. Em seguida, foi adicionado 15 mL desse reagente na mistura e aquecido em refluxo por mais 3 minutos. A mistura resultante foi então deslocada para um funil de separação, complementado com 15 mL de éter de petróleo e 30 mL de água deionizada para a separação das fases. A fase aquosa foi eliminada e a etapa de adição de água deionizada e separação foi realizada mais duas vezes. A fase orgânica restante foi direcionada para um balão de fundo redondo e o solvente foi evaporado, e em seguida foi retirado 1 mL para as análises cromatográficas.

Após a transesterificação, a determinação da porcentagem de ácidos graxos foi conduzida por meio da análise de cromatografia gasosa com detector de ionização em chama. O procedimento foi baseado na metodologia estabelecida pela American Oil Chemists' Society (AOCS) Ce 1f-96, contendo uma coluna específica para separação de ésteres.

Na análise, uma amostra do óleo transesterificado foi inserida no cromatógrafo gasoso da marca Varian, modelo CP 3800, equipado com detector de ionização de chama. Nesse aparelho, os EMAGs foram vaporizados e transportados através de uma coluna cromatográfica por um gás de arraste, o nitrogênio. Ao longo da coluna, os componentes foram separados com base em suas propriedades físico-químicas.

Ao emergirem da coluna, os compostos foram detectados e quantificados. A identificação dos ácidos graxos presentes foi realizada comparando os tempos de retenção das substâncias da amostra com padrões Sigma. Já para quantificar os ácidos graxos, foi empregado o padrão interno e os resultados foram expressos em termos de porcentagem de cada componente em relação ao total de ácidos graxos presentes na amostra analisada.

3.3.2 Caracterização físico-química

3.3.2.1 Índice de acidez

Para determinar o índice de acidez do óleo da Moringa, foram pesadas 10 g de amostra de óleo em um erlenmeyer e em seguida acrescentou-se 100 mL da mistura de álcool etílico com etanol (proporção 1:1) previamente neutralizado com solução de KOH 1,0 mol/L. A mistura foi então aquecida a 65°C, e foram adicionadas 3 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína 0,1%. A titulação foi realizada com solução de KOH 0,1 N, com agitação do frasco, até que houvesse a mudança da coloração para rosa. O índice de acidez (IA) foi determinado utilizando a Equação 4 estabelecida pela NBR11115. O processo foi repetido, e a média dos valores obtidos foi registrada.

$$IA = \frac{56,1 * V * N}{m} \quad (4)$$

3.3.2.2 Índice de peróxido

Para determinar o índice de peróxido 5 g da amostra do óleo foram pesadas em um erlenmeyer de 250 mL, e a este foi adicionado 50 mL de uma mistura de ácido

acético glacial e clorofórmio (3:2). Posteriormente, foi agitado até dissolução da amostra, e adicionou-se 0,5 mL de solução saturada de iodeto de potássio. A mistura foi mantida em agitação por 1 minuto protegida da luz, e em seguida foi adicionado 30 mL de água destilada. A mistura foi titulada com tiosulfato de sódio 0,01 mol/L sem cessar a agitação enérgica até que a coloração amarela tivesse quase desaparecido, e foi adicionado 0,5mL de uma solução preparada com 10g de dodecil sulfato de sódio dissolvido em 100mL de água. Em seguida 0,5mL de solução de amido foi acrescentado e a titulação continuou até desaparecimento da coloração azul. Paralelamente, um teste em branco foi preparado nas mesmas condições.

O cálculo do índice de peróxido (IP) na amostra de ácido graxo de moringa seguiu o método AOCS Cd8b-90 da American Oil Chemists' Society. O índice foi calculado aplicando a Equação 5, que incorpora os volumes utilizados na titulação tanto para a amostra quanto para o branco, corrigindo possíveis desvios causados por impurezas ou reagentes:

$$IP = \frac{(S - B) * M * 1000}{m} \quad (5)$$

3.3.2.3 Índice de saponificação

Para a determinação do índice de saponificação (IS), 1,5 g de óleo foram pesados em um erlenmeyer, ao qual se acrescentou 25 mL de solução alcoólica de KOH 0,5 mol/L e algumas pedrarias de vidro, além de 25 mL de metil etil cetona. O erlenmeyer foi conectado a um condensador de refluxo e aquecido a uma fervura branda por 1 hora, mantendo-se sob agitação constante. Decorrido o tempo, o erlenmeyer foi retirado do condensador de refluxo ainda quente, foram adicionadas 5 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína (0,1%) e a amostra foi imediatamente titulada com solução de HCl 0,4783 mol/L até a viragem da cor rósea para cor original da solução. Uma prova em branco foi preparada nas mesmas condições simultaneamente.

A metodologia foi realizada como estabelecido pela NBR 10448, e o índice foi calculado pela Equação 6:

$$IS = \frac{56,1 * (V_0 - V_1) * Ne}{m} \quad (6)$$

56,1 = fator de conversão para expressar o índice em miligramas de hidróxido de potássio necessário para saponificar 1 g de substância graxa.

3.3.2.4 Índice de refração

Para a determinação do índice de refração do óleo, foi utilizado um refratômetro Abbe da marca Carl Zeiss, que foi conectado a um banho termostático (TECNAL, modelo TE-184), a fim de garantir que a temperatura do óleo fosse mantida a 40°C durante toda a análise. A calibração do refratômetro foi efetuada seguindo o padrão do índice de refração da água destilada a 40°C, que é de 1,33095, conforme indicado no CRC Handbook of Chemistry and Physics.

O índice de refração foi medido seguindo a norma NBR 15298. Primeiramente, foi verificada a temperatura do prisma, assegurando que estava a 40°C. Em seguida, foram depositadas três gotas do óleo de moringa no prisma do refratômetro. Ajustes no equipamento foram realizados para uma melhor visualização e, conseqüentemente, a leitura do valor da refração do óleo foi efetuada. Esse procedimento de leitura foi repetido quatro vezes, e a média dos valores obtidos foi calculada, fornecendo o índice de refração final do óleo analisado.

3.3.2.5 Viscosidade cinemática

A viscosidade cinemática do óleo de Moringa foi calculada seguindo a norma ASTM 445, utilizando o viscosímetro Cannon-Fenske n° 200, designado para medir viscosidades entre 20 e 100mm²/s e cuja constante (C) é de 0,1 cSt/s, conforme especificado na norma ASTM 446. Durante o procedimento, uma das medições resultou em um valor abaixo do esperado. Assim, foi optado por refazer o teste com o viscosímetro n° 100, adequado para a faixa de 3 e 15mm²/s, que por sua vez possui uma constante de 0,015 mm²/s.

Inicialmente, o viscosímetro foi meticulosamente afixado em um suporte e preenchido com 10 mL do óleo em análise. Posteriormente, o conjunto foi inserido em um banho da marca Quimis, específico para a medição da viscosidade cinemática, mantido a uma temperatura constante de 95°C, conforme ilustrado na Fotografia 6.

Fotografia 6 - Viscosímetro dentro de banho à 95°C

Fonte: Autoria própria (2023)

Para garantir a estabilidade térmica, o óleo permaneceu no banho por 15 minutos antes do início da medição. Após esse período, um vácuo foi criado com a ajuda de um pipetador de borracha, fazendo com que o óleo subisse acima da marcação no viscosímetro. Com a retirada do pipetador, o óleo começou a escoar pelo capilar do viscosímetro.

O tempo de escoamento foi cronometrado a partir do momento que o líquido atingiu a primeira marcação até alcançar a segunda. Esse intervalo de tempo registrado, em segundos, foi então multiplicado pela constante específica do viscosímetro, conforme Equação 7, resultando no valor da viscosidade cinemática do óleo de moringa. Esse procedimento foi realizado por duas vezes, e os resultados obtidos foram utilizados para calcular a média da viscosidade.

$$v = t \cdot C \quad (7)$$

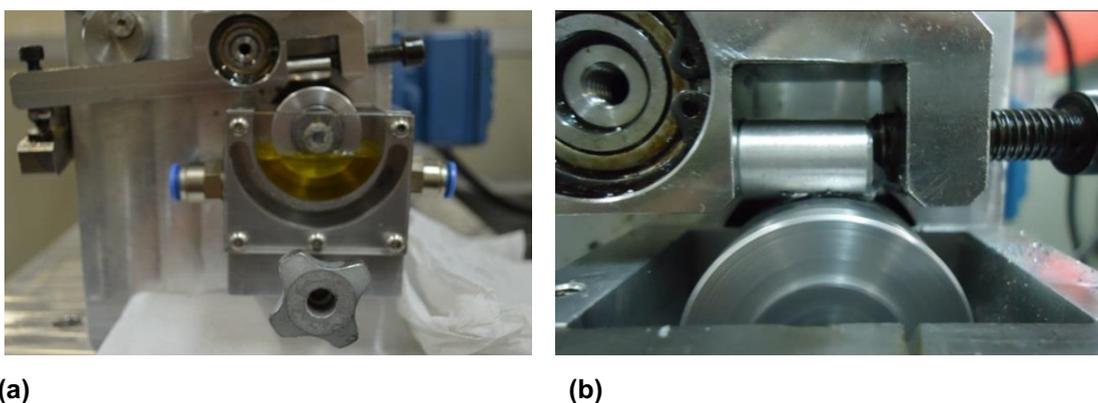
3.3.3 Potencial lubrificante

O ensaio Reichert Test foi utilizado para avaliar a capacidade lubrificante do óleo extraído simulando seu uso como fluido de corte. A análise adotada compreendeu aspectos qualitativos e quantitativos do estudo.

Inicialmente, foi definido que o atrito seria avaliado entre um anel de metal duro e um pino de aço 1040. O anel e o disco foram adequadamente posicionados no equipamento, e após isso foi preenchido aproximadamente um terço da parte inferior

do anel giratório (30 mL) com o óleo de moringa, conforme Fotografia 7. Antes de iniciar o teste, o equipamento foi ligado por 3 minutos sem que o pino e o anel estivessem em contato, para estabilizar a movimentação do eixo. Após isso, o período de execução do ensaio foi estabelecido em um intervalo de 1 minuto. Cada amostra de óleo a ser analisada foi submetida a três testes, e para isso os pinos foram trocados e o reservatório foi limpo e abastecido novamente.

Fotografia 7 - Ensaio Reichert Test preparado com o óleo de *Moringa oleifera* (a) e disco em movimento contra o pino (b)



Fonte: Autoria própria (2023)

Após a conclusão do ensaio, procedeu-se à avaliação dos resultados. Para a análise focada no método de extração, a área de desgaste do pino foi examinada utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do pino submetido ao desgaste. O raio maior e o raio menor da elipse foram medidos, e com isso se obteve a área da elipse pela Equação 8. Esta análise proporcionou a avaliação sobre a microestrutura da superfície desgastada, oferecendo informações sobre a eficácia lubrificante do óleo.

$$A_e = \pi * a * b \quad (8)$$

Para a análise centrada na região de plantio, foi empregada a estereoscopia óptica. Este procedimento envolveu a utilização de um estereoscópio óptico, um instrumento que permite a observação detalhada da superfície das amostras, oferecendo imagens tridimensionais ampliadas. Esta técnica foi utilizada para avaliar as características superficiais do pino após o ensaio, como a profundidade e dimensões, permitindo uma avaliação precisa dos efeitos do óleo de moringa de cada região como fluido de corte.

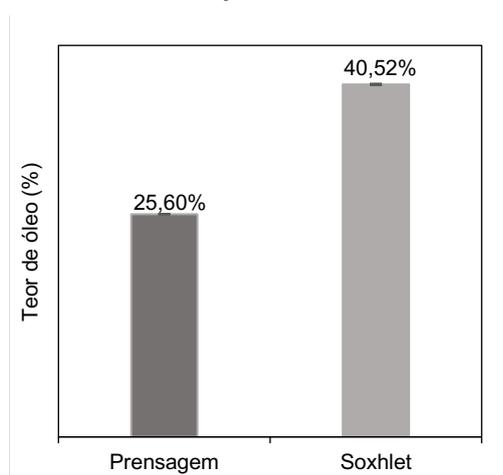
4 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.1 Teor de óleo

Na investigação da influência do método de extração do óleo de *Moringa oleifera*, utilizando sementes provenientes da UERN, foram avaliados dois métodos distintos: extração por prensagem e extração por solvente usando o método Soxhlet. Os resultados evidenciaram diferenças significativas nos teores de óleo extraídos por cada técnica.

Pelo método de prensagem, foi obtido um teor de óleo de 25,6%, com uma margem de erro de $\pm 0,03\%$. Por outro lado, com o método Soxhlet, o teor alcançado foi de 40,52%, com um erro associado de $\pm 0,09\%$. A comparação é ilustrada no Gráfico 1:

Gráfico 1 - Teor de óleo para cada método de extração



Fonte: Autoria própria (2023)

Em estudos comparativos citados nas referências, notou-se consonância com os resultados. No estudo conduzido por Almeida (2015), a extração por Soxhlet utilizando hexano com duração de 4 horas mostrou maior eficiência na obtenção de óleo, atingindo 44,76%. Esse valor mais alto, provavelmente está relacionado com a razão de soluto solvente utilizada, que foi de 1:30. Já por prensagem durante 6 horas com pressão de 14 ton/cm², a autora relatou 25,6% de rendimento, valor semelhante ao encontrado no presente trabalho. De modo similar, Silva (2013) examinou a extração de óleo de semente de moringa do estado de Sergipe, registrando um valor

mais baixo de 37,01% usando hexano no método Soxhlet por 2 horas, e um valor de 26,02% via prensagem durante 4 horas a 12 ton/cm².

Tsakins *et al.* (1998) obtiveram o menor teor de óleo para a extração de sementes de moringa provenientes do Malawi usando n-hexano, o valor foi de 35,3%, enquanto pela prensa, foi alcançado um rendimento de 26,5%. O teor de óleo extraído da *Moringa oleifera* por meio do método Soxhlet foi mais próximo dos dados apresentados por Anwar e Bhangar (2003), que indicaram um teor médio de 40,39±1,15% para sementes oriundas do Paquistão, extraídos da mesma maneira.

Segundo Antoniassi *et al.* (2013), a discrepância nos resultados entre os dois métodos é compreensível. No processo de prensagem, uma porção significativa do óleo permanece retida na torta da semente residual, ao passo que na extração por solvente, este obstáculo não é tão presente, justificando, assim, o maior rendimento obtido por este método.

4.2 Comparação entre os métodos de extração pelo AHP

Na avaliação dos métodos de extração de óleo vegetal usando o Analytic Hierarchy Process, constatou-se diferenças marcantes entre a prensagem mecânica e a extração por solvente. As matrizes de comparação, tanto das alternativas quanto dos critérios, atingiram uma razão de consistência de 0, demonstrando uma alta consistência nas avaliações, já que este valor é inferior ao limiar aceitável de 0,01.

O resultado final, derivado da combinação dos vetores de prioridade das alternativas com o vetor de prioridades dos critérios, apontaram para a preferência pelo método Soxhlet, com uma pontuação de 75,11%, enquanto por prensagem a pontuação foi de 24,89%. A multiplicação dos vetores é apresentada abaixo:

Prensagem a frio:

$$(0,125 * 0,4375) + (0,75 * 0,1875) + (0,14285714 * 0,375) = 0,2489$$

Soxhlet:

$$(0,875 * 0,4375) + (0,25 * 0,1875) + (0,85714286 * 0,375) = 0,7511$$

Esta análise concluiu que o método Soxhlet foi o mais adequado para a extração do óleo de *Moringa oleifera*, dado que superou a prensagem mecânica em dois dos três critérios avaliados. Esta preferência sugere que, em situações em que o rendimento de óleo e a adaptabilidade ao ambiente industrial são prioritários, o

Soxhlet se mostra mais vantajoso. Por outro lado, a prensagem mecânica pode ser uma escolha válida em cenários onde a velocidade de processamento é um fator crítico.

4.3 Composição de ácidos graxos

A caracterização físico-química do óleo utilizado para a produção de fluido de corte é primordial para atestar a sua qualidade, pois é por meio destes resultados que se estabelecem as técnicas que deverão ser utilizadas para produção (Aquino, 2018). A composição foi avaliada para diferentes tipos de extração e para as diferentes origem das sementes.

4.3.1 Comparação entre métodos de extração

Os resultados da composição de ácidos graxos do óleo da semente de *Moringa oleifera* da região da UERN obtidos pelos processos de extração mecânica e por solvente via Soxhlet são demonstrados na Tabela 3.

Tabela 3 - Composição em ácidos graxos do óleo de *Moringa oleifera* extraído por prensagem e Soxhlet

(continua)

Ácidos Graxos	Estrutura	Composição (%)			
		UERN (Mossoró)		Índia - Lalas e Tsaknis (2002)	
		Prensagem	Soxhlet	Prensagem	Soxhlet
Ácido Mirístico	C14:0	0,16±0,03	0,12±0,02	0,13	0,13
Ácido Palmítico	C16:0	7,24±0,08	6,47±0,02	6,34	6,46
Ácido Palmitoleico	C16:1	1,94±0,05	1,73±0,07	1,28	1,36
Ácido Esteárico	C18:0	5,14±0,09	5,32±0,07	5,70	5,88
Ácido Oleico	C18:1	76,43±0,39	75,98±0,05	71,60	71,21
Ácido Linoleico	C18:2	1,33±0,08	0,89±0,07	0,77	0,65
Ácido Linolênico	C18:3	-	-	0,20	0,18

Tabela 3 - Composição em ácidos graxos do óleo de Moringa oleifera extraído por prensagem e Soxhlet

(conclusão)

Ácidos Graxos	Estrutura	Composição (%)			
		UERN (Mossoró)		Índia - Lalas e Tsaknis (2002)	
		Prensagem	Soxhlet	Prensagem	Soxhlet
Ácido Araquídico	C20:0	2,47±0,02	2,96±0,05	3,52	3,62
Ácido Gadoleico	C20:1	1,72±0,02	2,02±0,03	2,24	2,22
Ácido Behênico	C22:0	3,64±0,02	4,63±0,26	6,21	6,41
Ácido Cerótico	C26:0	-	-	1,21	1,18
AGS	-	18,65	19,5	23,11	23,68
AGMS	-	80,09	79,73	75,12	74,79
AGPS	-	1,33	0,89	0,97	0,83

Fonte: Autoria própria (2023)

Na análise da composição de ácidos graxos, foi constatado que os resultados foram muito semelhantes entre os dois métodos, com variações mínimas nos totais de cada tipo de ácido graxo. A diferença foi de apenas 0,85 pontos percentuais para ácidos graxos saturados (AGS), 0,36 para monoinsaturados (AGMS), e 0,44 para poli-insaturados (AGPS).

A composição predominante de ácidos graxos saturados em ambos os métodos foi de ácido palmítico (C16:0), seguido pelo esteárico (C18:0). Notou-se também uma alta concentração de ácidos graxos monoinsaturados, com o ácido oleico (C18:1) sendo o mais significativo e sem discrepâncias marcantes entre os métodos. Essa predominância confere ao óleo uma resistência superior à oxidação, adequando-o para aplicações que exigem estabilidade oxidativa em altas temperaturas (Soares, 2014).

O teor de ácidos graxos poli-insaturados, por sua vez, foi discretamente observado nos dois óleos. A amostra extraída por Soxhlet conteve 0,89%, enquanto a obtida por prensagem apresentou 1,33%, sendo o ácido linoleico o único identificado. É relevante mencionar que essa baixa concentração é benéfica pois os

ácidos graxos poli-insaturados possuem uma resistência menor à oxidação comparativamente aos ácidos graxos monoinsaturados ou saturados.

Para fins comparativos, dados do estudo de Lalas e Tsaknis (2002) utilizando sementes da Índia foram inclusos na Tabela 3. Apesar de algumas variações mais consideráveis nos índices de ácido oleico e behênico entre as sementes, as comparações intramétodo não mostraram alterações significativas. De maneira geral, o perfil de AGS, AGMS e AGPS para os dois métodos de extração foram muito próximos, indicando que o método de extração não é decisivo para a composição dos óleos.

Adicionalmente, a composição do óleo de Moringa alinha-se com padrões relatados em outras literaturas. Análises como a de Barakat e Ghazal (2016) com sementes de moringa do Egito secas e posteriormente prensadas, identificaram os mesmos ácidos graxos presentes, com exceção do mirístico. Os ácidos saturados foram mais elevados, 22,65%, destacando-se os mesmos ácidos saturados, palmítico e o esteárico, enquanto o ácido oleico foi ligeiramente inferior, com 73,3%. Já Elias (2021) avaliou o óleo de moringa oriundo de sementes de Pernambuco, extraído por meio de prensagem com 20 toneladas. Os resultados revelaram 14,31% de ácidos graxos saturados, 84,77% de monoinsaturados, dos quais 83,65% corresponderam ao ácido oleico, e menos de 0,1% de poli-insaturados.

Almeida (2015) também observou resultados congruentes ao comparar o perfil dos ácidos graxos nos métodos de extração por prensagem, Soxhlet e ultrassom. Foram identificados teores muito similares entre os métodos, corroborando com a ideia de que a técnica de extração escolhida exerce pouca influência sobre a composição final do óleo.

4.3.2 Comparação entre regiões de plantio

A composição de ácidos graxos dos óleos oriundos de três regiões brasileiras: UERN (Mossoró), UEM (Maringá) e UFS (Aracaju) analisada neste estudo está demonstrada na Tabela 4. Os valores apresentaram concordância com registros anteriores disponíveis na literatura para óleos de *Moringa oleifera* também extraídos utilizando solvente hexano via Soxhlet, os quais estão incluídos na tabela.

É importante destacar que no plantio na UEM, diferentemente das outras regiões, a cultura foi fertilizada com nitrogênio (N), fósforo (P), potássio (K) e boro (B) durante a plantação, o que pode ter influenciado a composição de ácidos graxos encontrada. O pH do solo obtido pelo método SMP não mostrou muita diferença entre as regiões, e foi de 6,2 para o solo de Mossoró, 7,5 para o de Maringá, e 6,7 para o de Aracaju, indicando condições favoráveis para o crescimento da moringa.

Tabela 4 - Composição em ácidos graxos do óleo de *Moringa oleifera* em diferentes regiões

		UERN	UEM	UFS	Paquistão	Índia	Kenya	Cuba
		Presente trabalho			Anwar; Zafar e Rashid (2006)	Lalas e Tsaknis (2002)	Tsaknis <i>et al.</i> (1999)	Domínguez <i>et al.</i> (2007)
Ácidos Graxos	Estrutura	Valores de Referência (%)						
Ácido Mirístico	C14:0	0,12	0,14	0,1	-	0,13	0,11	-
Ácido Palmítico	C16:0	6,47	6,29	5,11	9,20	6,46	6,04	6,02
Ácido Palmitoleico	C16:1	1,73	1,65	1,33	3,70	1,36	1,46	1,55
Ácido Esteárico	C18:0	5,32	5,38	4,36	2,27	5,88	4,14	3,78
Ácido Oleico	C18:1	75,98	75,93	69,1	74,66	71,21	73,60	75,74
Ácido Linoleico	C18:2	0,89	0,82	2,81	0,35	0,65	0,73	0,73
Ácido Linolênico	C18:3	-	0,13	2,09	-	0,18	0,22	0,16
Ácido Araquídico	C20:0	2,96	2,46	2,45	2,04	3,62	2,76	2,49
Ácido Gadoleico	C20:1	2,02	1,71	6,22	2,25	2,22	2,40	2,32
Ácido Behênico	C22:0	4,63	4,88	5,34	4,53	6,41	6,73	5,47
Ácido Lignocérico	C24:0	-	0,06	1,1	-	-	-	1,03
Ácido Cerótico	C26:0	-	-	-	-	1,18	1,08	-

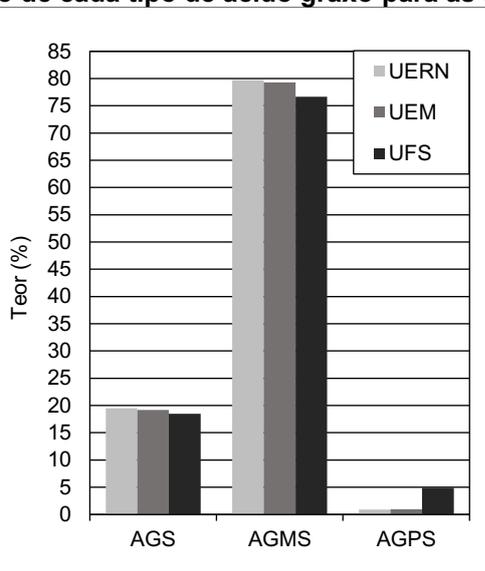
Fonte: Autoria própria (2023)

Ao analisar a Tabela 4 completa, é possível observar que a maioria dos ácidos está presente em todas as regiões de plantio, com exceção do mirístico, linolênico, lignocérico e cerótico, que estão ausentes em algumas colheitas. As características únicas de cada região são evidenciadas pelas flutuações nas concentrações desses ácidos. A amostra do Paquistão destaca-se pelo alto teor de ácido palmítico e pela menor concentração de ácidos poli-insaturados. Por outro lado, a amostra da UFS é

marcada por uma maior quantidade de ácidos poli-insaturados e gadoleico, e apresenta uma quantidade de ácido oleico inferior em relação às demais. A amostra da Índia apresentou a maior proporção de AGS, alcançando 23,68%, enquanto as demais variaram entre 17,76% e 20,86%. Embora existam essas distinções influenciadas pela região e métodos de cultivo, a composição total dos ácidos AGMS de cada lote de sementes apresentou predominância e valores similares, com uma média geral de 78,3%, contrastando com a presença modesta de AGPS, que com exceção da UFS e do Paquistão, ficou na faixa de 0,83 a 0,95%.

Uma visualização geral das composições entre as regiões estudadas neste trabalho, pode ser observada no Gráfico 2 que retrata a composição de AGS, AGMS e AGPS nos óleos vegetais das referidas regiões.

Gráfico 2 - Composição de cada tipo de ácido graxo para as três regiões estudadas



Fonte: Autoria própria (2023)

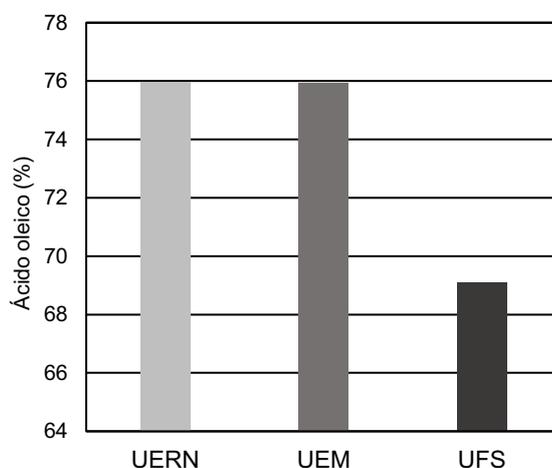
No óleo proveniente da região da UERN, foi identificado um teor mais elevado de AGS com 19,5%, sendo o ácido palmítico o componente mais abundante. Na sequência, a amostra da UEM registrou o teor de AGS de 19,21%, tendo o ácido palmítico como o principal componente. A presença desse ácido é atraente para a indústria de cosmético devido à sua capacidade de conferir lubricidade e hidratação à pele. A amostra originária da UFS exibiu um teor de saturados de 18,46%, com destaque para o ácido behênico. Dentre os ácidos saturados, o esteárico também apresentou valores consideráveis nos óleos, com destaque para a amostra da UEM, com 5,38%. O ácido lignocérico foi o menos notado para todas as origens, sendo ausente no óleo proveniente da UERN. A presença de ácidos graxos saturados pode

conferir certa resistência à oxidação, mas um teor muito elevado desses ácidos pode impactar negativamente a fluidez do fluido de corte, podendo influenciar em sua capacidade de dissipação de calor.

Em relação aos AGMS, as amostras revelaram expressivos teores: 79,73% para a UERN, 79,29% para a UEM e 76,65% para a UFS. O ácido oleico predominou para todas as regiões de plantio, com o percentual de 75,98% na UERN, 75,93% na UEM e 69,1% na UFS, conforme representado no Gráfico 3. A elevada presença de ácido oleico confere ao óleo uma robusta estabilidade térmica, indicando sua resistência à decomposição em temperaturas elevadas. Esta característica é essencial para biolubrificantes que operam em condições extremas.

Barakat e Ghazal (2016) avaliaram o óleo de moringa em três regiões diferentes do Egito e constataram uma concentração de ácido oleico que variou de 73,3% a 79,58%. Anwar e Bhangar (2003), obtiveram um teor de ácido oleico que variou de 74,05% a 78,59% com sementes oriundas de doze cidades diferentes do Paquistão. Ambos os estudos tiveram o óleo das sementes extraídos por Soxhlet.

Gráfico 3 - Composição de ácido oleico por região



Fonte: Autoria própria (2023)

Por outro lado, o teor de AGPS foi discretamente observado, com baixa presença dos ácidos linoleico e linolênico. A combinação desses componentes resultou em 4,9% para a amostra da UFS, 0,95% para a UEM e 0,62% para a UERN. Embora possam oferecer boas propriedades de lubrificação, sua susceptibilidade à oxidação torna a baixa concentração uma vantagem, minimizando riscos de degradação do fluido de corte.

A alta concentração de monoinsaturados e baixa de poli-insaturados observada do óleo de semente de moringa são semelhantes às características do óleo de oliva e canola (Zambiasi *et al.*, 2007), o que demonstra também compatibilidade para uso na alimentação.

Em relação as outras regiões, o óleo da UFS se distingue por sua concentração superior de moléculas de cadeias longas, evidenciado pela maior presença de ácido gadoleico, behênico e lignocérico. Tais cadeias tendem a se organizar paralelamente, contribuindo para uma superfície lisa e uma tensão superficial mais alta, facilitando a formação de um filme lubrificante robusto. Este filme mantém sua coesão e minimiza o atrito entre superfícies em movimento, melhorando assim a eficácia lubrificante do óleo.

Na produção de biodiesel, é reconhecido que um aumento no número de ácidos graxos saturados resulta em um maior número de cetano para o combustível. Entretanto, isso também pode elevar o ponto de névoa e de entupimento, conforme destacado por Ramadhas, Jayaraj e Muraleedharan (2005). Para aplicações em fluidos de corte, essa rica quantidade de ácidos saturados pode não ser benéfica, uma vez que pode interferir na dissipação de calor e levar a reações químicas adversas. Especificamente no fresamento de ligas de alumínio, a interação entre este material e o fluido de corte pode causar manchas e corrosão na peça trabalhada. Por outro lado, uma elevada quantidade de insaturações pode comprometer a estabilidade química das moléculas. Esse cenário pode desencadear problemas como oxidação e degradação, especialmente se houver armazenamento ou transporte inadequado, como indicado por Knothe (2006).

A composição de ácidos graxos em um óleo é crucial para determinar sua eficácia como biolubrificante, aspecto essencial para fabricantes de fluidos industriais de bases vegetais. Além da disponibilidade em quantidades suficientes, é fundamental que as propriedades do óleo se mantenham consistentes entre diferentes lotes. Variações acentuadas no perfil de ácidos graxos podem obrigar a alterações na formulação dos produtos, uma vez que a proporção de aditivos em um lubrificante está diretamente relacionada às qualidades da base oleosa. Assim, compreender profundamente como as condições do solo, o clima e as práticas de adubação na área de cultivo afetam a composição do óleo é vital para garantir um padrão de qualidade uniforme, prevenindo reformulações frequentes e assegurando propriedades

desejadas como resistência à oxidação, eficácia lubrificante e boa dissipação de calor (Souza, 2014).

4.4 Caracterização físico-química

A eficiência de um biolubrificante é determinada também por suas propriedades físico-químicas, entre elas o índice de acidez, índice de peróxido, índice de saponificação, viscosidade e índice de refração. Em conjunto, essas características interferem na tendência à oxidação, na formação de filme lubrificante e na transferência de calor. Os valores foram obtidos utilizando normas específicas para o cálculo de cada parâmetro.

4.4.1 Comparação entre métodos de extração

A Tabela 5 exibe os dados referentes às propriedades físico-químicas do óleo de moringa, comparando os dois métodos de extração investigados nesta pesquisa: prensagem e Soxhlet.

Tabela 5 - Propriedades físico-químicas do óleo da moringa para cada método de extração

Propriedade físico-química	Prensagem	Soxhlet
Índice de acidez [mgKOH/g]	0,21	2,03
Índice de peróxido [meqO ₂ /kg]	2,56	4,45
Índice de saponificação [mgKOH/g]	122,81	205,38
Índice de refração a 40°C	1,421	1,459
Viscosidade [cSt]	70,12	8,59

Fonte: Autoria própria (2023)

Com base nos dados apresentados, observa-se uma diferença significativa no índice de acidez entre os métodos de extração. Na técnica de extração por Soxhlet, o índice foi de $2,03 \pm 0,02$ mgKOH/g, valor significativamente maior que o obtido pelo método de prensagem, $0,21 \pm 0,01$ mgKOH/g. Esse aumento no IA na extração por Soxhlet pode ser atribuído ao aquecimento a alta temperatura presente neste processo, que pode provocar a degradação dos triacilglicerídeos, aumentando a acidez.

O índice de acidez é um parâmetro fundamental para avaliar a qualidade de um óleo, uma vez que mede a quantidade de ácidos graxos livres presentes. Segundo Moser (2009), o índice de acidez detecta a presença destes ácidos graxos, que podem

se originar de processos de hidrólise ou efeitos oxidativos. Um menor IA é desejável para a performance do óleo, pois uma alta acidez pode provocar corrosão em componentes específicos de máquinas, como selos e rolamentos.

De acordo com a Resolução ANP nº 129/99, que trata dos óleos lubrificantes básicos provenientes do refino de certos petróleos, é determinado um índice de acidez máximo de 0,05 mgKOH/g para o óleo naftênico sintético hidrogenado 20, cuja viscosidade é mais próxima à do óleo de moringa. Os resultados das duas técnicas de extração ultrapassam o índice definido por esta resolução. Embora seja possível adaptar o índice de acidez por meio da neutralização prévia do óleo, é essencial ressaltar que essa resolução tem como foco um óleo mineral sintético de baixa viscosidade, diferentemente de um óleo vegetal. Adicionalmente, conforme apresentado no Anexo 1 e 2, essa resolução foi posteriormente substituída, porém a atual não especifica valores de referência, razão pela qual se optou por seguir a norma anterior.

Ao comparar com dados da literatura, Pereira (2015) obteve índices de acidez para os óleos brutos de moringa consideravelmente mais altos, registrando 8,85 mgKOH/g no processo de prensagem e 20,54 mgKOH/g para extração via solvente hexano. Já Almeida (2015) obteve um IA de 0,89 mgKOH/g para a extração por prensagem e 1,34 mgKOH/g pelo método Soxhlet. Ambos os estudos corroboram com o fato que a extração por solvente deixa o óleo mais ácido. Adicionalmente, Melo (2010) encontrou um valor de IA mais próximo, de 0,6 mgKOH/g para o óleo de moringa obtido por prensagem.

O próximo indicador avaliado, o índice de peróxido, medida da quantidade de compostos peroxidados em óleos vegetais, ajuda na determinação da qualidade do óleo, pois sinaliza o início da oxidação. Esta deterioração, caso não controlada, pode reduzir significativamente a vida útil do lubrificante (Moser, 2009).

Os resultados indicaram um índice de peróxido para o óleo de moringa extraído por prensagem de 2,56 meqO₂/kg e, para aquele obtido pelo método Soxhlet, de 4,45 meqO₂/kg. Essa diferença significativa aponta para uma maior susceptibilidade à oxidação no óleo extraído via Soxhlet, possivelmente devido às condições de extração mais severas, que incluem não apenas exposição ao oxigênio, mas também exposição prolongada a altas temperaturas e uso de solventes.

Comparando com estudos anteriores, Pereira (2015) obteve 3,34 meqO₂/kg e 5,42 meqO₂/kg para os métodos de prensagem e Soxhlet, respectivamente,

enquanto Melo (2010), registou por prensagem um valor superior de 6,69 meqO₂/kg. A diversidade de resultados ressalta a importância de análises específicas em diferentes contextos, levando em consideração variáveis como o método de extração, origem e exposição da matéria-prima a condições de degradação.

O índice de saponificação, embora menos enfatizado em avaliações de qualidade de materiais graxos conforme indicado por Pereira (2015), segundo Barthus (1999) e Fernandes (2015) possui relevância na determinação do grau de estabilidade do óleo.

Foi observado que o óleo extraído pelo método de prensagem apresentou um IS de 122,81±0,17 mgKOH/g, enquanto o óleo extraído por solvente apresentou um valor de 205,38±0,99 mgKOH/g. Esta notável diferença nos índices pode ser explicada, em parte, pela natureza do método de extração por prensagem, que não envolve a aplicação de calor e solventes, sendo assim mais suave. Além disso, variações nos estágios de maturação das sementes no momento da colheita, mesmo em uma mesma região, podem ter contribuído com o aumento das diferenças observadas no índice de saponificação.

Em comparação com os dados da literatura, Almeida (2015) reportou valores de 173,78 mgKOH/g e 178,31 mgKOH/g para os métodos de prensagem e Soxhlet, respectivamente. Em contrapartida, Pereira (2015) relatou um índice maior para o óleo extraído por prensagem, 180,55 mgKOH/g, enquanto o índice para a extração com solvente foi ligeiramente menor, 179,38 mgKOH/g. Assim como Lalas e Tsaknis (2002), que reportaram 199,32 mgKOH/g para a prensagem e 188,36 mgKOH/g para a extração com solvente.

O índice de refração, responsável por mensurar a velocidade da luz quando atravessa o óleo, revelou um valor de 1,421 a 40°C para o óleo derivado da prensagem e 1,4591 para aquele obtido pelo método Soxhlet. Foi observado que o valor proveniente da prensagem é comparativamente inferior ao de estudos anteriores. Conforme Anwar, Zafar e Rashid (2006), tal redução pode ser consequência da presença de elementos que alteram a transmissão da luz ou de grupos cromóforos atípicos para este tipo de óleo. Adicionalmente, a divergência nos valores resultantes das diferentes técnicas de extração insinua variações composicionais nos óleos produzidos. Lalas e Tsaknis (2002) registraram um índice de refração de 1,46 para o óleo extraído por prensagem, um valor um pouco mais elevado quando comparado ao encontrado neste estudo para a mesma técnica de

extração. Para extração com solvente n-hexano, os mesmos autores relataram um valor de 1,4587, que está muito próximo ao valor obtido neste estudo pelo mesmo método.

Por sua vez, Carvalho (2019) reportou um índice de 1,4566 para o óleo de moringa obtido por prensagem, posicionando-se entre os dois valores encontrados neste trabalho. Tal discrepância pode ser reflexo de diferenças nas condições de extração, tratamentos subsequentes ao processo de extração, ou variações da origem das sementes.

Com base nos dados obtidos, foi constatado que a viscosidade quando extraída pelo método mecânico atingiu 70,12 mm²/s, enquanto a extração pelo método químico resultou em 8,5931 mm²/s. Essa significativa diferença estatística, onde a viscosidade do óleo extraído mecanicamente foi mais que oito vezes superior, pode ser atribuída à presença ampliada de impurezas e partículas oriundas desse processo de extração. Por outro lado, a presença de quantidades mínimas de solvente residual pode ser um fator contribuinte para a obtenção de valores inferiores de viscosidade no óleo extraído por solvente. O solvente tem o potencial de alterar esses valores, uma vez que dissolve e mobiliza componentes solúveis ao longo do processo de extração.

A viscosidade é reconhecida como um indicador essencial para óleos voltados à produção de lubrificantes. Esse parâmetro assessora na avaliação da capacidade de fluxo do lubrificante e tem significativa relevância na lubrificação hidrodinâmica. Se observado as normas da ASTM D445 e da SAEJ306 o óleo extraído por prensagem poderia ser classificado dentro da categoria de viscosidade alta, equivalente ao SAE 250, o que o torna compatível com aplicações em sistemas de transmissões de equipamentos pesados, mancais em ambientes industriais e usinagem de metais duros. Em contraste, por ser menos viscoso, o óleo extraído por Soxhlet, se enquadraria como um óleo SAE80, se adequando para transmissões automotivas, usinagem de metais leves e operações de maior velocidade, sendo preferível em aplicações onde lubrificantes mais fluidos são exigidos para um desempenho eficiente.

Comparando com os resultados deste estudo, Pereira (2015) constatou que a viscosidade do óleo de moringa extraído pelo método mecânico foi significativamente menor, com valores a 40°C de 43,6 mm²/s. Em contraste, o método químico apresentou uma viscosidade substancialmente maior, de 39,1 mm²/s. Melo (2010)

calculou uma viscosidade cinemática de 47,73mm²/s para o óleo de moringa extraído por prensagem, um valor também inferior ao obtido neste estudo pela mesma técnica de extração. Já Lalas e Tsaknis (2002) obtiveram um valor de prensagem bem mais próximo ao trabalho, 88,99 mm²/s, enquanto para o óleo extraído por Soxhlet, apresentou o valor mais elevado dentro todos, com 49,45 mm²/s.

Essas diferenças sugerem que os óleos podem ter características distintas ou que os processos de extração utilizados pelos autores variaram em algum aspecto. De forma geral, os resultados indicam que a prensagem mecânica das sementes tende a aumentar a viscosidade do óleo devido a um maior conteúdo de partículas resultantes do processo.

4.4.2 Comparação entre regiões de plantio

A Tabela 6 exibe os dados referentes às propriedades físico-químicas do óleo de moringa das três diferentes regiões do Brasil investigadas nesse estudo.

Tabela 6 - Propriedades físico-químicas do óleo da moringa de cada região de plantio

Propriedade físico-química	Região UERN	Região UEM	Região UFS
Índice de acidez [mgKOH/g]	2,03±0,02	1,35±0,02	0,38±0,02
Índice de peróxido [meqO ₂ /kg]	4,45	16,43	6,69
Índice de saponificação [mgKOH/g]	205,38	177,32	181,58
Índice de refração a 40°C	1,459	1,446	1,475
Viscosidade [cSt]	8,59	34,36	49,16

Fonte: Autoria própria (2023)

Foi observado que o índice de acidez variou entre as regiões de cultivo, sendo de 2,03±0,02 mgKOH/g para a UERN, 1,35±0,02 mgKOH/g para a UEM e 0,38±0,02 mgKOH/g para a região de plantio da UFS. É importante destacar que um menor IA é desejável para a performance do lubrificante, uma vez que uma alta acidez pode provocar maior corrosão. Ao se analisar as normas da ANP, verifica-se que nenhum dos óleos estaria apto a ser utilizado como lubrificante, a menos que ocorresse um processo subsequente de neutralização. No entanto, persiste o argumento de que essa regulamentação não abrange óleos com a viscosidade de óleos vegetais.

Comparativamente a estudos antecedentes que adotaram a extração por Soxhlet, os índices de acidez encontrados foram inferiores. Fernandes (2015) registrou 13,2±0,2 mgKOH/g utilizando a NBR 14448, um valor bem acima dos desta pesquisa. O trabalho de Bitu (2018) mostrou um índice de acidez ainda mais elevado,

de 18,07 mgKOH/g. Já, Santana *et al.* (2010) reportaram um valor de 6,22 mgKOH/g utilizando sementes de Aracaju, que, embora ainda alto, foi o que mais se aproximou dos valores registrados nesta investigação.

O valor reduzido detectado na região da UFS pode apontar para sementes que foram colhidas assim que atingiram a maturação adequada, preservadas em boas condições e processadas em um ambiente limpo, minimizando a ocorrência de contaminações.

Com base na análise dos valores do índice de peróxido, foi possível observar variações significativas entre as origens. O IP para a região da UERN foi registrado em 4,45 meqO₂/kg, da UFS foi um pouco superior, 6,69 meqO₂/kg, enquanto a do território da UEM demonstrou um valor consideravelmente mais elevado de 16,43 meqO₂/kg. Segundo Moser (2009), índices de peróxido mais altos sinalizam uma menor capacidade do óleo de resistir à oxidação, um fator fundamental para a longevidade de um lubrificante. Essas variações nos índices estão intimamente ligadas às condições e ao tempo de armazenamento das sementes. Os grãos da UEM, que foram armazenados por seis meses, apresentaram um índice de peróxido mais elevado, enquanto os da UERN, armazenados por um período menor, exibiram um valor mais baixo desse índice.

Ao comparar esses resultados com estudos previamente publicados foram percebidas algumas discrepâncias. Barakat e Ghazal (2016) analisaram o óleo de moringa de três regiões diferentes do Egito e encontraram um IP que variou entre 1,67 a 2,47 meqO₂/kg, valores inferiores aos apresentados neste estudo, especialmente em relação à origem da UEM. É importante considerar que Barakat e Ghazal submeteram as sementes à secagem, o que potencialmente reduz a hidrólise e a subsequente oxidação, resultando em um IP mais baixo. Por outro lado, a pesquisa conduzida por Fernandes (2015) relatou um IP mais próximo da UFS, de 10,4 ± 1,1 meqO₂/kg, a partir de sementes de Uberlândia. Isso sugere que as origens das sementes e cuidados principalmente com o armazenamento podem influenciar fortemente os valores de IP, tornando-os mais altos ou mais baixos, dependendo do contexto.

Já o índice de saponificação é uma métrica que, em muitos casos, reflete o comprimento da cadeia de ácidos graxos presentes no óleo. Ainda que essa relação não seja absoluta, variações significativas no IS, quando comparando amostras do mesmo óleo, podem sugerir potenciais adulterações.

Os resultados obtidos na presente pesquisa em relação ao IS também variaram entre as diferentes regiões de cultivo avaliadas. Para as sementes providas da UERN, o índice foi de 205,38 mgKOH/g, para as da UFS, 181,58 mgKOH/g e para as providas da região da UEM, 177,32 mgKOH/g. As sementes das três regiões apresentaram alto teor saponificável do óleo, evidenciando seu potencial como lubrificante. Contudo, essa característica também confere ao óleo uma consistência semissólida, podendo limitar seu uso em sistemas de lubrificação por jato, especialmente sob condições de alta pressão.

Valores elevados de IS podem sinalizar uma diminuição na massa molecular, geralmente associada à degradação das cadeias de triacilglicerídeos. Este processo de degradação pode ser intensificado por fatores como a exposição prolongada à luz e a altas temperaturas (Ribeiro *et al.*, 2004). Assim, apesar de ter sido armazenada por um período mais curto, as sementes da UERN pode ter sido exposta de maneira mais intensa à luz solar, a temperaturas mais altas ou a variações térmicas significativas durante o cultivo e o processo de extração.

Ao contrastar com estudos anteriores, observa-se uma interessante congruência nos resultados. Santana *et al.* (2010) obtiveram um IS de 181,58 mgKOH/g na extração de sementes de Aracaju com solvente n-hexano, um valor que reflete a similaridade com a região da UFS. Em um estudo diferente, Barakat e Ghazal (2016) exploraram o óleo de moringa de várias regiões do Egito e notaram um IS variando entre 171,67 e 178,33 mgKOH/g, obtido via extração com Soxhlet. Este intervalo se aproxima dos índices das sementes da UEM, indicativo de condições de maturação e processamento semelhantes. Além disso, Marques (2015) focou em sementes de Maringá, a mesma cidade onde houve o plantio das sementes UEM, e registrou um IS de 175,64 mgKOH/g, mostrando a tendência de resultados próximos para sementes de áreas geograficamente semelhantes.

Os resultados apresentados na Tabela 6, mostram que os índices de refração, medidos a 40°C, para as regiões UERN, UEM e UFS são de 1,4591, 1,446 e 1,475, respectivamente. O índice de refração é uma propriedade crítica, pois está intrinsecamente relacionado à estrutura e pureza do óleo. Moretto e Fett (1998) afirmam que o índice de refração de um óleo aumenta à medida que as cadeias de hidrocarbonetos se tornam mais longas e à medida que os ácidos graxos nos triglicerídeos se tornam mais insaturados, padrão observado no óleo da UFS.

Comparando os valores obtidos com os da literatura, nota-se uma concordância. Barakat e Ghazal (2016) avaliaram o óleo da *Moringa oleifera* em três regiões do Egito e reportaram índices de refração variando de 1,4607 a 1,4613 na mesma temperatura. Apesar desses valores serem um pouco mais consistentes entre si, se aproximam aos encontrados na presente pesquisa. De maneira similar, Anwar e Bhanger (2003) encontraram um índice de refração a 40°C para o óleo de moringa que variou entre 1,4590 a 1,4625, após a extração do óleo por Soxhlet, estabelecendo uma faixa de valores que também se assemelha aos resultados desta pesquisa.

Em suma, ao analisar os resultados de forma geral, foi observado que os índices apresentaram uma maior variação entre as três regiões deste estudo, em comparação com os dados da literatura. Essas discrepâncias podem ser atribuídas a diferenças sutis no processo de extração, na maturação das sementes ou mesmo nas características intrínsecas da região de cultivo.

Ao se tratar da viscosidade cinemática, o óleo de moringa provenientes da UERN, UEM e UFS demonstraram índices de 8,5931 cSt (1cSt = 1mm²/s), 34,364 cSt e 49,16 cSt, respectivamente. As condições específicas de clima e cultivo de cada região influenciaram a aplicabilidade destes lubrificantes. O óleo da UERN é particularmente mais adequado para a lubrificação de máquinas leves e usinagem de alta velocidade. Por outro lado, os óleos das outras origens, com viscosidades mais altas, podem ser mais apropriados para operações em condições mais agressivas.

Contrastando os dados deste estudo com registros da literatura que utilizaram o método Soxhlet para extração, foi observado que os valores encontrados para o óleo da UEM e UFS foram mais próximas dos documentados em pesquisas anteriores, enquanto o óleo oriundo da região da UERN demonstrou valores inferiores. Santana *et al.* (2010), empregando o método ASTM 445 com sementes de Aracaju, a mesma cidade da UFS, reportou uma viscosidade cinemática de 40,95 mm²/s. Adicionalmente, Bitu (2018) registrou um valor de 42,5 mm²/s para o com sementes oriundas da Paraíba. Já Fernandes (2015) encontrou um valor de 44,5 mm²/s para a viscosidade cinemática a 40°C do óleo de moringa, com sementes de Uberlândia.

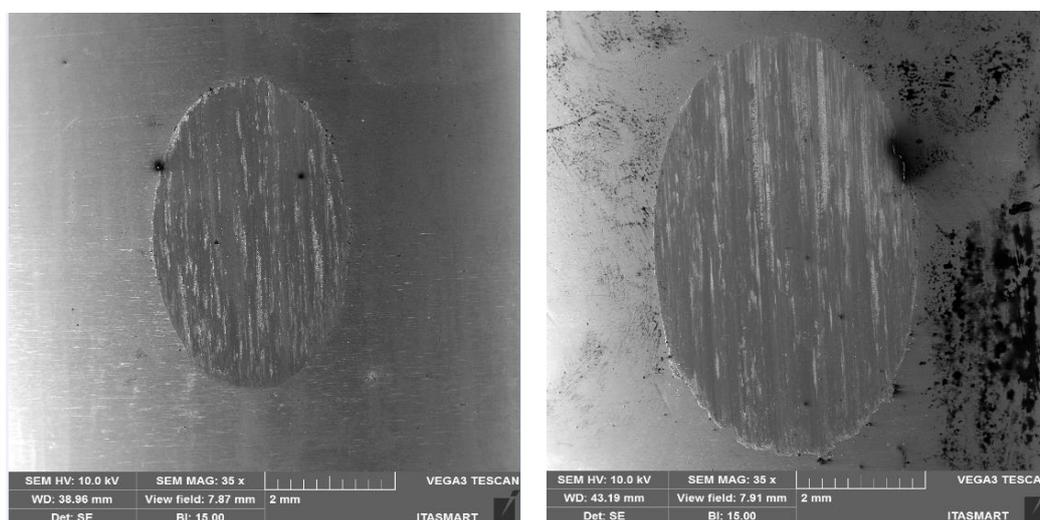
4.5 Potencial lubrificante

A avaliação do potencial lubrificante foi realizada mediante a análise da área de desgaste. Para comparar os métodos de extração, utilizou-se a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do pino, e para a comparação entre diferentes regiões de plantio, empregou-se a estereoscopia óptica.

4.5.1 Comparação entre métodos de extração

A análise dos resultados obtidos pelo teste Reichert mostrou que o óleo extraído por Soxhlet apresentou uma área de desgaste significativamente maior em comparação com o óleo obtido por prensagem mecânica. Especificamente, a área de desgaste na superfície do pino, analisada por MEV, foi de 11,02 cm² para o óleo extraído por prensa e de 21,20 cm² para o óleo extraído por Soxhlet. Essa diferença significativa pode ser atribuída a várias causas, incluindo o índice de acidez e viscosidade do óleo, ambos fatores relacionados com o método de extração.

Figura 5 - Imagens obtidas por MEV da superfície dos pinos ensaiados no Reichert Test lubrificado por: (a) óleo de moringa extraído por prensagem; (b) óleo de moringa extraído por Soxhlet



(a)

(b)

Fonte: Autoria própria (2023)

A prensagem mecânica, por ser um processo mais suave, tende a preservar melhor as características moleculares dos ácidos graxos e antioxidantes naturais. Essa preservação é importante para a estabilidade e eficácia de um lubrificante,

influenciando diretamente sua capacidade de proteger contra o desgaste. Por outro lado, a extração por Soxhlet, ao utilizar solventes, pode alterar a composição química do óleo, potencialmente reduzindo sua eficiência como lubrificante.

Outro aspecto relevante é a viscosidade do óleo. Observou-se que o óleo extraído por prensagem mecânica apresentou uma viscosidade bem mais elevada, o que pode ter colaborado para a formação de uma película lubrificante mais robusta e eficiente, reduzindo o desgaste.

Além disso, o índice de acidez, que foi mais alto no óleo extraído por Soxhlet, pode também ter influenciado os resultados do ensaio de desgaste. Um índice de acidez elevado pode indicar a presença de ácidos graxos livres e outros compostos que podem danificar as superfícies metálicas, aumentando assim o desgaste.

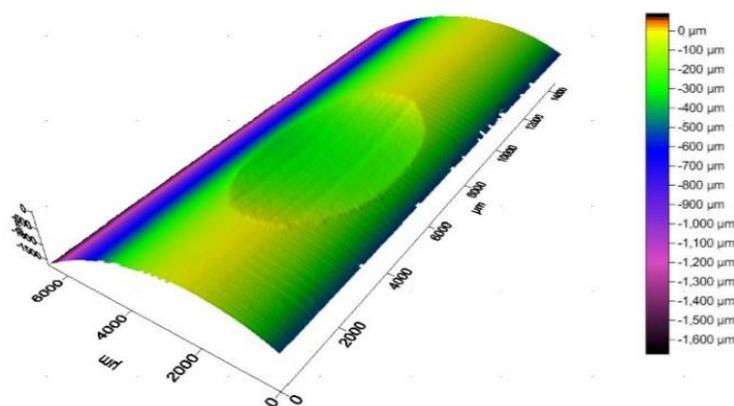
4.5.2 Comparação entre regiões de plantio

A análise das imagens obtidas por estereoscopia óptica revela um desgaste significativo na superfície dos pinos de aço. Este desgaste manifesta-se na forma de uma elipse, com um evidente rebaixo na topografia da superfície, variando em dimensões e profundidades conforme a fonte de lubrificação.

Na variação quanto a diversidade na origem das sementes, a amostra da região da UERN foi a que apresentou maior área de desgaste. Muito provavelmente esse dado possui relação com o índice de acidez do óleo, que no caso dessa amostra apresentou o maior índice que as demais amostras comparadas. Esta acidez, por sua vez, está relacionada ao grau de maturação das sementes e o manejo de armazenamento (Oliveira *et al.*, 2009).

Para o pino lubrificado com o óleo oriundo das sementes UERN, foi observada uma área de desgaste de 21,201 cm², conforme Figura 7. O formato elíptico apresentou uma profundidade de desgaste que foi até 350 micrômetros, indicando um desgaste considerável na superfície do pino.

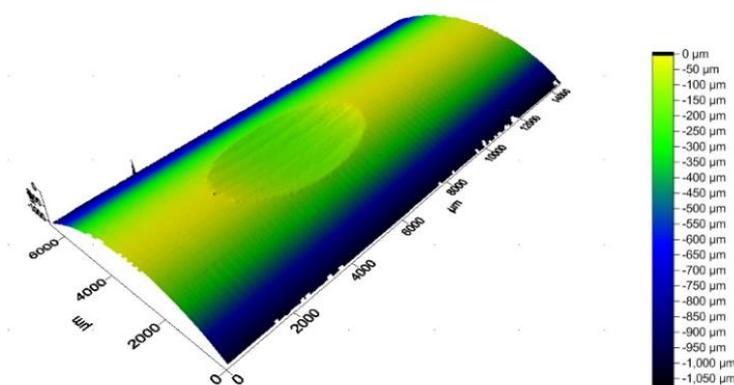
Figura 6 - Estereoscopia óptica da superfície lubrificada pelo óleo da região da UERN



Fonte: Autoria própria (2023)

Quando se considera o pino lubrificado com o óleo da região UEM, esta evidenciou um desgaste que foi manifestado na forma de uma elipse com dimensões menores em relação a UERN, com uma área total de 13,228 cm². A faixa de profundidade deste desgaste ficou situado maior parte entre 100 e 300 micrômetros, conforme mostrado na Figura 8.

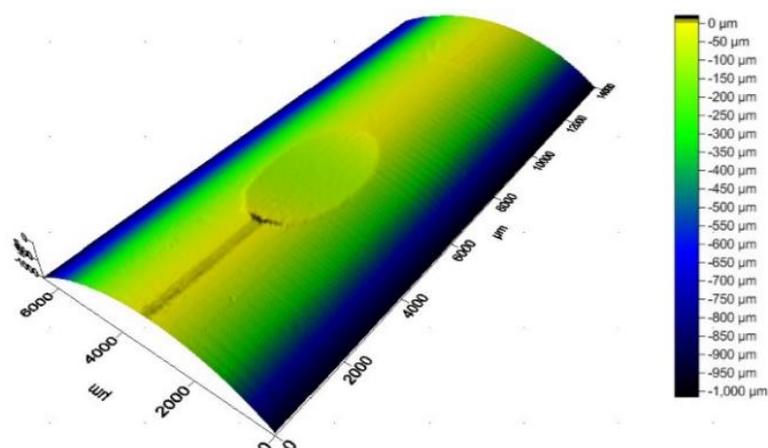
Figura 7 - Estereoscopia óptica da superfície lubrificada pelo óleo da região da UEM



Fonte: Autoria própria (2023)

Já no pino lubrificado com o óleo da região UFS, foi notado um desgaste menos pronunciado. A área de desgaste foi de 10,533 cm², sendo esta a menor área entre as três amostras analisadas. Além disso, a profundidade de desgaste para esta amostra variou entre 1 e 200 micrômetros, também demonstrando ser o menor desgaste em profundidade dentre as condições estudadas

Figura 8 - Estereoscopia óptica da superfície lubrificada pelo óleo da região da UFS



Fonte: Autoria própria (2023)

4.6 Comparação do óleo de *Moringa oleifera* com o óleo de pinhão-mansão

Na avaliação dos resultados relacionados à lubrificação, foi constatado que o óleo de moringa obtido das sementes da Universidade Federal de Sergipe (UFS), localizada em Aracaju, apresentou um desempenho superior. Com base nessa constatação, procedeu-se à comparação com o óleo extraído do pinhão manso (*Jatropha curcas*), um vegetal conhecido por gerar fluidos de corte com eficácia comprovada. Além disso, o grupo de pesquisa colaborador possui uma experiência consolidada na criação de biolubrificantes a partir desse material.

A composição dos ácidos graxos do óleo de pinhão-mansão, obtida da literatura, é apresentada juntamente com a proveniente da UFS para fins comparativos na Tabela 7:

Tabela 7 - Composição de ácidos graxos do óleo de moringa e pinhão-mansão (continua)

Ácidos Graxos	Estrutura	Composição (%)	
		<i>Moringa oleifera</i>	Pinhão-mansão (Starling, 2016)
Ácido Mirístico	C14:0	0,1	0,14
Ácido Palmítico	C16:0	5,11	14,24
Ácido Palmítoleico	C16:1	1,33	0,73
Ácido Esteárico	C18:0	4,36	4,86
Ácido Oleico	C18:1	69,1	32,63
Ácido Linoleico	C18:2	2,81	39,02
Ácido Linolênico	C18:3	2,09	0,19

Tabela 7 - Composição de ácidos graxos do óleo de moringa e pinhão-manso

		(conclusão)	
		<i>Moringa oleifera</i>	Pinhão-manso (Starling, 2016)
Ácidos Graxos	Estrutura	Composição (%)	
Ácido Araquídico	C20:0	2,45	-
Ácido Gadoleico	C20:1	6,22	0,03
Ácido Behênico	C22:0	5,34	-
Ácido Lignocérico	C24:0	1,1	-
Ácido Cerótico	C26:0	-	-
AGS	-	18,46	19,24
AGMS	-	76,65	33,39
AGPS	-	4,9	39,21

Fonte: Autoria própria (2023)

Ao se comparar os perfis de ácidos graxos, destaca-se a alta concentração de ácido oleico, 69,1%, contra 32,63% no óleo de pinhão manso. Esta característica é vantajosa para aplicações industriais devido à sua contribuição para a lubricidade e estabilidade oxidativa, propriedades desejáveis para a manutenção de um bom desempenho em ambientes de alta temperatura e prevenção da oxidação. Outra vantagem do óleo se estende ao fato de que ele contém uma quantidade significativa de ácidos graxos de cadeias mais longas, contribuindo para uma camada espessa e estável entre duas superfícies em movimento. Adicionalmente, o ácido behênico, presente somente no óleo de moringa, enriquece sua composição com propriedades antimicrobianas.

Em contraste, o óleo de pinhão-manso é caracterizado por um conteúdo elevado de ácido palmítico, o qual é conhecido por aumentar a estabilidade do óleo. Entretanto, este óleo também é rico em ácidos graxos poli-insaturados, como os ácidos linoleico e linolênico, que, apesar de melhorarem o comportamento do óleo em baixas temperaturas devido à redução do ponto de fluidez, tornam-no mais propenso à oxidação, diminuindo sua vida útil.

Apesar das diferenças, esses óleos vegetais apresentam semelhanças na composição de uma forma geral, com alto teor de insaturados, o que não ocorre para óleos minerais sem aditivação por exemplo. Especificamente, o óleo de moringa apresenta 18,46% de ácidos graxos saturados e uma predominância de insaturados, com 81,55%, enquanto o pinhão-manso possui valores próximos de 19,24% de saturados e 72,6% de insaturados. É importante ressaltar que, de acordo com a

pesquisa de Starling (2016), aproximadamente 7% dos ácidos graxos não foram detectados, o que deve ser levado em consideração ao interpretar esses perfis lipídicos.

Na análise das propriedades físico-químicas, foi comparado os resultados obtidos para o óleo de *Moringa oleifera* com dados da literatura referentes ao óleo de pinhão-manso, conforme apresentado por Starling (2016). A Tabela 8 resume as propriedades mensuradas:

Tabela 8 - Propriedades físico-químicas dos óleos vegetais

Propriedade físico-química	<i>Moringa oleifera</i>	Pinhão-manso (Starling, 2016)
Índice de acidez [mgKOH/g]	0,38±0,02	5,93 ± 0,05
Índice de peróxido [meqO2/ kg]	6,69	-
Índice de saponificação [mgKOH/g]	181,58	202,9 ± 1,1
Índice de refração a 40°C	1,475	-
Viscosidade [cSt]	49,16	34,14 ± 0,19

Fonte: Autoria própria (2023)

Observou-se que o índice de acidez do óleo de pinhão-manso é mais elevado, o que é atribuído ao conteúdo superior de ácidos graxos poli-insaturados. Tais ácidos graxos são mais propensos à oxidação, um processo que pode resultar na liberação de ácidos graxos livres, contribuindo para um aumento no índice de acidez do óleo.

Em relação ao índice de saponificação, o menor valor identificado no óleo de moringa indica a presença predominante de ácidos graxos de cadeias carbônicas longas, conforme evidenciado na Tabela 8. Esta característica pode contribuir para uma menor taxa de oxidação, uma vez que ácidos graxos de cadeia longa tendem a ser menos reativos em comparação com ácidos graxos de cadeias mais curtas e insaturadas.

Quanto à viscosidade, os óleos apresentam valores próximos, no entanto, a moringa possui maior viscosidade, o que pode ser correlacionado ao menor percentual de ácidos poli-insaturados. A viscosidade é um parâmetro que interfere no desempenho do rebolo durante o processo de fabricação, e seu valor ideal vai depender do material das superfícies em contato e da aplicação específica do fluido, sendo que em geral um valor mais alto de viscosidade é preferível em situações de lubrificação externa para assegurar um filme lubrificante robusto.

Não foi possível comparar o índice de peróxido entre os óleos devido à ausência de dados para o pinhão manso. Além disso, o índice de refração, sendo característico de cada óleo, não necessita de comparação.

Dessa maneira, com base nos parâmetros abordados, é possível notar similaridade e alguns benefícios do óleo de moringa em relação ao óleo de *Jatropha curcas*, o que corrobora ainda mais para o potencial de aplicação do óleo de *Moringa oleifera* como lubrificante vegetal.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com base na análise comparativa entre o teor de óleo obtido nos métodos de extração por prensagem mecânica a frio e por solvente via método Soxhlet, observou-se que aumento da eficiência da extração por solvente se deve principalmente à capacidade de solubilização e ao arraste de componentes de natureza semelhante ao óleo pelo solvente. Por outro lado, na prensagem a frio, a torta resultante rica em fibras, retém uma considerável quantidade de óleo em seu interior e nas partes internas do extrator. Na análise realizada pelo método AHP considerando os fatores ponderados de teor de óleo, tempo de extração e aplicabilidade na indústria para ambos os métodos de extração, a extração por Soxhlet se mostrou a técnica mais vantajosa. Todavia, é recomendado o uso de equipamentos de proteção durante a extração, pois o solvente n-hexano é neurotóxico e pode causar problemas de saúde se inalado em grandes quantidades ou por longos períodos.

Apesar das variações no teor de óleo obtido, a composição de ácidos graxos não foi afetada de acordo com a extração. Os óleos apresentaram cerca de 80% de ácidos monoinsaturados, 19% de saturados e menos de 1,5% de ácidos poli-insaturados, com os mesmos ácidos e apenas pequenas variações nas concentrações. Os teores de ácido oleico, por exemplo, mantiveram-se na faixa de 76%, conferindo ao óleo estabilidade térmica e boa lubrificidade.

Quanto às características físico-químicas, o óleo extraído por prensagem demonstrou melhor desempenho. Os índices de acidez, peróxido e saponificação foram menores, indicando uma maior estabilidade do óleo em relação à degradação. Esse fenômeno se deve, em grande parte, às condições mais suaves do processo de prensagem comparado à extração via Soxhlet. A extração por solvente é considerada mais severa devido ao uso prolongado de altas temperaturas e solventes, o que pode levar à decomposição térmica de compostos sensíveis e à oxidação do óleo, resultando em maior degradação.

Já o potencial lubrificante do óleo obtido por prensagem a frio mostrou-se quase duas vezes maior em comparação ao extraído por método químico. Essa superioridade indica que as variações observadas nas propriedades químicas do óleo, como o índice de acidez, exerceram influência significativa na qualidade do lubrificante.

Entretanto, apesar das vantagens apresentadas pelo método de prensagem, a extração por solvente é a recomendada, especialmente considerando as possibilidades de aprimoramento pós-extração, como a neutralização, que pode melhorar significativamente a qualidade do óleo para fins lubrificantes. Ademais, procedimentos de transesterificação podem alterar favoravelmente os índices químicos, aumentando sua durabilidade e potencializando a utilidade do óleo extraído por solvente na indústria.

Na segunda parte da análise, ao avaliar os óleos de *Moringa oleifera* das regiões de Mossoró (RN), Aracaju (SE) e Maringá (PR), verificou-se diferença nos três aspectos analisados. Embora a moringa se adapte bem a uma variedade de solos e condições climáticas, desenvolvendo-se e frutificando eficientemente, as especificidades de solo, clima e técnicas de cultivo empregadas impactam de maneira particular nas características das sementes e, por consequência, na qualidade final do óleo extraído.

A composição detectada por espectrometria gasosa revelou que, embora pequenas, existem diferenças quando se comparam diferentes regiões de cultivo. Notou-se que para a região de Aracaju (UFS) a porcentagem de ácidos graxos poli-insaturados foi maior, assim como de ácido gadoleico. Com exceção dessa origem, o ácido oleico predominou com mais de 75%, e os poli-insaturados permaneceram abaixo de 1%. Todas as colheitas tiveram predominância de ácidos monoinsaturados, variando de 76,65% a 79,73%, conferindo ao óleo estabilidade e longevidade.

Em se tratando das propriedades físico-químicas, o óleo da região da UFS foi o que apresentou melhor resultado. Seu índice de acidez foi de 0,38%, demonstrando um bom estado de conservação do óleo, possivelmente atrelado à colheita no momento ideal de maturação e ao correto armazenamento das sementes. Entretanto, o óleo apresentou uma viscosidade alta, sendo mais adequado para condições que exigem filmes lubrificantes robustos, como na usinagem de materiais pesados ou em transmissões de maquinário pesado.

Da mesma forma, as propriedades superiores da região da UFS resultaram em um melhor potencial lubrificante, com uma área de desgaste de 10,533 cm². Em comparação, o desgaste observado no pino lubrificado com o óleo da UEM teve uma área de 13,288 cm², e o da UERN obteve o desempenho mais baixo, com um desgaste de 21,201 cm². Esses resultados reforçam que provavelmente as sementes foram

coletadas assim que se tornaram maduras, com menor envelhecimento, e que houve maior cuidado no processo de extração e armazenagem.

Ao comparar os resultados do óleo da região da UFS com o óleo de pinhão-manso, conhecido pelo seu potencial como fluido de corte vegetal, notou-se que o óleo da moringa mostrou não apenas similaridades, mas também alguns índices superiores. Isso sugere um futuro promissor para o uso do óleo da moringa em aplicações semelhantes. Contudo, é importante destacar a relevância de realizar testes específicos para confirmar a funcionalidade desejada em cada caso, pois as propriedades únicas de cada tipo de óleo podem influenciar diferentemente suas aplicações práticas.

Após todas as análises foi possível concluir que a *Moringa oleifera* apresenta propriedades excelentes para a formulação de óleos biolubrificantes, podendo também ser transesterificado para melhor resistência a oxidação, redução de impurezas e até redução de viscosidade se necessário. Especificamente, as sementes provindas da UFS destacaram-se por seu desempenho superior, contribuindo para maior durabilidade das ferramentas e redução do desgaste das peças lubrificadas com esse óleo. No entanto, para a produção de óleo com maior produtividade, é fundamental adotar práticas agrícolas adequadas, incluindo análise do solo, fertilização e podas. Além disso, para obter um óleo de qualidade superior, é essencial assegurar boas condições de armazenamento da semente e, posteriormente, do próprio óleo. É recomendável armazenar o óleo em recipientes hermeticamente fechados, longe da luz direta, em um ambiente com temperatura controlada e, idealmente, em atmosfera inerte para minimizar a exposição ao oxigênio do ar. A proteção contra o calor e a adoção de cuidados meticulosos durante o processo de extração são fatores indispensáveis para garantir a alta qualidade do óleo produzido.

Por apresentar alto potencial lubrificante, o óleo estudado pode ser direcionado para a produção de fluido de usinagem, desde que faça parte de uma emulsão com tensoativos. Estes não só conferem mais estabilidade, mas também ajudam a melhorar a capacidade de penetração do fluido, facilitando a dissipação de calor. Para otimizar ainda mais a formulação, é possível combinar este óleo com outros, escolhidos com base em objetivos específicos e assegurando compatibilidade entre eles. Adicionalmente, a emulsão pode ser enriquecida com antioxidantes e inibidores de corrosão, aumentando a vida útil das ferramentas e protegendo as superfícies metálicas trabalhadas.

Em vista dos resultados alcançados, sugere-se a realização de estudos futuros focados na biodegradabilidade dos óleos de *Moringa oleifera*, para que haja conformidade com as normativas estabelecidas pela ANP no Brasil. Conforme regulamentação da ANP, um lubrificante é considerado biodegradável se atender aos critérios das normas ASTM D5864, OECD 301 e ISO 9439, demonstrando uma degradação biológica final de pelo menos 60% em até 28 dias. A análise da biodegradabilidade dos óleos de moringa, conforme essas diretrizes, não apenas alinharia as pesquisas às exigências regulatórias, mas também forneceria informações sobre o impacto ambiental desses lubrificantes.

Por fim, para além das considerações de natureza técnica, é imprescindível realizar uma avaliação da viabilidade econômica do uso do óleo da *Moringa oleifera* em aplicações como fluido lubrificante. Tal análise deve contemplar uma investigação detalhada dos custos envolvidos na aquisição e no processamento do referido óleo, garantindo que sua implementação seja não apenas tecnicamente eficaz, mas também economicamente sustentável.

REFERÊNCIAS

AGUILERA, D.; GARCÍA, S.; MORENO, K. et al. **Tribología verde**: efecto de los biolubrificantes y su impacto ecológico. *Elementos* 117, 2020, p. 9-14

AL JUHAIMI, F.; GHAFOR, K.; BABIKER, E. E.; MATTHÄUS, B.; ÖZCAN, M. M. The biochemical composition of the leaves and seeds meals of moringas pecies as non-conventional sources of nutrients. *Journal of Food Biochemistry*, 41(1), e12322. doi:10.1111/jfbc.12322, 2016.

ALMEIDA, F. N. C. de. **Estudo do processo de extração do óleo da Semente de *Moringa oleifera lam* visando a produção de biodiesel**. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Maringá, 2015. Disponível em: <http://repositorio.uem.br:8080/jspui/bitstream/1/3757/1/000222866.pdf>. Acesso em: 20 ago. 2023.

ALMEIDA, F. N. C.; BERNI, J.V.; MEDEIROS, J.F.; PASA, T.L.B; PEREIRA, N.C. **Estudo comparativo da composição química do óleo extraído por soxhlet e prensa, visando a produção de biodiesel**. In: I Congresso nacional de engenharia de petróleo, gás natural e biocombustíveis, 2015, Campina Grande-PB. III Workshop De Engenharia De Petróleo, 2015.

ANP. Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Biolubrificantes. **Boletim de Biocombustíveis e Qualidade de produtos 2021**, Brasil, ed. 1, p. 20-23, 2021. Disponível em: <https://www.gov.br/anp/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/boletins-anp/boletim-de-biocombustiveis-e-qualidade-de-produtos>. Acesso em: 26 out. 2023

ANP. Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Biolubrificantes. **Portaria anp nº 129, de 30.7.1999, dou 2.8.1999- republicada dou 30 de setembro de 1999**. Disponível em: <https://atosoficiais.com.br/anp/portaria-tecnica-n-129-1999-estabelece-o-regulamento-tecnico-anp-n%C2%BA-04-99-que-especifica-os-oleos-lubrificantes-basicos-de-origem-nacional-ou-importado-para-comercializacao-em-territorio-nacional?origin=instituicao>. Acesso em: 10 set. 2023

ANP. Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Biolubrificantes. **Resolução anp nº 911, de 18 de novembro de 2022 - dou de 23-11-2022** Disponível em <https://atosoficiais.com.br/anp/resolucao-n-911-2022-dispoe-sobre-as-especificacoes-dos-oleos-basicos-e-suas-regras-de-comercializacao?origin=instituicao>. Acesso em: 10 set. 2023

ANTONIASSI, R.; ARRIEL, N. H.; GONÇALVES, E. B.; FREITAS, S. C.; ZANOTTO, D. L.; BIZZO, H. R. **Influência das condições de cultivo na composição da semente e do óleo de gergelim**. *Revista Ceres*, v. 60, n. 3, jun. 2013. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rceres/a/GwQzDS6rKxswq5cw4nCrC4K/?lang=pt#>. Acesso em: 10/09/2021

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução nº 270 de 22 de

setembro de 2005. **Regulamento Técnico para Óleos Vegetais, Gorduras Vegetais e Creme Vegetal**. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 23 de setembro de 2005.

ANWAR, Farooq; ASHRAF, M.; BHANGER, M. I.; Interprovenance variation in the composition of *Moringa Oleifera* oilseeds from Pakistan. **Journal of the American Oil Chemists Society** 82, M.I., 2005. p. 45–51

ANWAR, Farooq, BHANGER, Muhamaad. I. Analytical Characterization of *Moringa Oleifera* Seed Oil Grown in Temperate Regions of Pakistan. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 51(22), 2003. doi:10.1021/jf0209894.

ANWAR, F.; LATIF, S.; ASHRAF, M.; GILANI, A.H. *Moringa oleifera*: A food plant with multiple medicinal uses. *Phytother. Res.* 2007, 21, 17–25.

ANWAR, Farooq; RASHID, Umer. **Physico-chemical characteristics of moringa oleifera seeds and seed oil from a wild provenance of pakistan**. Pakistan Journal of Botanic, Department of Chemistry, University of Agriculture, Faisalabad-38040, Pakistan, p. 1443-1453, 20 jul. 2007.

ANWAR, Farooq; ZAFAR, Syeda N.; RASHID, Umer. Characterization of *Moringa Oleifera* seed oil from drought and irrigated regions of Punjab, Pakistan. **Grasas Y Aceites**, v. 57, n. 2, p. 160-168, 2006. Disponível em: https://www.academia.edu/5528831/Characterization_of_Moringa_oleifera_seed_oil_from_drought_and_irrigated_regions_of_Punjab_Pakistan. Acesso em: 14 out. 2023.

AOCS - American Oil Chemists' Society. **Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society**. Champaign, IL. 1992

AOCS. American Oil Chemists' Society. **Official Methods and Recommended Practices of the AOCS**. 4th ed. Champaign, USA, AOCS, 2009. [AOCS Official Method Ce 1f-96]

AOCS. American Oil Chemists' Society. **Official Methods and Recommended Practices of the AOCS**. 4th ed. Champaign, USA, AOCS, 2009. [AOCS Official Method Cd 8b-90]

AQUINO, C. B. **Desenvolvimento de biolubrificantes a base de óleo de moringa**. Monografia. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2018.

AQUINO, L. P. **Extração do óleo da polpa de pequi (Caryocar brasiliense): influência das variáveis operacionais**. 2007. 95 f. Dissertação (Mestrado em Ciências do Alimento). Universidade Federal de Lavras, Lavras/MG, 2007.

ARAÚJO, J. M. A. **Química de alimentos: teoria e prática**. UFV, 4ª Ed. p.478, 2005.

ASHRAQ, M.; BASRA, S.M.A.; ASHFAQ, U. **Moringa: A miracle plant for agroforestry**. *J. Agric. Soc. Sci.* 2012, 8, Pg115–122.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 6023:** informação e documentação: referências: elaboração. Rio de Janeiro: ABNT, 2018. (Modelo de referência com pessoa jurídica).

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 11115:** Substâncias graxas - Determinação do índice de acidez, 1998.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 10448:** Insumos para couro - Substâncias graxas - Determinação do índice de saponificação, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15298:** Hidrocarbonetos Líquidos - Índice de refração de dispersão refrativa, 2005.

ASTM 445-12, **Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids** (and Calculation of Dynamic Viscosity). ASTM International, 1997.

AYERZA, Ricardo. **Seed yield components, oil content, and fatty acid composition of two cultivars of moringa (*Moringa oleifera* Lam.) growing in the Arid Chaco of Argentina**, Industrial Crops and Products. Volume 33, Issue 2, 2011, Pages 389-394, ISSN 0926-6690. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2010.11.003>. Acesso em: 25 set. 2023.

AZZAZ H. H., FARAHAT E. S.A., MORSY T. A., AZIZ H. A., HADHOUD F. I. e ABDALLA M. S. **Moringa oleifera and Echinacea purpurea as Supplements for Rhamani Lactating Ewe's Diets and Their Effect on Rumen Characteristics, Nutrients Digestibility, Blood Parameters, Milk Production, Composition and its Fatty Acid Profile**. Asian Journal of Animal and Veterinary Advances, 2016, 11: 684-692.

BACCAN, N.; ANDRADE, J.C.; GODINHO, O.E.S.. **Química Analítica Qualitativa Elementar**. Ed. Edgard Blucher, 3ª edição, 2003.

BARTHUS, R. C; Dissertação de Mestrado – **Aplicação de Métodos Quimiométricos para Análises de Controle de Qualidade de Óleos Vegetais Utilizando espectroscopias no Infravermelho e Raman**. UNICAMP, Campinas – S.P, 1999.

BAYER, R.G., **Mechanical Wear Prediction and Prevention**, Marcel Dekker, Inc., 1994, p. 290.

BLAU, Peter J. **Friction science and technology: from concepts to applications**. P. 51, CRC press, 2008.

BELMIRO, Pedro Nelson. **O mercado brasileiro de lubrificantes em 2021**. Lubes em foco, [s. l.], 19 jul. 2022. Disponível em: <https://portallubes.com.br/2022/07/mercado-brasileiro-de-lubrificantes-em-2021/>. Acesso em: 24 out. 2023

BELMIRO, Pedro Nelson. **O mercado brasileiro de lubrificantes em 2022**. Lubes em foco, [s. l.], 19 abr. 2023. Disponível em:

<https://portallubes.com.br/2023/04/mercado-brasileiro-de-lubrificantes-2022/>. Acesso em: 24 out. 2023

BITU, S.G. **Biodiesel de *Moringa oleifera* Lam e seus Ecodieseis: Análise da eficiência no processo de armazenagem**. 2018. 46 p. Tese (Mestrado em sistemas agroindustriais) - Universidade Federal de Campina Grande, [S. l.], 2018. Disponível em:

<http://dspace.sti.ufcg.edu.br:8080/jspui/bitstream/riufcg/2201/3/SAMUEL%20GUEDES%20BITU%20%E2%80%93%20DISSERTA%C3%87%C3%83O%20PPGSA%20PROFISSIONAL%202018.pdf>. Acesso em: 1 nov. 2023.

BLIGH, E.G.; DYER, W.J.; **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**, Vol 37, 911, 1959.

BOA SORTE, Rafael T. **Influência do fluido de corte na usinagem de polímeros**. 59 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso de Engenharia Mecânica) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2020.

BONDIOLI, P., DELLA BELLA, L., MANGLAVITI, A. “**Synthesis of Biolubricants with High Viscosity and High Oxidation Stability**”, OCL, v. 10, p. 150-154, 2003.

CAMARGO, M.B.P.; JÚNIOR, M.J.; ALFONSI, R.R.; ORTOLANI, A.A.; BRUNINI, O. **Probabilidade de ocorrência de temperaturas mínimas absolutas mensais e anuais no Estado de São Paulo**. *Bragantia* 52(2):161-168, 1993.

CARVALHO, G. C. **Composição de ácidos graxos em óleos vegetais obtida por cromatografia gasosa e sua correlação com propriedades térmicas, reológicas, espectroscópicas e outras propriedades físico-químicas**. 2019. 144 p. Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte -, Natal, 2019. Disponível em:

https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/28085/1/Composi%C3%A7%C3%A3o%20%C3%A1cidosgraxos_Carvalho_2019.pdf. Acesso em: 30 out. 2023.

CASTRO, M.D. Luque de; GARCÍA-AYUSO, L.E. **Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future**. *Analytica Chimica Acta*, v.369, n.1/2, p.1-10, 1998, [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(98\)00233-5](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(98)00233-5)

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. Editora da UNICAMP: 2º Ed. rev.- Campinas, SP, editora da UNICAMP, 2003. 207p.

CHLUM, B.; HANSON, K; LINDSDAY, S; PASCOE, B. **Multi-Function Tribometer Design**. 2010.

COSMACINI, E; VERONESI, V. A study of the tribological behaviour of perfluoropolyethers. **WEAR**, [s. l.], v. 108, p. 269 - 283, 1986.

CZICHOS, Horst. “**Tribology: a systems approach to the science and technology of friction, lubrication, and wear (Tribology series, 1)**”, Elsevier Science, 1978. 1st edition.

DALE, I. R., GREENWAY P. J. **Kenya trees and shrubs**. Buchanan's Kenya Estates, Ltd., Nairobi, and Hatchards, London, 1961.

DOMÍNGUEZ, Y. DÍAZ; GARCÍA, D. TABIO; MACIAS, M. RONDÓN; FERNÁNDEZ, E. SANTANA; RODRÍGUEZ, S. MUÑOZ; MARTÍNEZ, J.M. AMENEIROS; RODRÍGUEZ, R. PILOTO. **Extraction and characterization of *Moringa oleifera* Lam var. Supergenius seed oil from Cuba**. Rev. CENIC Cienc. Quím. 2017, 48, 017–026.

FERNANDES, David. **Utilização de derivados de *Moringa Oleifera* Lam para produção de biodiesel e obtenção de aditivos antioxidantes**. 125 p. Tese de Doutorado (Química) - Instituto de Química, Uberlândia, 2015. Disponível em: <https://repositorio.ufu.br/bitstream/123456789/17531/1/UtilizacaoDerivadosMoringa.pdf>. Acesso em: 22 set. 2023.

FOLCH, J.; LEES, M.; STANLEY, G. H. S.; **Journal of Biological Chemistry**. Vol 226, 497-509, 1957.

FRIGHETTO, R.T.S.; FRIGHETTO, N.; SCHNEIDER, R.P.; LIMA, P.C.F. O potencial da espécie *Moringa oleifera* (*Moringaceae*).I. A planta como fonte de coagulante natural no saneamento de águas e como suplemento alimentar. **Revista Fito**, v. 3, n. 2, p. 78-88, 2007

GAHR, H.K Z. **Microstructure and Wear of Materials** Elsevier Science Publishers, 1th. Ed. 1987.

GELLER, D.P.; GOODRUM, J.W. Rheology of Vegetable Analogs and Triglycerides. **Journal American Oil Chemist's Society**. v.77, p. 111-114, 2000

GIMENIS, JM. **Avaliação da atividade antioxidante, fotoprotetora e antiglicante dos extratos das folhas e flores de *moringa oleifera***. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Ciências e Letras de Assis. Universidade Estadual Paulista. CDD 581.634. 60 f. : il. Assis, 2015.

GOMES, Amanda; DUTRA, Mariana; GUTIERREZ, Alfredo; JORNADA CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DO IFSULDEMINAS, 11., 2019, Minas Gerais. **Extração de óleo de semente de moringa por prensagem**. Minas Gerais, 2019. 4 p. Disponível em: <https://memoriajornada.ifsuldeminas.edu.br/index.php/jcinc1/jcinc1/paper/viewFile/5307/4024>. Acesso em: 22 set. 2023.

GONÇALVES, J. F. S. **Proposição de método de desenvolvimento de fluido de corte de base vegetal**. Tese de doutorado – Instituto tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos. 2013.

GRAY, J. I. **Measurement of Lipid Oxidation: A Review**. Journal of the American Oil Chemists' Society, v.55, p. 539-546, 1978.

HASSAN, Barakat; GALAL A., Ghazal. Physicochemical Properties of *Moringaoleifera* Seeds and Their Edible Oil Cultivated at Different Regions in Egypt.

Food and Nutrition Sciences, 2016, n. 7, p. 472-484, 10 nov. 2023. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.4236/fns.2016.76049>. Acesso em: 28.out. 2023

HAYNES, W. M. **CRC Handbook of Chemistry and Physics: A Ready-Reference Book of Chemical and Physical Data**. 95. ed. Nova Iorque: [s. n.], 2014. 2666 p. Disponível em: https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/4557662/mod_resource/content/1/CRC%20Handbook%20of%20Chemistry%20and%20Physics%2095th%20Edition.pdf. Acesso em: 25 set. 2023.

HOLMBERG, Kenneth; ERDEMIR, Ali. Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions. **Friction**, v. 5, n. 3, p. 263-284, 2017

HONARY, L. A. T. **Biolubricants: A global Overview**, AOCs Inform, 2009, v. 20 (4), p. 256-259.

HONÓRIO, I. R. **Viabilidade Econômica da Produção de *Moringa Oleifera* em Sistemas Agroflorestais: Observações Técnicas e Simulação Econômica**. 2019. 64 p. Monografia (Bacharelado em Engenharia Florestal) - Universidade de Brasília, [S. l.], 2019.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. 2. ed. Oxford: Elsevier B. V., 2017.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. London: Edward Arnold; 1992.

IAL - Instituto Adolfo Lutz (São Paulo). **Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos** /coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea - São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, p. 1020, 2008.

IQBAL, Shahid; BHANGER, M.I. Effect of season and production location on antioxidant activity of *Moringa Oleifera* leaves grown in Pakistan. **Journal of Food Composition and Analysis**, [S. l.], v. 19, p. 544-551, 12 maio 2005.

JAYADAS, N. H., K. PRABHAKARAN, N. **Coconut oil as base oil for industrial lubricants-Evaluation and modification of thermal, oxidative and low temperature properties**. *Tribology International* 39. 873–878, 2006

JOAQUIM, Celso Ricardo de Oliveira. **Verificação do comportamento da lubrificidade do óleo diesel veicular com adição de etanol**. 2007. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007. Disponível em: <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3151/tde-02042008-104857/>. Acesso em: 28 out. 2023.

JUNIOR, Jose J.B. **Análise do desgaste do contato seco/lubrificado entre metais**. 33 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2019. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/43019/1/TCC%20JURANDIR%20VERSO%20FINAL.pdf>. Acesso em: 21 set. 2023.

KIPPER, Aylla. Entrevista Óleo Certo. *In*: PAULA, Andressa de. **Mercado e qualidade**, 19 jul. 2023. Disponível em: <https://oleocerto.com/mercado-e-qualidade/com-mais-de-227-milhoes-de-litros-de-oluc-rerrefinados-em-2022-lwart-solucoes-ambientais-se-destaca-no-gerenciamento-de-residuos-e-logistica-reversa/>. Acesso em: 24 out. 2023.

KLEIMAN, Robert; ASHLEY, David A.; BROWN, James H. **Comparison of two seed oils used in cosmetics, moringa and marula, Industrial Crops and Products**, Volume 28, Issue 3, 2008, Pages 361-364, ISSN 0926-6690 Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2008.04.003>. Acesso em: 25 set. 2023.

KNOTHE, G., **Dependence of Biodiesel Fuel Properties on the Structure of Fatty Acid Alkyl Esters**. Fuel Processing Technology, v. 86, p. 1059-1070, 2005.

LALAS, S.; GORTZI, O.; TSAKNIS, J. **Frying stability of *Moringa stenopetala* seed oil**. Plants Food Hum. Nutr. 2006, 61, p 99–108

LALAS, S.; TSAKNIS, J. Characterization of *Moringa oleifera* seed oil variety “Periyakulam 1”. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 15, p. 65-77, 2002. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/222645849> **Characterization of Moringa oleifera Seed Oil Variety Periyakulam 1**. Acesso em 23 ago. 2023.

LEHNINGER, A.; NIELSON, D.L.; COX, M.M. **Bioquímica**. 3 ed. New York: Worth Publisher, 1995.

LI, H. **Ultrasound and Microwave Assisted Extraction of Soybean Oil**. 77 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia da Engenharia de Biosistemas). Universidade do Tennessee, Tennessee, 2002.

LIMA, Niedja Maria de. **Aplicação da *moringa oleifera* no tratamento de água com turbidez**. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento de Processos Ambientais) - Universidade Católica de Pernambuco, Nova Iorque, 2015. Disponível em: <http://tede2.unicap.br:8080/handle/tede/643>. Acesso em: 25 set. 2023.

LIMA, J.R.O; SILVA, R.B; SILVA, C.C.M.; SANTOS, L.S.S.; JUNIOR, J.R.S.; MOURA, E.M; MOURA, C.V.R. **Biodiesel de babaçu (*Orbignya sp.*) obtido por via etanólica**. Quím. Nova 30 , Universidade Federal do Piauí, 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/gc93HF8nDbqMmfCjXj9tg6M/>. Acesso em: 28 out. 2023.

LOPES, Ítala Kariny Barroso. **Avaliação físico-química dos óleos e gorduras e seus efeitos na ingestão in vivo**. Tese (Mestrado em Química Orgânica) – Universidade dos Vales do Jequetinhonha e Mucuri, Diamantina – Minas Gerais. 2015.

LORENZI, H., & MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil: nativas e exóticas cultivadas**. *In Medicina*, 2002.

LUCENA, A.L.M. **Potencialidades da moringa oleífera lam. no semiárido nordestino brasileiro: uma revisão.** 2021. 44 p. Tese (Bacharelado em Engenharia Agrônômica) - Universidade Federal da Paraíba, [S. I.], 2021. Disponível em: https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/123456789/21106?locale=pt_BR. Acesso em: 28 out. 2023.

LUTIF, S. Y. S.; SOUZA, M. C.; GONÇALVES, J. F. DE S.; CARDOSO, K. P.; GOMES, J. DE O. **Comportamento do óleo de moringa em análises de lubrificação utilizando tribometro Reichert Test.** Revista Tecnológica, p. 257-264, 17 maio 2015.

MANCINI FILHO, J. **Implicações nutricionais dos ácidos graxos trans.** Óleos e Grãos ANO VII nº 31, p. 45-46. 1996

MARINS, Cristiano S.; SOUZA, D. O.; BARROS, M. S. **O uso do método de análise hierárquica (AHP) na tomada de decisões gerenciais – um estudo de caso.** XLI SBPO 2009, [S. I.], p. 1778-1788, 9 out. 2009. Disponível em: <http://www2.ic.uff.br/~emitacc/AMD/Artigo%204.pdf>. Acesso em: 26 nov. 2023.

MARQUES, J. P.; SILVA, B. L. SOUZA, D. R.; PELEGRINI, B. L.; FERREIRA, I. C. P. **Obtenção e Caracterização do Óleo das Amêndoas de Moringa Oleífera L.** 24º Encontro Nacional de Iniciação Científica, 2015.

MARTIN, F. W. RUBERT, R. M. **Edible leaves of the Tropics.** U.S. Agency for Internat. Develop. and Agr. Res. Service, U.S. Dept. of Agr., Mayaguez, Puerto Rico, 1975.

MARU, M.M. **Estudo do desgaste e atrito de um par metálico sob deslizamento lubrificado.** 2003. Tese (Doutorado em engenharia mecânica) - Escola Politécnica, São Paulo, 2003. Disponível em: <https://doi.org/10.11606/T.3.2003.tde-07052003-130638>. Acesso em: 18 out. 2023.

MARTINS, C. R.; LOPES, W. A.; DE ANDRADE, J.B. **Solubilidade das substâncias orgânicas.** Quim. Nova, v. 36, n. 8, p. 1248-1255, 2013. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422013000800026>.

MARTINS, V.; SCHAEFFER, L. 2009. **Avaliação do lubrificante através do ensaio do anel da liga de alumínio AA6051 e o aço SAE 8640.** In: CONGRESSO DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE MATERIAIS, 64, Belo Horizonte, 2009. Belo Horizonte, p. 44-63.

MELAKU, Y., ARNOLD, N., SCHMIDT, J., & DAGNE, E. Analysis of the husk and kernel of the seeds of *Moringa stenopetala*. **Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia.** 31(1), 107-113. doi:10.4314/bcse.v31i1.9, 2017.

MELO, Maria Andrea Mendes Formiga. **Avaliação das propriedades de óleos vegetais visando a produção de biodiesel.** Tese (mestrado em química) – Universidade Federal da Paraíba – Centro de Ciências Exatas e da Natureza. João Pessoa, 2010.

MORETTO, E.; FETT, R. **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**. São Paulo: Varela, 1998. 150p.

MORIM, Pedro truppel. **Projeto de um tribômetro disco-disco para ensaios de lubrificantes**. Trabalho de conclusão de curso (Superior- engenharia mecânica) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, [S. l.], 2018.

MORTON, J. F. The horseradish tree, *Moringa pterygosperma Moringaceae* -A boon to Arid Lands? **Economic Botany**, 45(3), 1991. <https://doi.org/10.1007/BF02887070>

MOSER, B.R. **Biodiesel production, properties, and feedstocks**. In Vitro Cell. Dev. Biol. – Plant. 45. 229–266. 2009.

MOURAD, Anna Lúcia. **Principais culturas para obtenção de óleos vegetais combustíveis no Brasil**. In: Encontro de energia no meio rural, 6., 2006, Campinas. Proceedings online. Disponível em: http://www.proceedings.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=MSC0000000022006000200029&lng=en&nrm=abn. Acesso em: 04 Nov. 2023.

MUTHUSWAMY, S. **The culture of drumstick (*Moringa pterygosperma* (Gaertn.) syn. *Moringa oleifera*. Lam.) in South India**. South Indian Hort. 2: 18-21, 1954.

NEALE, Michael J. **The Tribology Handbook**. 2. ed. [S.l.]: Butterworth-Heinemann, 1995.

NOUMAN, W.; BASRA, S.M.A.; SIDDIQUI, M.T.; YASMEEN, A.; GULL, T.; ALCAYDE, M.A.C. **Potential of *Moringa oleifera* L. as livestock fodder crop: A review**. Turk. J. Agric. For. 2014, 38, 1–14.

O'BRIEN, R.D. **Fats and oils: formulating and processing for applications**. 2 ed. Flórida: CRC Press, 2003, 592p. <https://doi.org/10.1201/9780203483664>

OLIVEIRA, P. V. C. de; OLIVEIRA, P. V. C. de; RODRIGUES, S. C.; MELO, A. M. P. de; LIMA, R. N. da S.; NETO, C. O. de A.; NOGUEIRA, H. C. Utilization of oil *moringa oleiferous* in animal feed. **Brazilian Journal of Development**, 6(7), 53881–53893. 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.34117/bjdv6n7-872>. Acesso em: 25 set. 2023.

OLSON, M. E. **Combining data from DNA sequences and morphology for a phylogeny of *Moringaceae* (*Brassicales*)**. *Systematic Botany*, 27(1). 2002.

PATEL, V.R.; DUMANCAS, G.G.; VISWANATH, L.C.K.; MAPLES, R.; SUBONG BJJ (2016). **Castor Oil: Properties, Uses, and Optimization of Processing Parameters in Commercial Production**. Lipid Insights, 2016, pg 1-12.

PEREIRA, Francisco S. G. **Viabilidade sustentável de biomassas de *Moringa oleifera* para produção de biodiesel e briquetes**. 2015. 141 p. Tese de Doutorado (Química) - Instituto de Química, Recife, 2015. Disponível em: <https://repositorio.ufpe.br/bitstream/123456789/15071/1/TESE%20DQF%20DEZ%202015%20S%c3%81VIO%20VERS%20FINAL.pdf>. Acesso em: 25 set. 2023.

PETER, K. V. **Drumstick--A rare Indian tree**. Indian Farmers Digest 11: 12, 1978.

PIPOLO, A. E.; HUNGRIA, M.; FRANCHINI, J. C.; BALBINOT JUNIOR, A. A.; DEBIASI, H.; MANDARINO, J. M. G. **Teores de óleo e proteína em soja: fatores envolvidos e qualidade para a indústria**. Londrina: Embrapa Soja, 2015. 14 p. (Embrapa Soja. Comunicado técnico, 86). Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/130450/1/comunicado-tecnico--86OL.pdf>. Acesso em: 30 nov. 2018.

QUISUMBING, E. **Medicinal plants of the Philippines**. Tech. Bull. 16. Philippine Dept. Agr. & Nat. Res. Manila, 1951.

RADI, P. A.; SANTOS, L. V.; BONETTI, L. F.; TRAVA-AIROLDI, V. J. **“Tribologia, Conceitos e Aplicações”**. Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, São Paulo, Brasil. 2007.

RAMACHANDRAN, Peter; GOPALAKRISHNAN, P.K. **Drumstick (*Moringa oleifera*) a multipurpose Indian vegetable**. 1980. Econ. Bot. 34 (3), p 276–283. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/BF02858648>. Acesso em: 16 set. 2023

RAMADHAS , A.S.; JAYARAJ S.; MURALEEDHARAN C. **Biodiesel production from high FFA rubber seed oil**, Fuel, Volume 84, Issue 4, 2005. Pages 335-340. ISSN 0016-2361. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2004.09.016>.

RAMOS, L. P.; DA SILVA, F. R.; MANGRICH, A. S.; CORDEIRO, C. S. **Tecnologias de produção de biodiesel**. Revista virtual de química, v. 3, n. 5, p. 385-405, 2011.

RANGEL, Maria Salete A. ***Moringa Oleifera*: uma planta de uso múltiplo**. Embrapa Tabuleiros Costeiros-Circular Técnica (INFOTECA-E), 1999.

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

REDA, S. Y. **Estudo Comparativo de Óleos Vegetais Submetidos a Estresse Térmico**. Dissertação (Avaliação tecnológica de matérias primas). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2004. 153p.

RICHARDSON, J. F.; HARKER, J. H.; BACKHURST, J. R. Leaching. *In*: CHEMICAL ENGINEERING: **Particle Technology and Separation Processes**. 5. ed. [S. l.]: Elsevier Ltd., 2002. v. 2, cap. 10, p. 502-541. Disponível em: https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/5464081/mod_book/chapter/23386/Particle%20Technology%20and%20Separation%20Processes%20-%20Richardson-Harker-Backhurst.pdf. Acesso em: 11 set. 2023.

ROCCO, C., DUTRA, C. dos S. D., OLIVEIRA, F., JACINTHO, G., FRANÇA, M. da C., QUINTINO, M. do S. Q., MELO, M., & FERREIRA, V. **Relatório Técnico N° 2/2016/SBQ/CPT – DF**. Panorama dos Óleos Básicos no Brasil, 2016.

ROSHETKO, J.M.; PURNOMOSIDHI, P.; SABASTIAN, G.; DAHLIA, L.; MAHRIZAL, M.; MULYOUTAMI, E.; PERDANA, A.; MEGAWATI, M.; RIYANDOKO, R.; MAULANA, H.T.; **et al. Ethnobotanical use and commercial potential of *Moringa oleifera* in Indonesia: An underused and under-recognized species.** *Acta Hortic.* 2017, 1158, p 349–356

SAATY, T. L. Analytic hierarchy process. Planning, priority setting, resource allocation. 1991

SAATY, T. L **How to make a decision: The analytic hierarchy process**, *European Journal of Operational Research*, Volume 48, Issue 1, 1990, Pages 9-26, ISSN 0377-2217. [https://doi.org/10.1016/0377-2217\(90\)90057-l](https://doi.org/10.1016/0377-2217(90)90057-l).

SALE, F.A.; ATTAH, E.S.; YAHAYA, P. **Influence of soil locations and watering regimes on early growth of *Moringa oleifera* Lam.** *Int. J. Appl. Sci. Technol.* 2015, 5, pages 80–87.

SANDERS, T.H. Peanut Triacylglycerols: Effect of Season and Production Location. **Journal of the American Oil Chemists Society** 59 (8), 1982. p 346–349.

SANTANA, C. R.; PEREIRA, D. F.; SOUSA, S. C. S. N.; CAVALCANTI, E. B.; SILVA, G.F. Evaluation of the Process of Coagulation / Flocculation of Produced Water Using *Moringa oleifera* Lam. as Natural Coagulant. **Brazilian Journal of Petroleum and Gas**, v.4, n.3, p.111-117, 2010.

SANTOS, A.F.S; LUZ, L.A.; ARGOLO, A.C.C.; TEIXEIRA, J.A; PAIVA, P.M.G; COELHO, L.C.B.B. **Isolation of a seed coagulant *Moringa oleifera* lectin. Process.** *Biochen.* 44, 504 – 508. Publicado em 2009.

SCHNEIDER, F.H. *Fettwissenschaft. Fette Seifen Anstrichmittel*, v.80, n.1, p.16-23, 1980.

SANTOS, Walter da Silva. **Refração, as velocidades da luz e metamateriais.** 110 p. Dissertação de Mestrado (Ensino de Física) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011. Disponível em: http://pef.if.ufrj.br/producao_academica/dissertacoes/2011_Walter_Santos/dissertacao_Walter_Santos.pdf. Acesso em: 29 set. 2023.

SCHNEIDER, R. C. S. **Extração, caracterização e transformação do óleo de rícino.** Tese (Doutorado em Química). Departamento de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2003.

SEIFU, E. Physicochemical properties of *Moringa stenopetala* (*Haleko*) Seeds. **Journal of Biological Sciences**, 12(3). <https://doi.org/10.3923/jbs.2012.197.201> 2012.

SELLA, A. **Classic Kit: Soxhlet Extractor.** Royal Society of Chemistry. University College London, 2007.

SENGUPTA, A., GUPTA, M.P. **Studies on seed fat composition of Moringaceae family.** *Fette, Seifen, Anstrichm* 72, 1970, p 6–10.

SHINZATO, M.c.; HYPOLITO, R.; BARBIERI, A. j.; CARVALHO, F. m. s. Alteração experimental de rochas carbonáticas, caverna das perólas, iporanga (SP. **Revista do Instituto Geológico**, São Paulo, ed. 31, p. 25, 2010. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/272113273_Alteracao_experimental_de_rochas_carbonaticas_Caverna_das_Perolas_Iporanga_SP. Acesso em: 2 nov. 2023.

SILVA, Claudio Pereira da. Perspectivas para o mercado de lubrificantes industriais. In: LUBEKEM. **Petróleo e Energia**. 1. ed. [S. l.], 2018. Disponível em: <https://www.petroleoenergia.com.br/perspectivas-para-o-mercado-de-lubrificantes-industriais/>. Acesso em: 26 out. 2023.

SILVA, F. A. M.; BORGES, M. F. M.; FERREIRA, M. A. **Métodos para Avaliação do Grau de Oxidação Lipídica e da Capacidade Antioxidante**. Química Nova, 1999, v. 22, n. 1, p. 94-103.

SILVA, Genésio. **Análise de desempenho do óleo de tungue para o desenvolvimento de um fluido de corte**. 157 p. Dissertação de Mestrado (Engenharia Mecânica) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Cornélio Procópio, 2017. Disponível em: http://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/4532/1/CP_PPGEM_M_Silva%2c%20Gen%3%a9sio%20Lopes%20da_2017.pdf. Acesso em: 21 set. 2023.

SILVA, Jhosianna P.V.; SERRA, Tatiana M.; GOSSMANN, Marcelo; WOLF, Carlos R.; MENEGHETTI, Mario R.; MENEGHETTI, Simoni M.P. **Moringa Oleifera oil: Studies of characterization and biodiesel production**, Biomass and Bioenergy, Vol 34, Issue 10, 2010, Pages 1527-1530, ISSN 0961-9534, <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2010.04.002>

SILVA, L.R.; OLIVEIRA, F.A.; BARBOSA, E.J.A.; MORAIS, H.L.O.; CALADO, CR.; BRAGA, C.; BICALHO, I.S. **Estudo da utilização de óleos vegetais e integral como fluido de corte no processo de retificação**. Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 2014, São Paulo. p.101-107. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/330919015_ESTUDO_DA_UTILIZACAO_D_E_OLEOS_VEGETAIS_E_INTEGRAL_COMO_FLUIDO_DE_CORTE_NO_PROCESO_DE_RETIFICACAO. Acesso em: 17 out. 2023.

SILVA, M.O. **Caracterização física e química da semente de Moringa oleifera e estudo do processo de obtenção de óleo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Maringá, 2013, 50 f. Disponível em: https://sucupira.capes.gov.br/sucupira/public/consultas/coleta/trabalhoConclusao/viewTrabalhoConclusao.jsf?popup=true&id_trabalho=152346 Acesso em: 20 out. 2023.

SILVA, M.O.; BAPTISTA, A. T. A.; COLDEBELLA, P.F.; VIEIRA, M.F.; BERGAMASCO, R; VIEIRA, A.M.S. **XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química**, 2014, Florianópolis. Estudo do processo de extração do óleo de *Moringa oleifera* lam utilizando ultrassom [...]. Maringá: [s. n.], 2014. 8 p. Disponível em:

<http://pdf.blucher.com.br.s3.amazonaws.com/chemicalengineeringproceedings/cobeq2014/1121-20879-144761.pdf>. Acesso em: 22 set. 2023.

SILVA, M. S. **Desenvolvimento de novos biolubrificantes hidráulicos derivados dos óleos de maracujá e de moringa in natura e epoxidados**. Tese de Doutorado em Engenharia Química. Universidade Federal do Rio Grande Do Norte, 2015.

SILVA, P.C.G.; VASCONCELOS, V.M.; VIEIRA, A.C.; OLEIVEIRA, R.P.S.; SILVA, G.F. **Estudo da eficiência de extração de óleo de semente de *Moringa oleifera* Lam por diferentes solventes**, In: Encontro Nacional de Moringa, 2009, Aracaju Sergipe, Anais.

SINGH, Jaswant, BARGALE, P.C. Development of a small capacity double stage compression screw press for oil expression, **Journal of Food Engineering**, Volume 43, Issue 2, 2000, Pages 75-82, ISSN 0260-8774, [https://doi.org/10.1016/S0260-8774\(99\)00134-X](https://doi.org/10.1016/S0260-8774(99)00134-X).

SOUZA, G.K. **Extração e obtenção de ésteres etílicos por reação de esterificação a partir do óleo de macaúba**. 2014. Dissertação (Mestrado em Bioenergia). Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2014.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Experimental Methods In Tribology**, Tribology Series, 44. The Netherlands: Elsevier (2004)

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. 3.ed. EUA: Butterworth Heinemann, 2001.

STADTLANDER, T.; BECKER, K. **Proximate composition, amino and fatty acid profiles and element compositions of four different Moringa species**. Journal of Agricultural Science. Sci. 2017, 9, 46–57. Disponível em: <https://www.ccsenet.org/journal/index.php/jas/article/view/67044>. Acesso em: 27 set. 2023.

STARLING, Maria F. R. **Desenvolvimento de biolubrificantes a partir dos óleos de pinhão-mansão, macaúba e mamona**. 2016. 130 p. Dissertação de Mestrado (Química – Físico-Química) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016. Disponível em: https://repositorio.ufmg.br/bitstream/1843/SFSA-AXHPSZ/1/maria_fl_via_rodrigues_starling___disserta___o_vers_o_corrigida_30mar_2016.pdf. Acesso em: 27 set. 2023.

STOETERAU, Rodrigo Lima. **Tribologia EMC5315**. [S. l.: s. n.], 2004.

SUNDARARAJ, J. S.; MUTHUSWAMY, S.; SHANMUGAVELU, K. G.; BALAKRISHNAN; R.. **A Guide on Horticulture**. 2nd ed. Velan Pathippagam, Coimbatore. pp. 261-262, 1970.

TANDY, D. C. Oilseed extraction. In: WAN, P. J. **Introduction to fats and oils technology**. Champaign, Illinois: American Oil Chemists' Society, 1991.

TASFAYE, E. B.; ANIMUT, G. M.; URGE, M.L.; DESSIE, T.A. **Cassava root chips and *Moringa oleifera* leaf meal as alternative feed ingredients in layer ration.** Journal Applied Poultry Research, v. 23, n. 4, 2014.

TERRA, G. J.A. **Tropical vegetables:** vegetable growing in the Tropics and Subtropics, especially of indigenous vegetables. (Comm. 54e). Royal Trop. Inst. & Neth. Org. for Internat. Assist., Amsterdam, Netherlands, 1966.

THURBER, M.D.; FAHEY, J.W. **Adoption of *Moringa oleifera* to combat under-nutrition viewed through the lens of the “diffusion of innovations” theory.** Ecol. Food Nutr. 2009, 48, 212–225.

TSAKNIS, J. **Characterization of *Moringa peregrina* Arabia seed oil.** Grasas Aceites 1998, 49, 170–176.

TSAKNIS J, LALAS S, GERGIS V, DOURTOGLOU V, SPILIOTIS V. **Characterization of *Moringa oleifera* variety Mbololo seed oil of Kenya.** J. Agric. Food Chem. 1999. 47: 4495-4499.

TSAKNIS, J; LALAS, S; GERGIS, V; SPILIOTIS, V. A total characterisation of *Moringa oleifera* Malawi seed oil. **La rivista italiana delle sostanze grasse**, [S. I.], v. LXXV, p. 21-27, 1998. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/284100339_A_total_characterisation_of_Moringa_oleifera_Malawi_seed_oil. Acesso em: 25 out. 2023.

UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE. Foreign Agricultural Service 2023/24 U.S. **Soybean production decline curtails exports while crush remains strong.** Oilseeds: World Markets and Trade, United States, n. 1, Jul. 2023. Disponível em: <https://downloads.usda.library.cornell.edu/usda-esmis/files/tx31qh68h/1n79jm322/jq087122j/oilseeds.pdf>. Acesso em: 1 set. 2023.

VIANNI, Romeu; BRAZ-FILHO, Raimundo. ácidos graxos naturais: importância e ocorrência em alimentos. **Química Nova**, [s. l.], v. 19, p. 400-407, 12 dez. 1995.

VIEIRA, G.H. **Análise e comparação dos métodos de decisão multicritério AHP Clássico e Multiplicativo**, Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, 2006.

VILASECA, Mercè; LÓPEZ-GRIMAU V.; GUTIÉRREZ-BOUZÁN C. **Valorization of Waste Obtained from Oil Extraction in *Moringa oleifera* Seeds: Coagulation of Reactive Dyes in Textile Effluents.** Materials 7, 2014, no. 9: 6569-6584. <https://doi.org/10.3390/ma7096569>

VILLAFUERTE, L. R., VILLAFUERTE-ABONAL, L., 2009. **Data taken from the Forestry Agency of Japan in *Moringa*.** Malunggay Phillippines, Apples of Gold Publishing, Singapore. 240p.

WANG, T.; BRIGGS, J.L. Rheological and thermal properties of Soybean oils with modified FA compositions. **Journal of the American Oil Chemists' Society.** v.77,

n.8, p.831-836, 2002.

WELLER, D. E.; PEREZ, J. M. **A study of the effect of chemical structure on friction and wear: Part 2 – Vegetable oils and Esters.** Journal of the society of tribologists and lubrication engineers, 2010, pg 20-25.

WOODS, S. Going Green. **Cutting Tool Engineering**, v.57, n.2, p.48-51, 2005.

ZAGONEL, G. F.; RAMOS, L. P. **Produção de Biocombustível Alternativo ao Óleo Diesel Através da Transesterificação do Óleo de Soja Usado em Frituras.** Química Nova, v.23, n.4, p.531-537, 2000.

GAHR, Karl-Heinz zum. **Microstructure and wear of materials**, 1987. 202 p.
Disponível em:
https://books.google.com.br/books?id=qibApT7zNcYC&pg=PA1&hl=pt-BR&source=gbs_toc_r&cad=3#v=onepage&q&f=false. Acesso em 01 out.2023.

**ANEXO A – RESOLUÇÃO EM VIGOR: ANP Nº 911, DE 18 DE NOVEMBRO DE
2022 - DOU DE 23-11-2022**

CARACTERÍSTICA	UNIDADE	Óleo lubrificante básico				Método (1) <small>diminuir tabela</small>	
		Grupo I	Grupo II	Grupo III	Naftênico	ABNT NBR	ASTM/DIN/IP
Aparência	-	límpido e isento de impurezas	Visual				
Cor ASTM, máx.	-	especificar	especificar	especificar	especificar		D1500 D6045
Massa específica a 20°C	kg/m ³ ou kg/L	anotar	anotar	anotar	anotar	7148	D1298 D4052
Viscosidade sistemática a 40°C	cSt	anotar/ especificar (2)	anotar/ especificar (2)	anotar/ especificar (2)	anotar/ especificar (2)	10441	D445 D7042
Viscosidade sistemática a 100°C	cSt	anotar/ especificar (2)	anotar/ especificar (2)	anotar/ especificar (2)	anotar/ especificar (2)		
Índice de Viscosidade, min.	-	especificar	especificar	especificar	anotar	14358	D2270
Viscosidade CCS	cP, °C	valor típico (3,4)	valor típico (3,4)	valor típico (3,4)	-		D5293
Ponto de fulgor, min.	°C	especificar	especificar	especificar	especificar	11341	D92
Volatilidade - NOACK	% massa	valor típico (5,6)	valor típico (5,6)	valor típico (5,6)	-	14157	DIN 51581 D5800 B D5800 C
Ponto de Fluidez, máx.	°C	especificar	especificar	especificar	especificar	11349	D97 D5950 D6749 D7346
Índice de Acidez, máx.	mg KOH/g	especificar	especificar	especificar	especificar	14248	D974 D664
Corrosividade ao cobre, 3h a 100°C, máx.	-	especificar	especificar	especificar	especificar	14359	D130
Cinzas, máx.	% massa	especificar	especificar	especificar	especificar	14318	D524
Teor de enxofre, máx.	% massa	valor típico	especificar	especificar	-	14786 14533	D4951 D2622 D4294 D6481 D2622 D5185 D1552 D3120 D4927
Teor de saturados, mín.	% massa	valor típico	especificar	especificar	-	16470	D7419 D2007
Extrato em DMSO	% massa	valor típico	valor típico	valor típico	-		IP 346
Demulsibilidade	mL (min)	valor típico	valor típico	-	-	14172	D1401

**ANEXO B – PORTARIA ANTERIOR: ANP Nº 129, DE 30.7.1999, DOU 2.8.1999-
REPUBLICADA DOU 30 DE SETEMBRO DE 1999**

CARACTERÍSTICAS	NH 10	NH 20	NH 140	Métodos
Aparência	Límpido	Límpido	Límpido	Visual
Cor ASTM, máx.	1,0	1,0	2,5	ASTM D 1500
Viscosidade, cSt a 40° C	9 - 11	17 - 23	130 - 150	NBR 10441 ASTM D 445
Viscosidade, cSt a 100° C	anotar	anotar	anotar	NBR 10441 ASTM D 445
Índice de Viscosidade.	anotar	anotar	anotar	NBR 14358 ASTM D 2270
Corrosividade ao cobre, 3 h a 100° C, máx.	1	1	1	NBR 14359 ASTM D 130
Ponto de Fulgor, °C, mín.	144	158	210	NBR 11341 ASTM D 92
Ponto de Fluidez, °C, máx.	- 39	- 33	- 18	NBR 11349 ASTM D 97
Resíduo de Carbono Ramsbottom, % massa, máx.	0,10	0,10	0,15	NBR 14318 ASTM D 524
Índice de Acidez Total, mg KOH/g, máx.	0,05	0,05	0,05	NBR 14248 ASTM D 974
Cinzas, % massa, máx.	0,005	0,005	0,005	NBR 9842 ASTM D 482