



UNIVERSIDADE FEDERAL DA GRANDE DOURADOS
FACULDADE DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
QUÍMICA BACHARELADO



Marcos Willian Cavalcanti

**OBTENÇÃO DE ÁLCOOL ISOAMÍLICO A PARTIR DO PROCESSO
EVAPORATIVO DO ÓLEO FÚSEL**

Dourados
2018

Marcos Willian Cavalcanti – RGA 2011000204

**OBTENÇÃO DE ÁLCOOL ISOAMÍLICO A PARTIR DO PROCESSO
EVAPORATIVO DO ÓLEO FÚSEL**

Monografia apresentada ao curso de Química da
Universidade Federal da Grande Dourados, como
requisito parcial para obtenção do título de
Bacharel em Química.

Orientador: Prof Dr. Jaime Humberto Palacio
Revello

Dourados

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP).

C377o Cavalcanti, Marcos Willian

OBTENÇÃO DE ÁLCOOL ISOAMÍLICO A PARTIR DO PROCESSO
EVAPORATIVO DO ÓLEO FÚSEL / Marcos Willian Cavalcanti -- Dourados:
UFGD, 2018.

23f. : il. ; 30 cm.

Orientador: Jaime Humberto Palacio Revello

TCC (Graduação em Química)-Universidade Federal da Grande Dourados
Inclui bibliografia

1. Óleo Fúsel. 2. Álcool Isoamílico. 3. Purificação. I. Título.

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

©Direitos reservados. Permitido a reprodução parcial desde que citada a fonte.

Marcos Willian Cavalcanti – RGA 2011000204

**OBTENÇÃO DE ÁLCOOL ISOAMÍLICO A PARTIR DO PROCESSO
EVAPORATIVO DO ÓLEO FÚSEL**

Monografia apresentada ao curso de Química da
Universidade Federal da Grande Dourados, como
requisito parcial para obtenção do título de
Bacharel em Química.

Banca examinadora:

Prof. Dr. Jaime Humberto Palacio Revello (orientador)

Universidade Federal da Grande Dourados

Prof.(a) Dr. Daniele Mignolo dos Santos (examinadora)

Universidade Federal da Grande Dourados (UFGD)

Prof.(a) Dr. Claudia Andréia Lima Cardoso (examinadora)

Universidade Estadual do Mato Grosso do Sul (UEMS)

Dourados

2018

RESUMO

Este estudo descreve a importância dos biocombustíveis na economia brasileira, dando um enfoque principal na produção regional e na forma de obtenção do etanol proveniente da cana-de-açúcar, mostrando os produtos e subprodutos gerados, destacando principalmente o óleo fúsel que se tornou objeto deste estudo. Estudou-se um processo de purificação visando a separação do álcool isoamílico no óleo fúsel, que é o principal parâmetro formador do preço do óleo fúsel. Neste trabalho foram avaliadas duas rotas para a remoção de alguns compostos do óleo fúsel, a primeira conforme trabalhos encontrados na literatura, onde se faz a neutralização do óleo fúsel com hidróxido de sódio, seguido de um processo evaporativo, na temperatura de ebulição do álcool isoamílico e, a segunda rota, onde a amostra de óleo fúsel é submetida diretamente a evaporação na temperatura de ebulição do álcool isoamílico sem a previa neutralização. Em ambas as rotas foi avaliada a concentração de álcool isoamílico ao final da purificação. Os resultados obtidos neste trabalho serviram para discutir a melhor forma de condução do processo de purificação, mostrando que é possível obter através de processo evaporativo, quantidades significativas de álcool isoamílico na corrente de topo de um evaporador.

Palavras-chaves: Óleo fúsel; Álcool Isoamílico; Purificação.

ABSTRACT

This study describes the importance of biofuels in the Brazilian economy, giving a main focus on the regional production and the way ethanol is obtained from sugarcane, showing the products and by-products generated, highlighting mainly the fúsel oil that became the object of this study. A purification process was studied aiming the separation of the isoamílico alcohol in the fúsel oil, that is the main parameter formative of the fúsel oil price. In this work two routes were evaluated for the removal of some compounds of the fúsel oil, the first one according to works found in the literature, where the fúsel oil is neutralized with sodium hydroxide followed by an evaporative process at the boiling temperature of the isoamyl alcohol and the second route, where the fúsel oil sample is directly subjected to evaporation at the boiling temperature of the isoamyl alcohol without prior neutralization. In both routes the concentration of isoamyl alcohol at the end of the purification was evaluated. The results obtained in this work served to discuss the best way of conducting the purification process, showing that it is possible to obtain through the evaporative process, significant amounts of isoamyl alcohol in the top stream of an evaporator.

KEYWORDS: Fúsel oil; Isoamylic alcohol; Purification.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	8
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	10
3. MATERIAIS E MÉTODOS	11
3.1 Determinação da acidez da amostra de óleo fúsel	12
3.1 Neutralização da amostra de óleo fúsel	12
3.2 Identificação de grupos funcionais na amostra de óleo fúsel estudada	13
3.3 Ensaio de evaporação na temperatura de ebulição do álcool isoamílico	14
3.4 Determinação da concentração de álcool isoamílico na amostra estudada	15
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	16
4.1 Acidez da amostra de óleo fúsel	16
4.2 Neutralização da amostra de óleo fúsel	17
4.3 Identificação de grupos funcionais na amostra de óleo fúsel estudada	17
4.4 Ensaio de evaporação na temperatura de ebulição do álcool isoamílico	20
4.5 Concentração de álcool isoamílico nas amostras estudadas	21
5. CONCLUSÃO	22
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	23

LISTA DE SÍGLAS E ABREVIATURAS

FúselB ⁻	Óleo fúsel neutralizado com hidróxido de sódio
FúselA ⁺	Óleo fúsel <i>in natura</i> isento de neutralização
UNICA	União da Indústria de Cana-de-açúcar
ANP	Agência Nacional de Petróleo

1. INTRODUÇÃO

A cadeia de produção de biocombustíveis no Brasil é um exemplo mundial da viabilidade econômica atrelada a sustentabilidade ambiental. Em especial, o etanol que além de reduzir a emissão de gás carbônico nas cidades, seu processo produtivo consome os próprios subprodutos gerados como o bagaço da cana-de-açúcar que é matéria prima para a geração de energia elétrica. O Brasil é o maior produtor mundial de cana de açúcar seguido pela Índia e o segundo de etanol liderado pelos Estados Unidos. A indústria brasileira de etanol está baseada no processo de fermentação de açúcares extraídos da cana-de-açúcar. Neste processo de fermentação é gerado etanol como produto principal e como produtos secundários são gerados os ácidos orgânicos e óleo fúsel. Após o processo de fermentação do “mosto”, toda a solução açucarada se transforma em uma solução hidroalcoólica que é enviado para o processo de centrifugação. No processo de centrifugação, a levedura utilizada no processo fermentativo “*Saccharomyces Cerevisiae*”, é separada da solução hidroalcoólica e reutilizada em um novo processo fermentativo. A solução hidroalcoólica isenta de levedura, é enviada então ao processo de destilação. O processo de destilação ocorre em duas etapas, sendo empregados duas colunas de destilação, coluna “A” e coluna “B”. A destilação na coluna “A” é denominada destilação de esgotamento, em que todo o etanol contido na solução hidroalcoólica mais os compostos voláteis como ácidos orgânicos e óleo fúsel são recolhidos no topo da coluna e enviados para uma segunda destilação na coluna “B”. Ainda na base da coluna “A” é recolhido uma mistura de compostos menos voláteis conhecido como vinhaça, que é rico em água e sais minerais como o potássio. Esta vinhaça é utilizada na lavoura como fertirrigação na cultura de cana-de-açúcar. Na segunda etapa da destilação, todo o conteúdo na forma de vapores, que foi recolhido no topo da coluna primária, ou coluna “A” é enviado para a coluna “B” ou coluna de retificação. Nesta coluna de retificação, o etanol atinge a massa específica à 20°C variando de 799,7 a 802,8 kg/m³, segundo resolução N^o 19 da ANP, sendo recolhido então no topo desta coluna e armazenado para a comercialização. O óleo fúsel, é recolhido na base desta coluna “B” ou coluna de retificação, como um produto menos volátil da destilação do etanol. O óleo fúsel é armazenado para a comercialização com empresas de refino que fazem a separação dos constituintes do óleo fúsel, como o álcool isoamílico, que está em maior concentração no óleo fúsel.

O óleo fúsel tem uma composição variada de álcoois e compostos carbonílicos conforme caracterizado por PEREZ et al. (2001). Um dos compostos presentes no óleo fúsel em maior

concentração é o álcool isoamílico, que é utilizado como uma das matérias primas na produção de tintas, polímeros e cosméticos, agregando valor na ordem de 70 vezes ao valor do óleo fúsel como subproduto.

O estudo do processo de purificação do óleo fúsel, visando a remoção do álcool isoamílico é um projeto de alta relevância visando a sua comercialização em diversas indústrias químicas. Desta forma, se faz necessário um processo prévio de purificação que tenha como objetivo a separação do álcool isoamílico e agregar valor a este subproduto na sua fonte geradora.

Este trabalho teve como objetivo geral, estudar duas rotas de purificação do óleo fúsel, visando a separação do álcool isoamílico. Na primeira rota, conforme proposta por GARCIA (2008), se faz a neutralização de uma amostra de óleo fúsel com hidróxido de sódio, seguido de um processo evaporativo na temperatura de ebulição do álcool isoamílico. Na segunda rota, a amostra de óleo fúsel *in natura* que não foi neutralizada, é submetida apenas ao processo evaporativo na temperatura de ebulição do álcool isoamílico. Em ambas as rotas, foi avaliado a influência da neutralização inicial do óleo fúsel no potencial de remoção de álcool isoamílico ao final da purificação.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

De acordo com Pérez et al (2001), para cada 1000 L de etanol produzidos são gerados 2,5 L de óleo fúsel. Dados da União da indústria de cana-de-açúcar, UNICA (2018), indicam que para a safra 2017/2018 no estado de Mato Grosso do Sul, foi obtida uma produção de etanol de 2.632.000 m³ e 6.580 m³ de óleo fúsel.

O óleo fúsel é gerado paralelamente ao etanol no processo de fermentação pela degradação enzimática de aminoácidos e carboidratos complexos. Os fatores que influenciam positivamente a produção de óleo fúsel durante o processo de fermentação são: pH ácido, as altas temperaturas e a concentração de amido GARCIA (2008) apud PATIL (2002). A palavra fúsel tem origem alemã, [Fu:z!] que significa “licor ruim”, sendo que, a sua baixa solubilidade em água promove a separação de duas camadas, semelhante a uma mistura de água e óleo. É conveniente salientar que as concentrações excessivas de alguns álcoois diferentes do etanol contidos no óleo fúsel, podem causar sabores desagradáveis em bebidas como o rum, uísque e cachaça. Algumas vezes os sabores são descritos como "picante", "quente" ou "semelhante a solvente". Devido a isto é necessário a separação do óleo fúsel no processo de destilação do etanol.

Por ser um produto oriundo da degradação enzimática no processo de fermentação, a qualidade e quantidade de óleo fúsel gerado em cada usina de produção de etanol dependem da qualidade do substrato ou “mosto” utilizado no processo de fermentação.

O óleo fúsel apresenta uma coloração laranja com odor picante e asfíxiante. A sua composição química é determinada pelo método de cromatografia gasosa para a identificação dos compostos voláteis e cromatografia líquida para a identificação de compostos carbonílicos. Pérez et al. (2001), empregou as duas técnicas cromatográficas para determinação dos constituintes do óleo fúsel. Foram identificados os álcoois n-butílico, isoamílico e outros compostos, conforme mostrado na Tabela 1.

Tabela 1: Propriedades físico-químicas dos principais constituintes do óleo fúsel, conforme Pérez et al. (2001)

Composto	Massa molar (g/mol)	Ponto de Ebulição (°C)	Densidade (g/cm³)	Solubilidade em água (g/100g)	Solubilidade em éter (g/100g)
Metanol	32,04	64,7	0,792	100	100
Etanol	46,07	78,4	0,789	100	100
1-propanol	60,09	97,8	0,804	100	100
2-metil-1-propanol	74,12	107,8	0,805	1,0x10 ⁻¹⁵	100
3-metil-1-butanol	88,15	132,8	0,813	2,0x10 ⁻²²	100
Ácido acético	60,05	118,1	1,049	100	100
Acetato de amila	130,18	148,4	0,879	0	100

Após o refino do óleo fúsel por destilação fracionada, alguns constituintes são utilizados na indústria como reagentes ou solventes orgânicos em rotas produtivas. Na produção de especiarias químicas o acetato de isoamila é utilizado como fixador para perfumes e cosméticos. Outros estudos baseados nos princípios da química verde, apontam para produtos e resíduos com menor potencial poluente como o de produção de ésteres alquílicos com potencial lubrificante a partir de óleo vegetal e álcoois superiores conforme descrito por Ceron (2017), também por Coimbra (2012) estudou o uso de frações de óleo fúsel *in natura* em misturas diesel/biodiesel avaliando o potencial calorífico, a redução dos teores dos resíduos de carbono, de cinzas, de viscosidade e de massa específica, sugerindo resultados promissores destas misturas em testes de combustão em motores.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

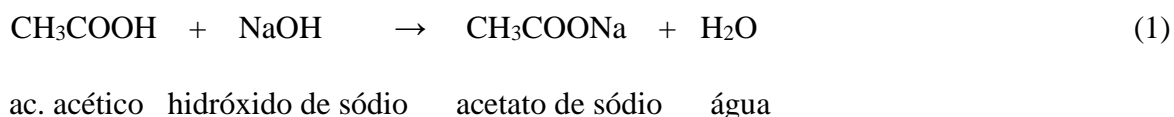
O óleo fúsel utilizado neste estudo, foi coletado em uma usina produtora de etanol da região de Dourados/MS. Na usina produtora, foi coletado do reservatório de óleo fúsel uma amostra da parte superior e acondicionado em recipiente vedado para que não houvessem perdas por evaporação. Os demais reagentes e equipamentos foram utilizados diretamente dos laboratórios da UFGD.

3.1 Determinação da acidez da amostra de óleo fúsel

Na determinação da acidez, amostras de 150 mL de óleo fúsel foram tituladas em triplicata com uma solução de NaOH padronizada de concentração 0,207 mol/L. O indicador utilizado na titulação foi o azul de bromotimol, este indicador tem uma coloração amarela na presença de soluções ácidas, muito semelhante a coloração da amostra de óleo fúsel *in natura*, já em soluções neutras este indicador apresenta uma coloração verde, importante para a identificação visual do ponto de equivalência da neutralização.

3.1 Neutralização da amostra de óleo fúsel

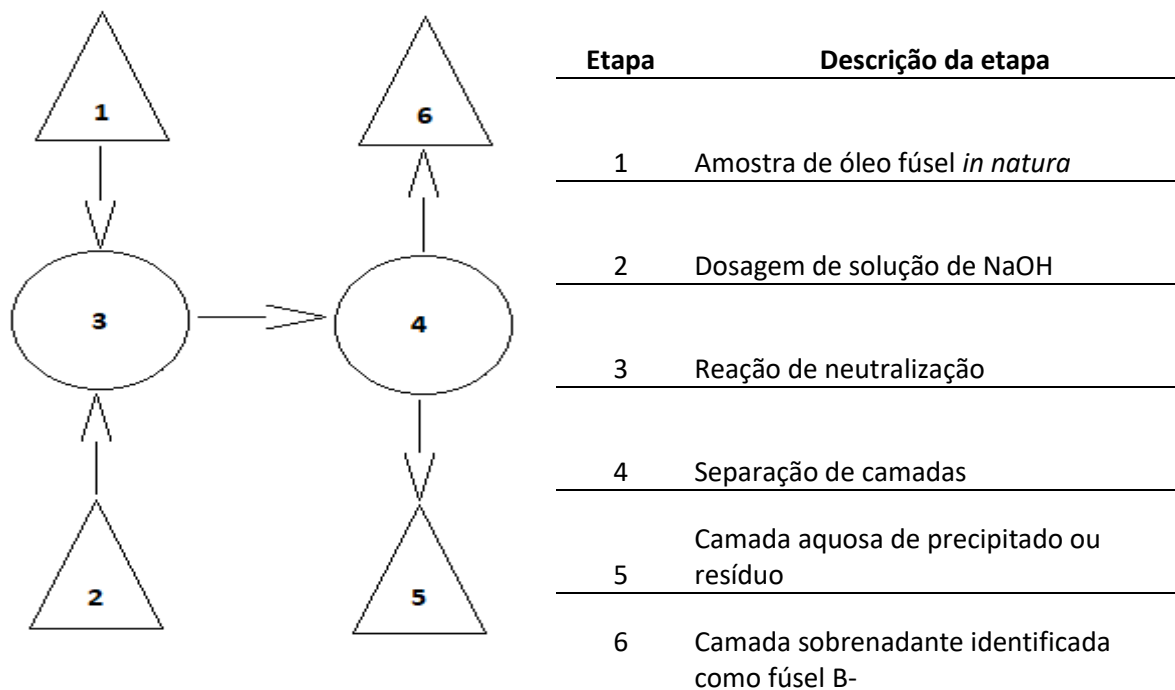
Os ensaios de neutralização foram realizados dentro de um balão de fundo redondo de três entradas. Para cada ensaio de neutralização, foram adicionados 100 mL de óleo fúsel *in natura* dentro do balão de fundo redondo. Foi efetuado o aquecimento da amostra até 90°C com agitação e refluxo. De acordo com a acidez determinada no item 4.1, foi adicionada a quantidade equivalente de solução padronizada de NaOH 1 mol.L⁻¹ visando neutralizar os ácidos presentes na amostra. A reação apresentada na equação (1) descreve o processo de neutralização.



Ao final de cada ensaio de neutralização, todo o conteúdo do balão foi transferido para um funil de separação, sendo formadas duas camadas líquidas de cor laranja de diferentes densidades. Dentro do funil de separação, as camadas foram mantidas em repouso por um

período de 12 h, visando a sua completa separação. A camada mais densa e inferior, que contém todos os compostos solúveis em água foi recolhida e identificada como resíduo. A camada superior, menos densa e insolúvel em água é formada pelos componentes do óleo fúsel, que na sua grande maioria são álcoois, conforme está apresentado na Tabela 1. Esta camada superior foi recolhida e identificada como fúselB⁻. É conveniente salientar que no decorrer dos ensaios as amostras foram identificadas como fúselB⁻ (óleo fúsel neutralizado) e fúselA⁺ (óleo fúsel não neutralizado ou *in natura*). Na Figura 1 é apresentado através de um fluxograma de blocos o processo efetuado de neutralização da amostra.

Figura 1: Fluxograma de neutralização de amostra de óleo fúsel



3.2 Identificação de grupos funcionais na amostra de óleo fúsel estudada

A determinação de grupos funcionais presentes na amostra de óleo fúsel foi realizada por análise de infravermelho, sendo empregado um aparelho da marca Jasco modelo FT/IR4100 de propriedade do Laboratório de Ótica da FACET/UFGD. Na análise, foram empregadas duas amostras, sendo estas fúselA⁺ e fúselB⁻, as quais foram previamente secas com sulfato de sódio

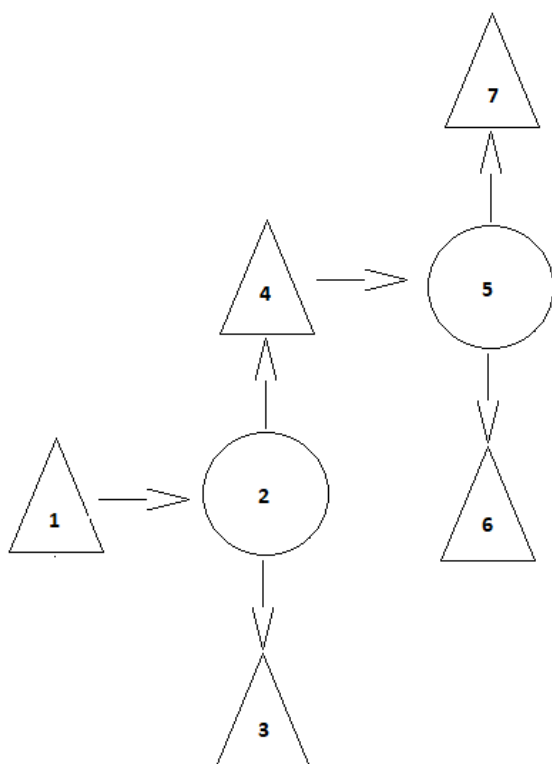
anidro. As amostras foram gotejadas sobre pastilhas de KBr como líquido puro ou isento de qualquer solvente. A faixa de varredura de radiação infravermelho incidente sobre as amostras foi de 2,5 μm até 25 μm e a leitura de vibração da amostra foi em porcentagem de transmitância com faixa de varredura de 4000 até 400 cm^{-1} , conforme Pavia et al (2015).

3.3 Ensaios de evaporação na temperatura de ebulição do álcool isoamílico

Visando determinar a influência do processo de neutralização no posterior processo de separação do álcool isoamílico, foram realizados testes com óleo fúselB⁻ (Procedente do processo de neutralização) e, óleo fúselA⁺ (óleo fúsel *in natura* – não neutralizado).

Os ensaios de evaporação em bancada, foram realizados à pressão atmosférica com a temperatura da amostra fixada em 132 °C, a qual corresponde a temperatura de ebulição do álcool isoamílico e, monitorada por termômetro de mercúrio calibrado em banho de gelo. Para cada ensaio, foi utilizado um balão de fundo redondo sobre uma manta de aquecimento. Um condensador foi acoplado na parte superior do balão e um funil de separação foi instalado para recolher o líquido na saída do condensador. Ao final de cada teste de evaporação a solução inicial alimentada no balão foi separada em duas frações. Uma fração foi identificada como produto de fundo da evaporação, contendo todos os compostos não evaporados na temperatura de 132 °C. A segunda fração foi identificada como produto de topo da evaporação, que contém os compostos evaporados na temperatura de até 132 °C. Dentro do funil de separação, foi recolhida a fração identificada como produto de topo e duas camadas líquidas incolores se formaram por diferença de densidade. A camada mais densa e inferior, continha todos os compostos solúveis em água, conforme indicado na Tabela 1. A camada menos densa, que contém o álcool isoamílico, foi recolhida e identificada como sobrenadante. A amostra de fúselA⁺ gerou o sobrenadante fúselA⁺ e a amostra fúselB⁻ gerou o sobrenadante fúselB⁻. É importante salientar que todos os ensaios foram realizados em duplicata, visando estimar o desvio padrão do método analítico e de separação. Na Figura 2 é apresentado o processo efetuado com o fúselA⁺ e o óleo fúselB⁻.

Figura 2: Fluxograma de processo evaporativo seguido de separação de camadas



Etapa	Descrição da etapa
1	Amostra de óleo para evaporação (fúsel A ⁺ ou fúsel B ⁻)
2	Processo evaporativo
3	Resíduo da evaporação ou produto de fundo
4	Vapores de compostos voláteis ou produto de topo
5	Processo de separação de camadas
6	Precipitado aquoso
7	Sobrenadante de fúsel A ⁺ ou sobrenadante de fúsel B ⁻

3.4 Determinação da concentração de álcool isoamílico na amostra estudada

A concentração de álcool isoamílico contido nas amostras identificadas anteriormente como sobrenadante fúsel A⁺ e sobrenadante fúsel B⁻, foram analisadas por um cromatógrafo a gás (GC-2010 Plus, Shimadzu, Kyoto, Japan) acoplado a um espectrômetro de massas (GC-MS Ultra 2010, Shimadzu, Kyoto, Japan) de propriedade do Laboratório CERNA/UEMS.

Para a separação cromatográfica, cada amostra de 100 µL de sobrenadante fúsel A⁺ e sobrenadante fúsel B⁻ foi solubilizada em 1500 µL de hexano. As duas amostras foram injetadas em duplicata em uma coluna capilar de sílica fundida DB-5 (J and W, Folsom, California, USA) de 30 m de comprimento por 0,25 mm de diâmetro interno por 0,25 µm de espessura de filme, a fase estacionária da coluna foi composta por uma mistura de 5% de fenil e 95% de dimetilpolisiloxano. As condições de análise foram: rampa de aquecimento com temperatura inicial de 30 °C, atingindo a temperatura final de 280 °C, a uma razão 3°C/min e permanecendo na temperatura final por 10 min. Hélio (99,999%) foi utilizado como gás de arraste (1 mL/min)

e as injeções foram de 1 µL no modo Split (1:20). As temperaturas do injetor, detector e linha de transferência foram respectivamente de 250°C; 290°C e 290°C, de acordo com Collins et al (2006). Os parâmetros de varredura do espectrômetro de massas incluíram a tensão de ionização por feixe de elétrons de 70 eV, com m/z entre 40 a 600 g e faixa de varredura de 0,3 s.

Para a identificação dos picos foram utilizados os padrões de álcool amílico e álcool isoamílico (Sigma-Aldrich) e, para a identificação dos compostos foram comparados os tempos de retenção dos padrões associados à interpretação dos espectros de massas das amostras que foram comparados com as bases de dados (NIST21 e WILEY229). Para a quantificação foi empregado o método do padrão externo com álcool amílico e álcool isoamílico nas concentrações de 1 a 0,01 mg/mL e a curva de calibração mostrou um $r=0,9978$.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Acidez da amostra de óleo fúsel

Neste estudo, a acidez acética determinada para o óleo fúsel *in natura* foi de 10,2 g/L. A acidez acética da amostra de óleo fúsel determinada neste estudo, apresenta divergência em relação aos resultados comparados a outros estudos. Esta divergência se deve ao fato de que, o óleo fúsel produzido em cada unidade produtora de etanol, apresenta diferentes concentrações dos seus constituintes, conforme Perez (2001) e ainda, são dependentes da qualidade do substrato ou “mosto” utilizado no processo de fermentação para a produção de etanol e óleo fúsel, conforme descrito por GARCIA (2008) apud PATIL (2002). Desta forma, pode se afirmar então que, não haverá padronização entre resultados de acidez de óleo fúsel entre unidades produtoras, uma vez que, os processos de produção de etanol e de óleo fúsel, dependem do substrato que é utilizado em cada uma das unidades produtoras. Para um processo de purificação do óleo fúsel em larga escala numa unidade de refino, será necessária a determinação da acidez do óleo fúsel procedente de cada unidade produtora de etanol, uma vez que, seja definido que a neutralização inicial seja necessária para o processo de purificação.

Conforme apresentado na revisão bibliográfica, o óleo fúsel *in natura* apresenta uma coloração laranja. O indicador utilizado na titulação foi o azul de bromotimol. A escolha pelo indicador foi baseada no fato de que em soluções ácidas o indicador apresenta uma coloração laranja muito similar a coloração da amostra de óleo fúsel. O pH de mudança de coloração deste indicador está entre 6,6 e 7,6 e em soluções de pH neutro o indicador apresenta coloração verde, em soluções de pH básico o indicador apresenta coloração azul.

4.2 Neutralização da amostra de óleo fúsel

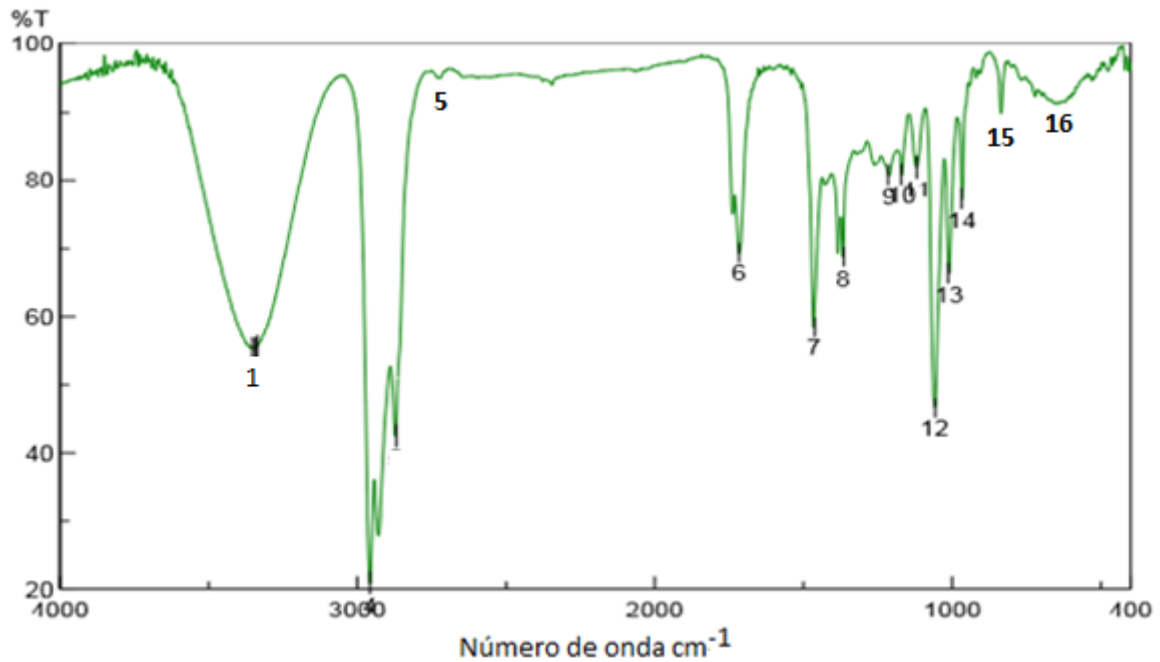
Após a neutralização, o volume de óleo fúsel^B coletado no funil de separação foi de 96 mL. A diferença do volume se dá pela reação de neutralização, conforme apresentado na equação (1), dando origem a um precipitado de cor marrom. Conforme indicado na Tabela 1, algumas substâncias presentes no óleo fúsel são solúveis em água, estas substâncias como os ácidos orgânicos solúveis no óleo fúsel foram extraídos para a fase aquosa após a neutralização.

Para um processo de purificação do óleo fúsel em escala industrial, a fase aquosa formada nesta etapa de neutralização poderá ser um problema, pois trata-se de um resíduo que deverá ser tratado.

4.3 Identificação de grupos funcionais na amostra de óleo fúsel estudada

No espectro da Figura 3 pode ser visualizado uma banda de estiramento de O-H em 3357 cm^{-1} característica de álcoois, indicando na mostra analisada a presença da função álcool. O espectro também mostra uma banda de estiramento de C-O em 1058 cm^{-1} e uma banda de estiramento em 2872 cm^{-1} característico para ligações C-H sp^3 de acordo com Pavia et al (2015).

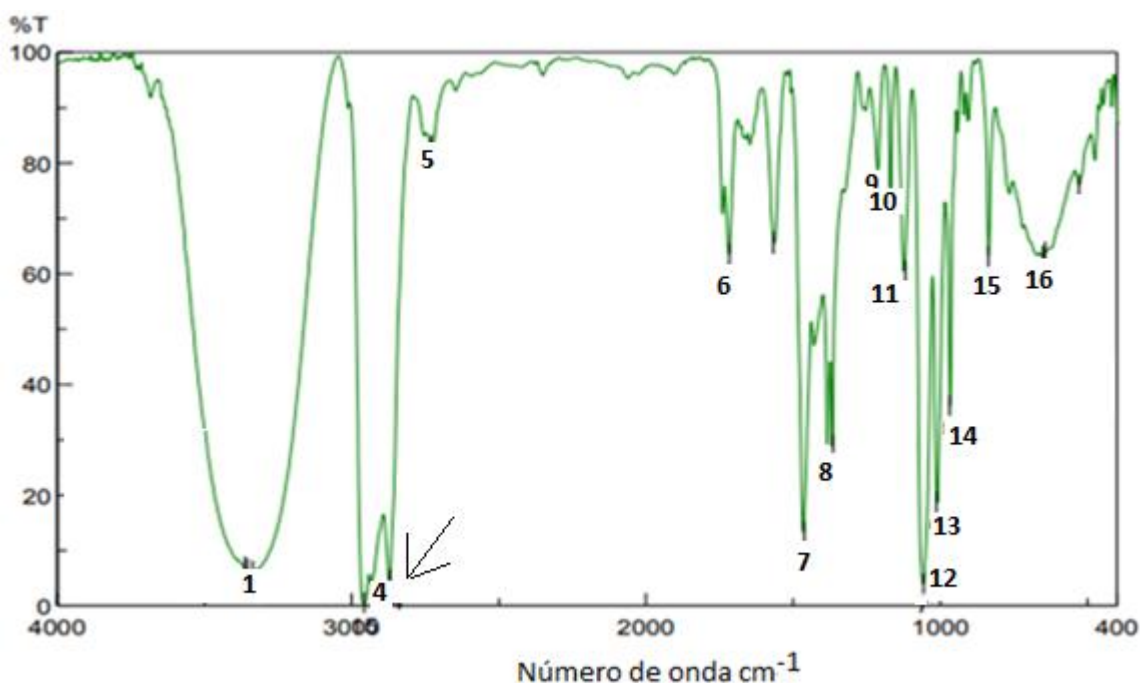
Figura 3: Espectro de infravermelho da amostra fúselA⁺



Resultado para os picos que identificam o álcool:

Número	Posição	Intensidade	Descrição do pico
1	3357	55	Estiramento de O-H
4	2872	20	Estiramento C-H sp ³
12	1058	46	Estiramento de C-O

No espectro mostrado na Figura 4 pode ser visualizado uma banda de estiramento de O-H em 3336 cm^{-1} característica de álcoois, indicando na mostra analisada a presença da função álcool. O espectro também mostra uma banda de estiramento de C-O em 1057 cm^{-1} e a banda de estiramento em 2958 cm^{-1} característico para ligações C-H sp³.

Figura 4: Espectro de infravermelho da amostra fúselB⁻

Resultado para os picos que identificam o álcool:

Número	Posição	Intensidade	Descrição do pico
1	3336	6,11	Estiramento de O-H
4	2958	0,38	Estiramento C-H sp ³
12	1057	3,98	Estiramento de C-O

Ambas as amostras fúselA⁺ e fúselB⁻, indicaram a presença da função química álcool pela banda de estiramento com vibração em torno de 3300 cm⁻¹, também apresentaram apenas estiramentos de C-H sp³ em torno de 2900 cm⁻¹, o que indica que as amostras estavam isentas da presença de compostos aromáticos ou insaturados que contem ligações de C-H sp². Em ambas as amostras não foi identificado a presença de compostos carbonílicos pois nos espectros de infravermelho não aparecem as bandas de estiramento de C=O em torno de 2650 cm⁻¹ característicos para esta função química.

Ambos os espectros de infravermelho são muito semelhantes quanto a região de vibração, o que indica que as duas amostras são compostas pelas mesmas espécies químicas.

4.4 Ensaios de evaporação na temperatura de ebulição do álcool isoamílico

As amostras identificadas anteriormente como fúselA⁺ e fúselB⁻ foram submetidas a um processo de evaporação. Foram geradas duas amostras de vapor condensado como produto do topo da evaporação e duas amostras identificadas como produto de fundo. Os volumes iniciais de alimentação e os volumes finais de condensado como produto de topo e produto de fundo são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2: Volumes das frações envolvidas na evaporação

	Alimentação fúselA ⁺ (mL)			Alimentação fúselB ⁻ (mL)		
	Teste	Duplicata	Média	Teste	Duplicata	Média
Alimentação	100	100	100	96	96	96
Produto de topo	81	80	80,5	78	77	77,5
Produto de fundo	19	20	19,5	18	19	18,5

A fração volumétrica recolhida no produto de topo do processo evaporativo para o fúselA⁺ e fúselB⁻, mostra que a mesma oscila em torno de 80% em relação ao volume alimentado, conforme apresentado na Tabela 2.

Na etapa seguinte ao processo de evaporação, as amostras identificadas como produto de topo na Tabela 2 ficaram em repouso dentro de um funil de separação, observando-se a separação de duas camadas de diferentes densidades. Os volumes obtidos para ambas as camadas da amostra de fúselA⁺ e fúselB⁻ são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3: Volumes das frações envolvidas na separação de camadas após evaporação

	Produto de topo FúselA ⁺ (mL)			Produto de topo FúselB ⁻ (mL)		
	Teste	Duplicata	Média	Teste	Duplicata	Média
Produto de topo	81	80	80,5	78	77	77,5
Camada Inferior	5,8	5,4	5,6	7,3	7,8	7,55
Camada Superior	74	75	74,5	70	70	70

4.5 Concentração de álcool isoamílico nas amostras estudadas

As duas amostras da camada superior recolhida no produto de topo no processo de evaporação para os óleos fúselA⁺ e fúselB⁻ foram analisadas por cromatografia gasosa e identificadas por espectrometria de massas (CG-EM).

Na Tabela 4, são apresentados os resultados da cromatografia para as amostras analisadas.

Tabela 4: Resultado da cromatografia das amostras analisadas

Amostra de sobrenadante	Densidade				Concentração %
	mg/mL				
	Teste	Duplicata	Média	D. Padrão	
Camada superior fúsel B-	0,9306	0,9315	0,93105	0,00063	87,32
Camada superior fúsel A+	0,9404	0,9409	0,94065	0,00035	86,42

A concentração de álcool isoamílico contida na amostra do sobrenadante foi calculada pela expressão:

$$C = \left(\frac{\rho^0}{\rho} \right) \cdot 100$$

Onde: ρ^0 é a densidade de álcool isoamílico indicado na Tabela 1;

ρ é a densidade média da amostra de sobrenadante

5 CONCLUSÃO

Os resultados das análises de cromatografia que determinaram a concentração final de álcool isoamílico nas amostras tem um desvio padrão tendendo a zero, demonstrando pequeno erro embutido nas análises e no método de separação. Portanto, pode-se afirmar que o método de separação do álcool isoamílico e o processo analítico empregados tem boa precisão.

Os resultados alcançados para a concentração do álcool isoamílico na camada superior de ambas as amostras foram muito próximas, 87,32 e 86,42%, mostrando que a concentração do álcool isoamílico no final de todo o processo de purificação não depende da neutralização da amostra de óleo fúsel inicial.

Este método de separação do álcool isoamílico com a neutralização inicial do óleo fúsel se mostra desvantajoso para um processo industrial, no qual são processadas grandes quantidades de cana, dando origem a altas quantidades de álcool etílico e do subproduto de óleo fúsel. A neutralização do óleo fúsel gerado requer a utilização de hidróxido de sódio como insumo e, acarreta na geração de um resíduo aquoso na etapa de neutralização, que deverá ser tratado antes de seu descarte. O processo de separação do álcool isoamílico sem a prévia neutralização não apresenta tais desvantagens citadas anteriormente, no entanto deve ser avaliado o aspecto corrosivo do óleo gerado para as superfícies metálicas, que pode ser objeto de outro estudo.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Ceron, A. A. S. – **Produção de ésteres alquílicos com potencial lubrificante por transesterificação enzimática de óleo de palmiste e álcoois superiores** –. Tese de doutorado, escola de engenharia de Lorena São Paulo, 2017. Disponível em < <http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/97/97132/tde-07082018-155844/pt-br.php>>, acesso em 26/11/2018.

Collins, C. H.; Braga, G. L.; Bonato, P. S. – **Fundamentos de Cromatografia** – Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2006.

Coimbra, M. D. J. - **Avaliação de uso de frações de óleo fúsel em amostras Diesel/Biodiesel** - Dissertação (Mestrado em Engenharia de Biocombustíveis e Petroquímica). Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012. Disponível em <<http://186.202.79.107/download/oleo-fusel-em-misturas-diesel-biodiesel.pdf>> Acesso em 26/11/2018.

Garcia, V. – **Subproduto da destilaria de óleo fúsel: caracterização da composição química e estudo da sua aplicação industrial** – 2008. Dissertação de mestrado Escola de engenharia Mauá do centro universitário do instituto Mauá de Tecnologia, São Caetano do Sul, Sp. Disponível em <<https://maua.br/files/dissertacoes/subproduto-de-destilaria-de-oleo-fusel.pdf>> acessado em 11/07/2018.

Perry's Chemicals engineer's Handbook. 8ª ed. New York: Mc Craw-Hill, 2008.2551p.

Pavia, D. L.; Lampman, Gary M.; Vyvyan, James R.– **Introdução à espectroscopia** – 2ª ed. – São Paulo: Cengage Learning, 2015.

Pérez, E. R.; Cardoso, D. R. - **Análise dos álcoois, ésteres e compostos carbonílicos em amostras de óleo fúsel** - Quím. Nova, V. 24, n. 1, 10-12, 2001. Disponível em <<http://www.sbq.org.br/publicacoes/quimicanova/qnol/2001/vol24n1/02.pdf>>

Russell, J. B. Química geral. 2ª ed. São Paulo: Pearson Makron Books, 1994. 589 p. v.1.

ÚNICA – União da indústria de cana-de-açúcar – **Relatório moagem de cana-de-açúcar e produção de açúcar e etanol, safra 2017/2018** – Disponível em < <http://www.unicadata.com.br/historico-de-producao-e-moagem.php?idMn=32&tipoHistorico=4&acao=visualizar&idTabela=1984&safra=2017%2F2018&estado=MS> > acesso em 11/10/2018