



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

LUCAS COSTA DA SILVA

**INIBIÇÃO DA CORROSÃO DE AÇO CARBONO 4340 EM BIODIESEL DE BABAÇU
POR EXTRATO ETANÓLICO DE FOLHAS DE *MYRACRODRUON URUNDEUVA*
*ALLEMÃO***

FORTALEZA

2024

LUCAS COSTA DA SILVA

INIBIÇÃO DA CORROSÃO DE AÇO CARBONO 4340 EM BIODIESEL DE BABAÇU
POR EXTRATO ETANÓLICO DE FOLHAS DE *MYRACRODRUON URUNDEUVA*
ALLEMÃO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de mestre em engenharia mecânica. Área de Concentração: Processos Equipamentos e Sistemas Para Energias Renováveis. Linha de Pesquisa: Energia de Biomassa e Biocombustíveis.

Orientadora: Profa. Dra. Maria Alexandra de Sousa Rios

Coorientadora: Profa. Dra. Luciana Medeiros Bertini

FORTALEZA

2024

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Sistema de Bibliotecas
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- S581i Silva, Lucas Costa da.
Inibição da Corrosão de Aço Carbono 4340 em Biodiesel de Babaçu por Extrato Etanólico de Folhas de Myracrodruon Urundeuva Allemão / Lucas Costa da Silva. – 2025.
79 f. : il. color.
- Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Fortaleza, 2025.
Orientação: Profa. Dra. Maria Alexandra de Sousa Rios.
Coorientação: Profa. Dra. Luciana Medeiros Bertini.
1. Aço carbono 4340. 2. Babaçu. 3. Biodiesel. 4. Corrosão metálica. 5. Myracrodruon urundeuva fr. all. I. Título.

CDD 620.1

LUCAS COSTA DA SILVA

INIBIÇÃO DA CORROSÃO DE AÇO CARBONO 4340 EM BIODIESEL DE BABAÇU
POR EXTRATO ETANÓLICO DE FOLHAS DE *MYRACRODRUON URUNDEUVA*
ALLEMÃO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de mestre em engenharia mecânica. Área de Concentração: Processos Equipamentos e Sistemas Para Energias Renováveis. Linha de Pesquisa: Energia de Biomassa e Biocombustíveis.

Aprovada em: 30/07/2024

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Maria Alexsandra de Sousa Rios (Orientadora)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Luciana Medeiros Bertini (Coorientadora)
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN)

Prof. Dr. Pedro de Lima Neto
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Profa. Dra. Francisca Diva Lima Almeida
Instituto Federal do Sertão Pernambucano (IFSertãoPE)

A Deus.

A minha amada esposa Nadjá Freitas, aos
meus pais Pedro Silva e Lucia Costa (*In
memoriam*).

AGRADECIMENTOS

A Profa. Dra. Maria Alexsandra de Sousa Rios, pela excelente orientação, fornecendo os elementos necessários à pesquisa.

A Profa. Dra. Luciana Medeiros Bertini pela valiosa contribuição na pesquisa.

Aos colegas da turma de mestrado em Engenharia Mecânica, pelos bons momentos vivenciados durante as disciplinas.

A minha esposa Nadja de Freitas Frederico pelo apoio em todos os momentos de dificuldade e pela alegria compartilhada em cada momento de êxito do mestrado.

À Funcap, pelo apoio financeiro através da bolsa de mestrado.

A Universidade Federal do Ceará pela oportunidade de adentrar no Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica.

Ao Núcleo de Pesquisas em Lubrificantes (NPL), na pessoa do Prof. Dr. Murilo Tavares de Luna, pelas análises necessárias à pesquisa.

A todos os membros que conheci do Grupo de Inovações Tecnológicas e Especialidades Químicas (Grintequi) pela convivência harmoniosa e troca de ideias no cotidiano.

Ao Laboratório de Combustíveis e Lubrificantes (LCL), pela prontidão nas análises solicitadas.

Ao Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Infraestrutura (INCT-Infra), Laboratório de Mecânica dos Pavimentos da Universidade Federal do Ceará pela análise de FTIR.

Ao Prof. Dr. Pedro de Lima Neto e a Dra. Francisca Imilena Pereira de Oliveira pelas importantes contribuições no texto da qualificação.

“Se enxerguei mais longe foi por me erguer sobre os ombros de gigantes.” (SIR ISAAC NEWTON).

RESUMO

Neste trabalho, investigou-se o potencial do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão, *Myracrodruon urundeuva* fr. *all.*, e do antioxidante sintético trolox como inibidores de corrosão do aço carbono 4340 em biodiesel de babaçu (B100). Ensaios de imersão estática foram conduzidos em duplicata a 45 °C por 108 dias (2.592 horas). A análise do comportamento corrosivo foi realizada principalmente por meio de medições de perda de massa e eficiência de inibição de corrosão do extrato e trolox. Além disso, após os testes gravimétricos, a morfologia da superfície das amostras de aço carbono foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura. A composição do extrato foi analisada por Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR). A partir das condições experimentais, os resultados sugerem que o uso do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão e do trolox reduziram significativamente a corrosão metálica em comparação com as amostras submetidas à imersão em biodiesel não aditivado. O extrato apresentou eficiência de inibição de 89%, o que está de acordo com dados da literatura, enquanto o trolox resultou em apenas 27,9% de eficiência. Portanto, o extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão se mostrou um eficiente aditivo inibidor de corrosão metálica para o biodiesel de babaçu no que diz respeito à inibição da corrosão do aço carbono 4340.

Palavras-chave: aço carbono 4340; babaçu; biodiesel; corrosão metálica; *myracrodruon urundeuva* fr. *all.*

ABSTRACT

In this work, the potential of the ethanolic extract of leaves of aroeira-do-sertão, *Myracrodruon urundeuva* fr, was investigated. all., and the synthetic antioxidant trolox as corrosion inhibitors of carbon steel 4340 in babassu biodiesel (B100). Static immersion tests were conducted in duplicate at 45 °C for 108 days (2,592 hours). The analysis of the corrosive behavior was carried out mainly through measurements of mass loss and corrosion inhibition efficiency of the extract and trolox. Furthermore, after the gravimetric tests, the surface morphology of the carbon steel samples was evaluated by scanning electron microscopy. The composition of the extract was analyzed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). Based on the experimental conditions, the results suggest that the use of the ethanolic extract of aroeira-do-sertão leaves and trolox significantly reduced metallic corrosion compared to samples subjected to immersion in non-additivated biodiesel. The extract showed an inhibition efficiency of 89%, which is in accordance with literature data, while trolox resulted in only 27.9% efficiency. Therefore, the ethanolic extract of aroeira-do-sertão leaves proved to be an efficient metallic corrosion inhibitor additive for babassu biodiesel with regard to inhibiting the corrosion of 4340 carbon steel.

Keywords: carbon steel 4340; babassu; biodiesel; metallic corrosion; *myracrodruon urundeuva* fr. all.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Mapa de localização dos estados do Maranhão e Piauí, os maiores produtores de babaçu do Brasil.....	18
Figura 2 – Principais palavras-chave relacionadas à pesquisa científica com babaçu.	19
Figura 3 – Palavras-chave sobre a pesquisa científica de biodiesel de babaçu em representação de cores de termos usuais e mais recentes.	20
Figura 4 – Autores dos artigos mais citados sobre a produção científica de babaçu e suas aplicações energéticas.	22
Figura 5 – Alguns metais e ligas presentes em motores do ciclo diesel.	26
Figura 6 – Principais palavras-chave relacionadas à pesquisa científica de metais em meio biodiesel.	28
Figura 7 – a) Espectro de XRD e b) MEV do ferro fundido cinzento exposto ao biodiesel de palma.	31
Figura 8 – Mapa em árvore das principais áreas de pesquisa com maior número de publicações sobre inibidores de corrosão verde.	35
Figura 9 – Principais palavras-chave relacionadas à pesquisa científica de inibidores de corrosão verde.	36
Figura 10 – Processo de neutralização do óleo de babaçu.	39
Figura 11 – Etapas da síntese do biodiesel de óleo de babaçu.	39
Figura 12 – Testes de solubilidade dos inibidores de corrosão em biodiesel de babaçu.	44
Figura 13 – Procedimento de preparação das amostras metálicas desde o corte até a perfuração do orifício de suspensão.	45
Figura 14 – Amostras metálicas imersas em biodiesel de babaçu e respectivos inibidores de corrosão.	46
Figura 15 – Equipamento usado para os ensaios de perda de massa do aço carbono 4340 imerso em biodiesel de babaçu.	47
Figura 16 – Microscópio eletrônico de bancada HITACHI TM 3000.	48
Figura 17 – Cromatograma do biodiesel de óleo de babaçu.	51
Figura 18 – Comparação do processo corrosivo entre as amostras metálicas A ₁ e A ₃	53
Figura 19 – Aparências de amostras de aço de baixo carbono (LCS) expostas ao B100 com diferentes aditivos a 300 K.	54
Figura 20 - Diagrama de caixa para os resultados de perda de massa e taxas de corrosão de aço carbono 4340 em biodiesel não aditivado e aditivado com extrato de aroeira e	

trolox.....	56
Figura 21 – Morfologia da superfície das amostras A ₁ , A ₃ e A ₅ imersas em biodiesel de babaçu, analisada por MEV, com e sem inibidores de corrosão, ampliação de x30 a x2000 vezes.....	57
Figura 22 – Estruturas químicas de compostos presentes em extratos de aroeira-do-sertão....	59
Figura 23 – FTIR do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão.....	61

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Metais e ligas metálicas de estudos recentes sobre corrosão em biodiesel de diversas fontes oleaginosas.	26
Tabela 2 – Aplicações de ensaios de perda de massa para diferentes tipos de biodiesel, metais ferrosos, não ferrosos e materiais elastômeros.....	29
Tabela 3 – Comparação entre as eficiências de inibição de corrosão entre distintos inibidores, amostras de biodiesel e metais.	33
Tabela 4 – Composição em ácidos graxos do óleo comercial de babaçu.	37
Tabela 5 – Composição elementar do aço carbono 4340.	38
Tabela 6 – Massas e áreas das amostras metálicas de aço carbono 4340 antes do ensaio de perda de massa.	45
Tabela 7 – Índices de acidez e saponificação do óleo de babaçu antes e após a neutralização.	49
Tabela 8 – Propriedades físico-químicas do biodiesel de babaçu.	50
Tabela 9 – Variação de massa das amostras metálicas de aço carbono 4340 e valores de taxas de corrosão.	52
Tabela 10 – Comportamento de corrosão de amostras de biodiesel em peças de motores diesel utilizando teste de imersão estática por 7200 h.....	52
Tabela 11 - Resultados do Teste de Mann-Whitney para os diferentes tipos de biodiesel.	55
Tabela 12 – Resultados dos testes fitoquímicos do extrato etanólico de folhas aroeira-do-sertão.	60
Tabela 13 – Grupos funcionais presentes no extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão.	62
Tabela 14 – Avaliação das cores para teste de antocianinas, antocianidinas e flavonóides.....	76
Tabela 15 – Avaliação das cores para teste de leucoantocianidinas, catequinas e flavonas.	77

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AISI	American Iron and Steel Institute
ANP	Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis
ASTM	American Society for Testing and Materials
B100	100% de biodiesel
FTIR	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia ótica
NBR	Norma Brasileira
WoS	Web of Science

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	17
2.1 Objetivo Geral	17
2.2 Objetivos Específicos.....	17
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	18
3.1 O Babaçu Como Fonte de Obtenção de Biocombustíveis e Bioprodutos.....	18
3.2 Aroeira-do-Sertão e Suas Aplicações.....	23
3.3 Corrosão de Materiais na Indústria do Biodiesel e Automobilística	24
3.3.1 Principais Metais e Ligas das Pesquisas de Corrosão em Meio Biodiesel.....	25
3.3.2 Aço Carbono 4340 e Suas Aplicações.....	28
3.4 Metodologias Para Estudos de Corrosão Metálica em Meio Biodiesel	29
3.5 Inibidores de Corrosão Para Metais em Meio Biodiesel	32
4 METODOLOGIA	37
4.1 Materiais	37
4.2 Neutralização do Óleo de Babaçu.....	38
4.3 Síntese de Biodiesel de Óleo de Babaçu	39
4.4 Análises Físico-Químicas do Biodiesel de Babaçu.....	41
4.4.1 Índice de Acidez.....	41
4.4.2 Índice de Saponificação	42
4.4.3 Massa Específica e Viscosidade Cinemática	42
4.4.4 Teor de Ésteres Metílicos Por Cromatografia Gasosa.....	43
4.5 Obtenção do Extrato Etanólico de Folhas de Aroeira-do-Sertão	43
4.6 Análise de Espectroscopia no Infravermelho Por Transformada de Fourier (FTIR) do Extrato Etanólico de Folhas de Aroeira-do-Sertão.....	43
4.7 Testes de Solubilidade dos Inibidores de Corrosão.....	43
4.8 Ensaios de Perda de Massa Por Imersão em Biodiesel de Babaçu	44

4.8.1	<i>Preparação das Amostras Metálicas.....</i>	44
4.8.2	<i>Ensaio de Perda de Massa Por Imersão.....</i>	45
4.8.3	<i>Limpeza de Produtos de Corrosão das Amostras Após Imersão</i>	47
4.9	Determinação da Eficiência dos Inibidores de Corrosão	47
4.10	Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (Mev) das Amostras Metálicas Após Ensaio de Perda de Massa.....	47
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
5.1	Neutralização do Óleo de Babaçu.....	49
5.2	Propriedades Físico-Químicas do Biodiesel de Babaçu.....	49
5.3	Testes de Solubilidade do Extrato das Folhas de Aroeira e Trolox em Biodiesel.....	51
5.4	Resultados dos Ensaios de Perda de Massa	51
5.5	Resultados das Análises da Morfologia das Superfícies das Amostras Metálicas.....	56
5.6	Composição do Extrato Etanólico das Folhas de Aroeira-do-Sertão e Mecanismo de Inibição de Corrosão	58
5.7	Resultado da Análise de FTIR do Extrato Etanólico de Folhas de Aroeira-do-Sertão	61
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	63
	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	64
	REFERÊNCIAS	65
	ANEXO I – RESULTADOS DOS TESTES FITOQUÍMICOS.....	75
	APÊNDICE I – MICROGRAFIAS DAS AMOSTRAS DE AÇO CARBONO 4340.....	78

1 INTRODUÇÃO

Devido à crescente ênfase na escassez de reservas de petróleo e nos malefícios causados ao meio ambiente por seus derivados, observamos uma tendência em ascensão de substituição do diesel de petróleo pelo biodiesel. Embora o biodiesel apresente algumas vantagens técnicas como biocombustível, sua propensão à corrosão torna-se uma questão crítica, especialmente na presença de água e ácidos graxos livres. Essa natureza corrosiva do biodiesel pode ser acentuada pela sua tendência a absorver água, que pode se condensar na superfície de componentes metálicos, causando corrosão. Além disso, a auto-oxidação do biodiesel também pode agravar suas propriedades corrosivas e levar à degradação do combustível (Fazal *et al.*, 2010; Samuel e Gulum, 2019; Mamede *et al.*, 2020 Ateeq *et al.*, 2022).

Alterações nas propriedades iniciais do biodiesel aumentam a sua capacidade de corroer equipamentos e estruturas metálicas de sistemas veiculares. Vários metais e ligas são utilizados nestes sistemas, tais como aço carbono, ligas de zinco-ferro, zinco-alumínio, zinco-níquel, chumbo e estanho. Materiais que possuem uma boa relação custo-benefício também são utilizados, como o aço inoxidável, no sistema de injeção do veículo (Thangarasu; Balaji e Ramanathan, 2019).

Estudos indicam que o aço carbono, aço inoxidável Alves, Dutra-Pereira e Bicudo (2019), ferro fundido, alumínio, cobre Fazal *et al.* (2018) , dentre outros, em contato com o biodiesel, sofrem alterações em sua morfologia, e há perda de massa de acordo com o tempo de imersão no combustível. Por sua vez, o aço inoxidável é capaz de formar filmes finos, que protegem o metal de ataques pelo combustível. Os estudos realizados com amostras metálicas apontam que quanto maior a impureza do biodiesel, maiores os efeitos do processo corrosivo (Chendynski *et al.*, 2019; Serqueira *et al.*, 2021).

Dentre as impurezas encontradas nos combustíveis, a presença de água residual ou absorvida pelo ar é um fator determinante para a contaminação do combustível por microrganismos, em sua maioria bactérias. A variedade de ambientes propícios para o crescimento de bactérias permite que as peças metálicas sofram esse processo, como tanques de armazenamento e sistemas de injeção de combustível (Fazal *et al.*, 2018).

Como alternativa para o estudo da corrosão metálica em meio biodiesel os ensaios de “perda de massa” são os mais utilizados em sistemas que possuem altas resistividades. A variação de massa do material em estudo é o parâmetro para o cálculo da taxa de corrosão. A morfologia da superfície também pode ser utilizada para a elucidação dos processos

corrosivos, por técnicas como microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Estas metodologias se mostraram bastante eficientes no trabalho de Deshpande *et al.* (2019) sobre o comportamento da corrosão de ferro fundido nodular em misturas de biodiesel e diesel de petróleo. Este material é encontrado em motores diesel e é usado principalmente para fabricação de anéis do pistão.

O cálculo dos parâmetros corrosivos é um fator determinante de desempenho no uso de metais em componentes automobilísticos. A resistência à corrosão também pode ser fator determinante na seleção do material ou processo. Portanto, este trabalho propõe o estudo de extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão, *Myracrodruon urundeuva* fr. all., como inibidor de corrosão do aço carbono AISI 4340 por meio da imersão de amostras deste material em biodiesel de babaçu para posterior determinação de suas taxas de corrosão por perda de massa, semelhantemente ao que foi feito em trabalhos anteriores na literatura científica (Deyab, 2016).

No que diz respeito a escolha do babaçu como oleaginosa para a síntese do biodiesel usado na pesquisa pode-se destacar a abundância deste fruto na região nordeste do Brasil, bem como a qualidade do óleo do fruto que é rico em ácidos graxos principalmente o ácido láurico. A extração do óleo de babaçu não apenas contribui para diversificar a matriz energética, reduzindo a dependência de fontes não renováveis, mas também impulsiona o desenvolvimento sustentável ao estimular a economia local e preservar ecossistemas naturais.

Por sua vez, a utilização de extratos naturais como inibidores de corrosão para aditar especificamente biodiesel de babaçu é pouco comum na literatura. Por outro lado, a aplicação de antioxidantes naturais como inibidores de corrosão é uma metodologia crescente no meio científico e tem gerado resultados promissores. Um exemplo notável é o estudo de Rangel *et al.* (2021), que examinaram o impacto da adição de N, N'-di-sec-butyl-p-phenylenediamine (PDA), IONOL e cardanol hidrogenado (HC) (500 mg/kg, cada) na estabilidade oxidativa e corrosividade do biodiesel obtido a partir de óleo de babaçu e óleo residual de fritura. Já Fernandes, Ferreira e da Silva (2021) avaliaram a ação antioxidante e anticorrosiva do extrato de folha de amêndoa tropical adicionado ao biodiesel de óleo de soja em contato com o zinco e aço carbono 1020.

Extratos naturais são reconhecidos por suas propriedades antioxidantes, sugerindo, assim, características inibidoras de corrosão metálica. Diversas espécies vegetais, historicamente utilizadas de forma empírica no tratamento de doenças, têm demonstrado ser excelentes antioxidantes, desempenhando um papel crucial na inibição de corrosão de diversos metais. Dehghani, Bahlakeh e Ramezanzadeh (2019) conseguiram demonstrar a

eficiência da inibição da corrosão do aço carbono em solução de HCl 1M por meio de extratos de folhas de eucalipto em diversas concentrações. Extratos de sálvia e folhas de café destacam-se pela sua notável atividade antioxidante, e quando aplicados ao biodiesel, promovem um aumento significativo na resistência ao processo de oxidação. (Gregório *et al.*, 2018).

O uso de extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão como inibidor de corrosão metálica na aditivação do biodiesel é basicamente inédita neste contexto, tornando-se uma proposta sustentável que visa não apenas aumentar a visibilidade dessa espécie vegetal, mas também incentivar sua exploração em pesquisas subsequentes, bem como sua aplicação na indústria do biodiesel e automobilística, no que diz respeito a mitigar os problemas de corrosão metálica.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Analisar a eficiência de extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão na inibição da corrosão de aço carbono 4340 imerso em biodiesel de babaçu.

2.2 Objetivos Específicos

Como objetivos específicos, podem ser destacados:

- ✓ Selecionar e preparar amostras representativas do aço carbono 4340;
- ✓ Fazer a síntese de biodiesel de óleo comercial de babaçu e suas respectivas análises físico-químicas;
- ✓ Realizar testes de solubilidade do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão em biodiesel;
- ✓ Conduzir experimentos em duplicata da exposição das amostras metálicas às soluções de biodiesel aditivado com extrato de aroeira-do-sertão e trolox;
- ✓ Determinar as taxas de corrosão por perda de massa das amostras metálicas, conforme a norma ASTM G31-72;
- ✓ Determinar a eficiência de inibição de corrosão do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão.
- ✓ Avaliar a morfologia da superfície das amostras de aço carbono 4340 por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) após ensaio gravimétrico;
- ✓ Investigar a composição do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão por Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR);
- ✓ Comparar as eficiências de inibição de corrosão do trolox e do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 O babaçu Como Fonte de Obtenção de Biocombustíveis e Bioprodutos

A amêndoa de babaçu, *Attalea speciosa Mart. ex Spreng*, é um dos principais produtos da extração vegetal no Brasil, sendo os estados brasileiros com a maior produção o Maranhão com 92,9% e o Piauí com 5,9%. Como dois estados localizados na região nordeste, Figura 1, estes estados são referência na produção deste fruto oleaginoso que beneficia famílias e contribui com a economia regional (Porro 2019; Cruz *et al.*, 2020).

Figura 1 – Mapa de localização dos estados do Maranhão e Piauí, os maiores produtores de babaçu do Brasil



Fonte: Elaborado pelo autor.

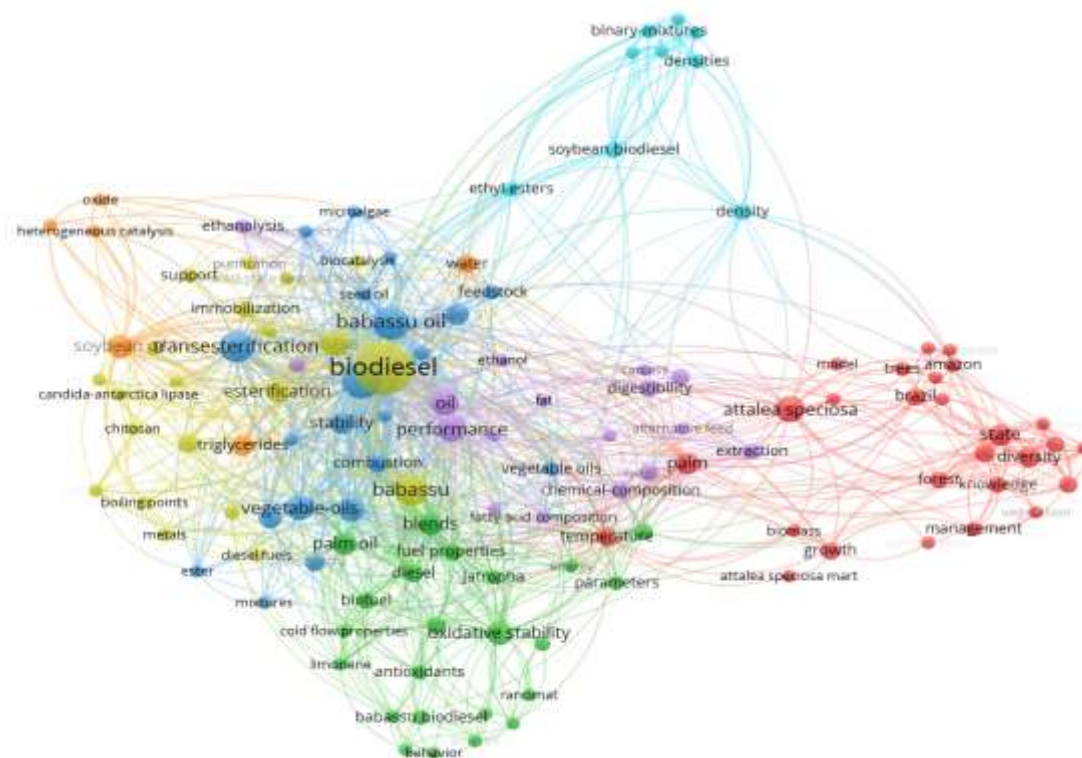
Natural da região Norte e Nordeste, o biodiesel de babaçu se mostra como uma alternativa viável para motores em substituição ao óleo diesel. Estudos de Lira *et al.* (2019) avaliaram o biocombustível em várias proporções obtendo bons resultados para motores de tratores. Na composição do biodiesel de babaçu encontra-se como composto majoritário o ácido láurico 46,65%. Os parâmetros avaliados pela Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) como viscosidade cinemática, número de acidez, Iodo e glicerina livre para o biodiesel de babaçu se encontram dentro dos padrões especificados pela norma (Moura *et al.*, 2019).

Ao abordar o uso do babaçu e outras frutas oleaginosas na produção de biocombustíveis, surgem consideráveis inquietações de ordem ética e socioeconômica, especialmente devido à sua utilização como culturas alimentares. Nesse contexto, a pesquisa científica, que se opõe ao desperdício alimentar, para a produção de biodiesel, emerge como uma área rica em oportunidades e desafios. Estes demandam soluções específicas e adaptadas a cada situação, conforme ressaltado por Cruz *et al.* (2020).

Na tentativa de analisar o estado atual da pesquisa sobre biodiesel de babaçu, assim como os estudos já conduzidos, realizou-se uma breve pesquisa bibliométrica na base de dados Web of Science (WoS) usando os termos de busca (biodiesel AND babassu OR “*Attalea Speciosa*”). A busca foi conduzida com a intenção de identificar esses termos em todos os campos dos artigos, visando ampliar as possibilidades numéricas. O resultado revelou 184 artigos, sem a aplicação de qualquer filtro na base de dados.

A análise dos dados extraídos foi conduzida por meio do software de acoplamento bibliométrico VOSviewer, que cria redes bibliométricas permitindo inferências sobre o estado atual da pesquisa. A primeira análise bibliométrica, utilizando os dados provenientes da WoS, focou na avaliação das palavras-chave. Dos 184 artigos, que abrangiam 1183 palavras-chave, foram selecionadas aquelas mencionadas pelo menos três vezes, totalizando 124 palavras que atenderam a esse critério. O resultado desta análise, representado pelo "mapa de palavras", uma rede bibliométrica de palavras-chave, está ilustrado na Figura 2.

Figura 2 – Principais palavras-chave relacionadas à pesquisa científica com babaçu



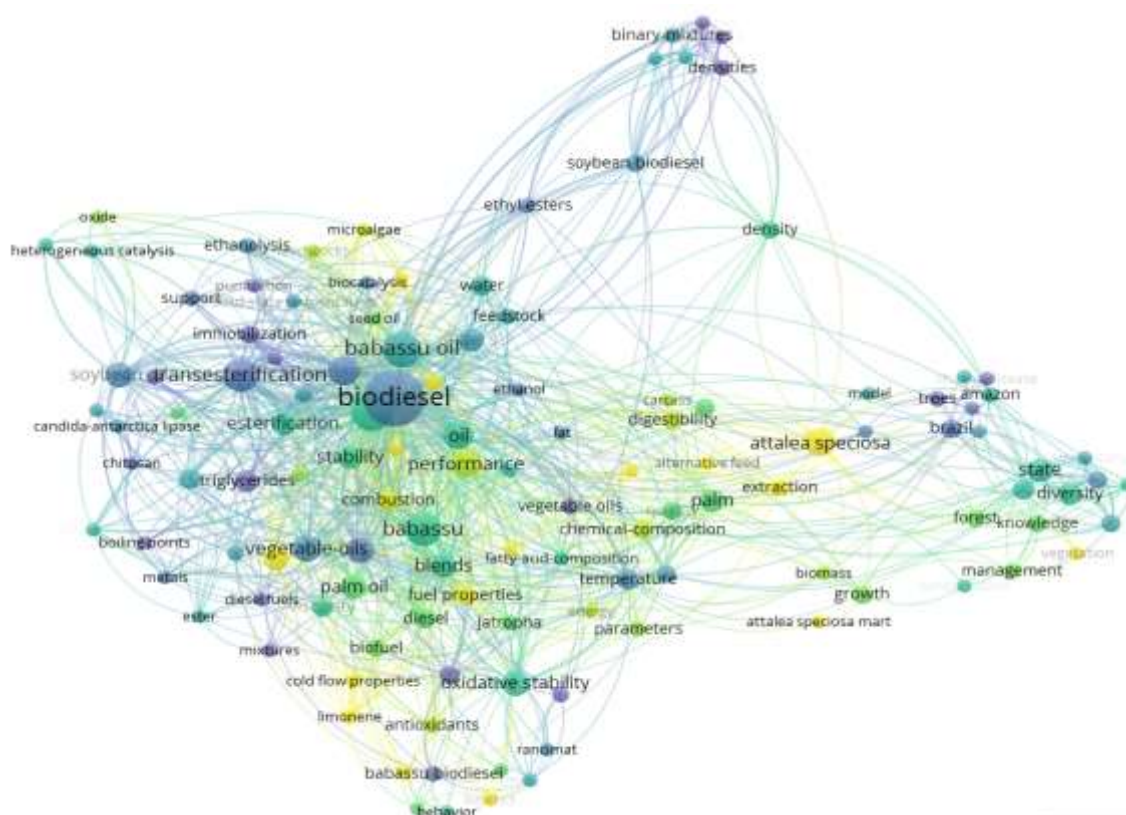
Fonte: Elaborado pelo autor no VOSviewer.

A Figura 2 proporciona uma ampla compreensão sobre o panorama da pesquisa envolvendo biodiesel de babaçu. As 124 palavras estão distribuídas em sete clusters distintos, cada um identificado por uma cor única. Cada cluster apresenta uma palavra de destaque,

destacada por círculos maiores. A magnitude da palavra e do círculo reflete sua relevância, sendo que quanto maior ambos, maior é a intensidade do link, indicando a força da conexão da palavra com as demais. Além disso, a espessura das linhas que conectam as palavras também sinaliza a intensidade da conexão, seja ela mais robusta ou mais fraca.

A análise das palavras-chave da Figura 2 revela que a rota de produção mais prevalente para a síntese de biodiesel é a transesterificação, seguida pela esterificação e a rota enzimática. Além disso, observa-se uma preferência pelo uso de etanol em comparação com o metanol na síntese. As tendências de pesquisa podem ser identificadas na mesma imagem, mas ao visualizar termos recentemente incorporados, conforme apresentado na Figura 3. As tonalidades amarelas indicam pesquisas mais recentes sobre biodiesel de babaçu. Um exemplo notável é a inclusão do termo "antioxidante" como uma das pesquisas mais recentes. Dado que essa palavra possui conexões mais fracas com outras, sugere-se que as investigações sobre antioxidantes para aditivar o biodiesel de babaçu representam uma lacuna a ser preenchida.

Figura 3 – Palavras-chave sobre a pesquisa científica de biodiesel de babaçu em representação de cores de termos usuais e mais recentes



Fonte: Elaborado pelo autor no VOSviewer.

O babaçu possui diversas aplicações, sendo notável o seu emprego na produção de combustíveis sólidos e líquidos. Em um estudo recente conduzido por Chaves *et al.* (2023), foram analisadas as propriedades químicas e morfológicas das fibras de babaçu, visando avaliar sua viabilidade como reforço em compósitos com matriz epóxi. Os resultados obtidos revelaram uma composição química específica, com teores de 28,53% de lignina, 32,34% de hemicelulose e 37,97% de celulose na fibra de babaçu. Além disso, observou-se uma elevada cristalinidade de 81,06% e um ângulo de microfibrilas de 7,67%. Essas características, somadas aos achados prévios, indicam que as fibras de babaçu apresentam propriedades químicas e morfológicas vantajosas para serem utilizadas como reforço em compósitos, evidenciando seu potencial como material significativo para aplicações nas áreas tecnológicas.

Kurczyński *et al.* (2023) conduziram uma investigação sobre a produção de biodiesel de segunda geração a partir de óleo de babaçu e biodiesel de primeira geração derivado de óleo de colza. No decorrer do estudo, foram analisadas as propriedades físico-químicas, além de ser avaliado o impacto de sua adição ao óleo diesel nas características influentes no processo de formação da mistura ar-combustível e no processo de combustão. Diversas misturas de combustíveis, compreendendo teores de 10 a 40% (v/v) de biodiesel (B10, B20, B30 e B40), foram preparadas para realizar testes em propriedades físico-químicas selecionadas dos combustíveis resultantes. Os resultados indicaram que os combustíveis elaborados com biodiesel de babaçu exibiram propriedades mais vantajosas do que aqueles derivados de óleo de colza e diesel de petróleo.

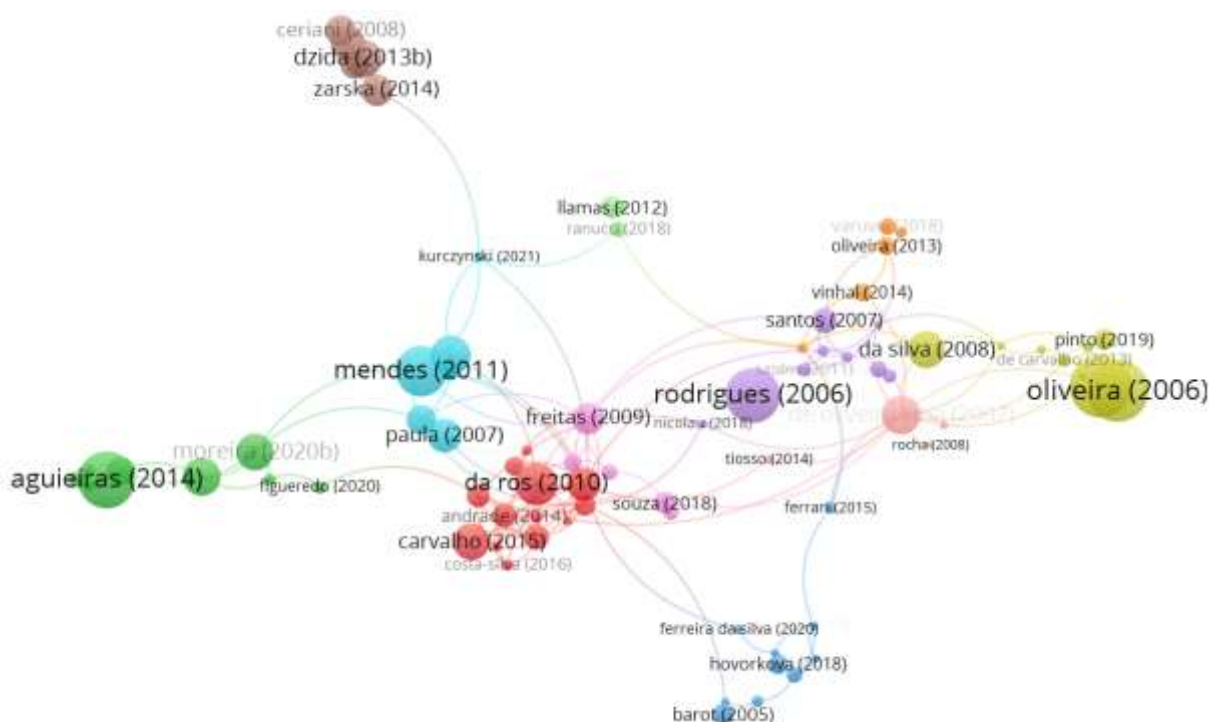
O mesocarpo do babaçu desempenha um papel significativo em pesquisas de grande importância para a sociedade. Uma investigação conduzida por Lima *et al.* (2023) proporcionou novas perspectivas sobre os atributos biológicos dos extratos da farinha do mesocarpo do babaçu, ressaltando sua notável capacidade de absorção de raios UVB e sua efetiva atividade antioxidante, sobretudo no extrato hidroetanólico. Paralelamente, Da Silva *et al.* (2019) se dedicaram ao estudo das propriedades físicas, sorção de água, características térmicas e estrutura de filmes produzidos a partir de pectina cítrica, mesocarpo do coco babaçu e glicerol. Os resultados evidenciaram que os filmes apresentavam estruturas permeáveis, permitindo a utilização de temperaturas elevadas de secagem (até 70 °C) na fabricação, sem comprometer suas propriedades físicas e estruturais.

Louzeiro *et al.* (2021) examinaram o desempenho de diversos sistemas microemulsionados contendo óleo de babaçu, assim como suas misturas com diesel, por meio

da análise de suas propriedades de emissões gasosas e físico-químicas. Os resultados indicaram que a incorporação da nanoemulsão de óleo de babaçu refinado aprimora a queima do diesel, resultando em uma combustão mais completa e na redução da emissão de CO. Apesar do aumento na produção de NOx, é possível mitigar esse efeito ao adicionar maiores quantidades de aguardente. Em relação às características físico-químicas, as misturas apresentam desempenho inferior ao diesel puro, mas com valores próximos ou dentro dos limites estabelecidos pelas regulamentações, o que as torna viáveis como combustíveis. Apesar do ponto de fulgor reduzido, a utilização imediata ainda é considerada viável.

Dos 184 artigos cujos dados foram extraídos da WoS, realizou-se uma análise bibliométrica focalizada nos artigos mais frequentemente citados. Para isso, foram escolhidos aqueles que receberam, no mínimo, 10 citações no software VOSviewer. A Figura 4 exibe a rede bibliométrica desses estudos, destacando suas principais interconexões. É perceptível que os artigos de Oliveira *et al.* (2006), Abreu *et al.* (2004), Aguietas *et al.* (2014) e Rodrigues *et al.* (2006) se destacam, cada um com 128, 127, 115 e 109 citações, respectivamente, sendo os mais citados. No entanto, apesar de sua proeminência em citações, esses trabalhos apresentam poucas conexões com estudos menos citados.

Figura 4 – Autores dos artigos mais citados sobre a produção científica de babaçu e suas aplicações energéticas



Fonte: Elaborado pelo autor no VOSviewer.

A produção científica relacionada ao babaçu e suas aplicações energéticas é notavelmente significativa; no entanto, a necessidade de pesquisas mais abrangentes sobre essa fruta oleaginosa é evidente, dada suas diversas características promissoras como fonte de energia. Em relação às investigações sobre corrosão metálica em biodiesel de babaçu, apenas um artigo foi identificado na base de dados da WoS, o de Rangel *et al.* (2021). Essa lacuna na pesquisa sugere uma área de exploração, pois há pouca informação disponível sobre os efeitos da corrosão do biodiesel de babaçu em componentes metálicos de motores a diesel. Apesar de esta revisão bibliométrica ter sido conduzida em uma única base de dados, é importante notar que a WoS é uma das mais reconhecidas no meio científico.

3.2 Aroeira-do-sertão e suas aplicações

Myracrodruon urundeuva (Engl.) Fr. All., comumente conhecida como "aroeira-do-sertão", é uma planta medicinal da família Anacardiaceae. Tradicionalmente, essa espécie vegetal é utilizada na medicina popular para tratar micoses, candidíase, infecções bacterianas, alergias e inflamações. Devido a esses usos, surgiu a hipótese de que a aroeira-do-sertão poderia ser uma fonte de extrato com propriedades inibidoras de corrosão metálica em meio biodiesel. Ensaios farmacológicos demonstraram que a planta possui atividades antifúngica, anti-inflamatória, antiulcerogênica, anti-histamínica, antibradicinina e analgésica (Carvalho *et al.*, 2017; Pereira *et al.*, 2014; Figueredo *et al.*, 2014; Viana, Bandeira e Matos, 2003).

No trabalho de Viana, Bandeira e Matos (2003), foram demonstradas atividades analgésicas e anti-inflamatórias de uma fração contendo três chalconas diméricas (fração enriquecida com chalcona - CEF), isolada do extrato de acetato de etila da casca do caule de *M. urundeuva*. Observou-se que o CEF (5 e 10 mg/kg de peso corporal, administrado intraperitonealmente ou oralmente) inibiu as contrações abdominais induzidas por ácido acético em camundongos.

O estudo de Carvalho *et al.* (2017) avaliou a composição química do óleo essencial de *M. urundeuva* (MuEO) por cromatografia gasosa-espectrometria de massas (GC-MS), além de investigar seu potencial anti-*Leishmania*, citotoxicidade e capacidade de ativação de macrófagos como possível mecanismo de ação antiprotzoário. Foram identificados quatorze compostos, constituindo 94,87% da composição total do óleo, com β -mirceno (42,46%), α -mirceno (37,23%) e cariofileno (4,28%) como os principais constituintes. O MuEO inibiu o crescimento de promastigotas (IC_{50} $205 \pm 13,4$ μ g/mL), amastigotas axênicas (IC_{50} $104,5 \pm 11,82$ μ g/mL) e reduziu a porcentagem de infecção de macrófagos e o número de amastigotas

por macrófago (IC₅₀ de $44,5 \pm 4,37$ µg/mL), sugerindo atividade anti-Leishmania significativa.

A aroeira-do-sertão está listada como uma espécie da flora brasileira ameaçada de extinção. Por isso, pesquisas como as de Oliveira *et al.* (2014) são importantes para caracterizar o estágio de regeneração de fragmentos florestais monodominados por aroeira em Tumiritinga, MG, com base na resolução 392 do CONAMA, avaliando a correlação entre cobertura de dossel e estágio de regeneração. Silva *et al.* (2021) estudaram a regeneração de brotos in vitro de *M. urundeuva*, visando aumentar a porcentagem de multiplicação da espécie. Foram realizados dois experimentos: 1) diferentes concentrações de 6-benzilaminopurina (BAP) combinadas com ácido naftalenoacético (ANA) em explantes (cotilédone, hipocótilo e nó cotiledonar); 2) concentrações de meta-topolina (mT) em explantes (segmento nodal basal biaxilar, mediano uniaxilar e apical).

Para o uso de plantas e seus extratos como inibidores de corrosão, é essencial determinar sua composição química, uma vez que a inibição de corrosão é determinada pela presença de metabólitos secundários conhecidos como fitoquímicos. Aquino *et al.* (2019) investigaram a composição química do extrato aquoso de *M. urundeuva* obtido por decocção de folhas de plantas cultivadas e analisaram sua atividade anti-inflamatória em neutrófilos humanos. O fracionamento por decocção foi realizado por cromatografia em contracorrente de alta velocidade (HSCCC) e cromatografia líquida de alta eficiência semipreparativa (HPLC) utilizando uma coluna de fenil como fase estacionária, permitindo o isolamento de 24 compostos, incluindo derivados fenólicos, taninos hidrolisáveis, glicosídeos flavonoides e megastigmanos. Esses metabólitos bioativos provavelmente contribuem para os efeitos inibidores de corrosão metálica da aroeira-do-sertão.

3.3 Corrosão de Materiais na Indústria do Biodiesel e Automobilística

A corrosão de componentes do motor representa um desafio operacional significativo que está sendo enfrentado tanto em ambientes laboratoriais quanto industriais. No setor de combustíveis e automotivo, a gasolina e o diesel estão sendo progressivamente substituídos por biocombustíveis tais como o biodiesel e etanol. Diferentes partes do motor são confeccionadas com uma variedade de materiais, sendo as peças mais comuns o sistema de escapamento, pistões, bomba de combustível, filtro de combustível, abastecimento de combustível, tanque de combustível e sistema de injeção de combustível. A fabricação dessas peças utiliza materiais como aço, alumínio, cobre, plástico, borracha e cerâmica (Chidambaram *et al.*, 2021; Ettefagh, Guo e Raush, 2021).

Rudolf Diesel, o criador do motor de ignição por compressão, inicialmente concebeu o motor para operar com óleos vegetais. Em 1912, expressou a visão de que, ao longo do tempo, os óleos vegetais poderiam rivalizar em importância com o petróleo e os derivados do carvão. Contudo, com o avanço do diesel de baixo custo, a adoção de óleos vegetais como combustíveis diminuiu. Em 1937, a Bélgica concedeu a primeira patente relacionada à produção de biodiesel, obtido através da transesterificação de óleos vegetais com etanol. A conversão do óleo vegetal em biodiesel visava principalmente reduzir sua viscosidade elevada e aprimorar suas propriedades de combustão (Coronado *et al.*, 2019).

Em conformidade com as expectativas de Rudolf Diesel, na atualidade o biodiesel está em ascensão em diversos países que buscam renovar suas matrizes energéticas. No entanto, conforme estudos recentes de Thangarasu, Balaji e Ramanathan (2019), no que diz respeito às características de corrosão, o diesel foi considerado menos corrosivo do que o biodiesel causando certa desvantagem competitiva. Porém, nos testes de corrosão os autores descobriram que o B50 é a segunda mistura ideal que possui uma quantidade significativa de biodiesel e induz menos corrosão em comparação com todas as outras misturas.

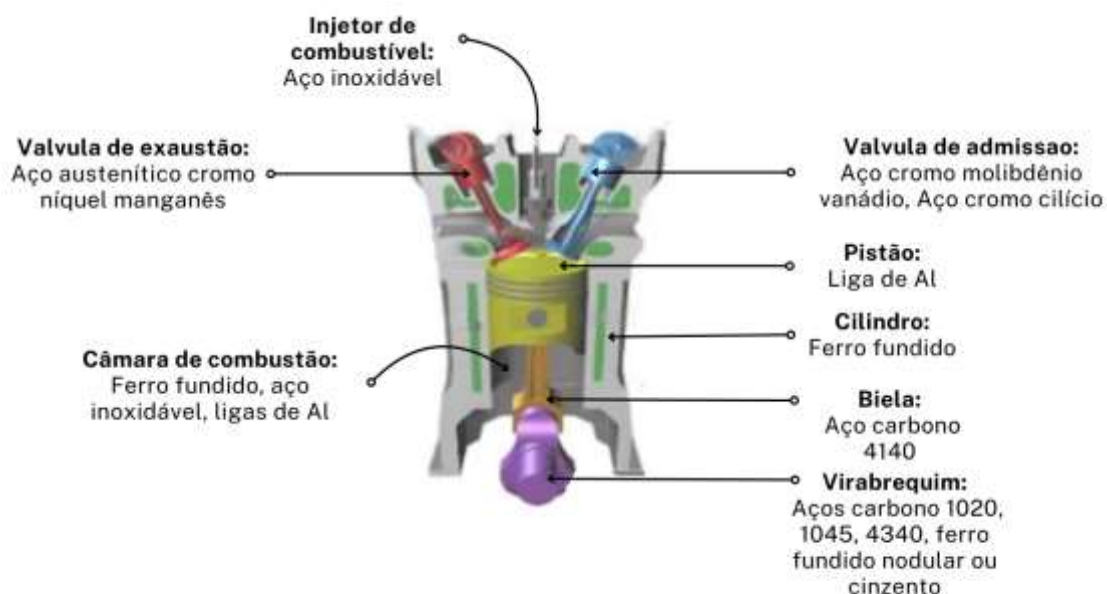
O diesel demonstra menor propensão à corrosão em comparação com o biodiesel, principalmente devido à reduzida presença de átomos de enxofre no combustível, limitando assim o potencial de indução de corrosão nos metais. Para cumprir as exigentes regulamentações de emissões, o diesel comercial passa por um processo de dessulfurização, resultando em níveis mínimos de enxofre. Em contraste, o biodiesel tem maior propensão à corrosão devido a diversas razões. Trata-se de um éster capaz de formar facilmente ligações de hidrogênio com moléculas de água, tornando-se higroscópico. Essa característica higroscópica desencadeia reações de hidrólise, levando à formação de glicerol livre e ácidos graxos, contribuindo assim para a corrosão dos metais (Thangarasu, Balaji e Ramanathan, 2019).

3.3.1 Principais Metais e Ligas das Pesquisas de Corrosão em meio Biodiesel

As marcantes diferenças em termos de corrosão metálica entre o diesel e o biodiesel são notáveis. O percurso desses combustíveis pelo motor diesel envolve a interação com vários componentes metálicos suscetíveis à corrosão como mostra a Figura 5. Na Tabela 1 pode-se consultar os metais analisados ultimamente em pesquisas sobre corrosão causada por biodiesel proveniente de diversas fontes oleaginosas. Esses estudos desempenham um papel crucial ao orientar a seleção de materiais na indústria automotiva, naval e em outros setores. A interação entre as moléculas de biodiesel e as superfícies metálicas depende em grande parte

do tipo de biodiesel produzido (Fazal, Rubaiee e Al-Zahrani, 2019).

Figura 5 – Alguns metais e ligas presentes em motores do ciclo diesel



Fonte: Adaptado de Hoang *et al.* (2020).

Tabela 1 – Metais e ligas metálicas de estudos recentes sobre corrosão em biodiesel de diversas fontes oleaginosas

Material	Tipo de biodiesel	Referência
Cobre, alumínio e aço inoxidável 316L	Gordura de frango	Shehzad <i>et al.</i> , (2023)
Aço inoxidável e aço galvanizado	Palma	Chandran <i>et al.</i> , (2023)
Ferro fundido nodular ligado	Palma	Deshpande <i>et al.</i> , (2019)
Zinco e aço carbono 1020	Soja	Fernandes, Ferreira e da Silva (2021)
Aço inoxidável AISI 316	Soja	Alves, Dutra-Pereira e Bicudo (2019)
Cobre	Nim	Ateeq <i>et al.</i> , 2022
Cobre	Soja	Fernandes, Ferreira e da Silva (2021)
Cobre, bronze com chumbo, e bronze fosforoso	Palma	Fazal <i>et al.</i> (2018)

Fonte: Elaborado pelo autor.

Ao observar a Tabela 1, destaca-se a ampla variedade de metais e ligas abordados nos estudos de corrosão. É evidente que tanto o tipo de metal quanto o biodiesel desempenham

papéis determinantes nas taxas de corrosão. No entanto, conforme destacado por Deyab (2016), é crucial reconhecer que a corrosão metálica pode ser desencadeada por diversos fatores, englobando:

- I) O biodiesel, por ser um éster, forma ligações de hidrogênio com a água, tornando-se mais higroscópico em comparação com o diesel composto por hidrocarbonetos. A presença de água pode contribuir para a corrosão de materiais metálicos ou induzir a hidrólise do biodiesel, resultando em ácidos graxos e glicerol, o que intensifica a corrosão metálica ou favorece o crescimento microbiano, levando à corrosão microbiana.
- II) A presença de impurezas como água, metanol, glicerol livre, ácidos graxos livres e resíduos de catalisador (NaOH e KOH) devido à conversão incompleta ou purificação inadequada também pode causar corrosão metálica.
- III) Devido à sua boa lubricidade, o biodiesel tem a capacidade de dissolver mais peças metálicas em comparação com o diesel. Os metais residuais em solução contribuem para a degradação do biodiesel e promovem a corrosão metálica.
- IV) Certos metais presentes no biodiesel, como latão, cobre e alumínio, atuam como catalisadores para a oxidação do biodiesel. Consequentemente, o índice de acidez do biodiesel aumenta proporcionalmente à taxa de corrosão para diferentes metais.

Além de conhecer as principais causas da corrosão por biodiesel podemos buscar entender como andam essas pesquisas nos últimos anos. A análise bibliométrica do estado atual das pesquisas sobre a corrosão de metais em meio biodiesel, representada na Figura 6, se baseia em dados de 513 artigos exportados da WoS. Com um total de 2204 palavras-chave, foram selecionadas aquelas citadas no mínimo 5 vezes, resultando em uma rede bibliométrica de 162 palavras organizadas em 6 clusters.

propriedades intrínsecas, mas também pode ser influenciada por considerações econômicas.

Um exemplo desse equilíbrio entre características técnicas e econômicas é observado no caso do aço carbono AISI 4340, um material de engenharia altamente valorizado devido à sua resistência, tenacidade e capacidade de manter boa resistência à fadiga em altas temperaturas. Amplamente utilizado em uma variedade de aplicações, como virabrequins de automóveis, componentes de aeronaves e peças pesadas de rocha, o AISI 4340 destaca-se, no entanto, pela necessidade de aprimoramento das propriedades superficiais por meio de revestimentos. Esses revestimentos visam otimizar o desempenho do material, proporcionando proteção contra desgaste, fricção, fadiga e corrosão, contribuindo assim para a durabilidade e eficiência dos componentes automotivos (Atcharawadi e Boonruang 2015; de Campos *et al.*, 2020).

As informações disponíveis sobre o comportamento à corrosão do aço carbono 4340 em meio biodiesel são limitadas, apesar de sua ampla utilização em diversos setores industriais. Dada a viabilidade econômica e a vantagem do custo-benefício associadas a esse material, sua aplicação na fabricação de componentes do motor diesel deve ser considerada e estudada. Diante dessa lacuna de conhecimento, torna-se imperativo aprofundar as pesquisas sobre a corrosão do aço carbono 4340 em ambientes de biodiesel. Além disso, é crucial explorar possíveis opções para a inibição eficaz da corrosão, garantindo assim a durabilidade e a eficiência desse material nas condições específicas do uso em motores a diesel.

3.4 Metodologias Para Estudos de Corrosão Metálica em Meio Biodiesel

De acordo com Al-amier, Isahak e Al-Azzawi (2023), a corrosão é um grande desafio em diversas indústrias, causando danos significativos às estruturas metálicas. A investigação da corrosão metálica em diferentes meios é crucial para entender e mitigar os efeitos degradantes dos ambientes. Embora desafiadora, a corrosão pode ser gerida por técnicas como a gravimetria, que avalia a perda de peso do metal devido à corrosão, proporcionando uma avaliação quantitativa da degradação. A Tabela 2 ilustra o amplo uso dos ensaios de perda de massa para diferentes tipos de biodiesel, metais ferrosos, não ferrosos e materiais elastômeros.

Tabela 2 – Aplicações de ensaios de perda de massa para diferentes tipos de biodiesel, metais ferrosos, não ferrosos e materiais elastômeros

Biodiesel	Material	Método	Degradação	Referência
Óleo de cozinha residual	Aço carbono	Imersão estática a 27 °C/1200 h	4,8 µm/ano	Deyab (2016)
Palma	Aço inoxidável	Imersão estática a	0,038 µm/ano	Fazal <i>et al.</i>

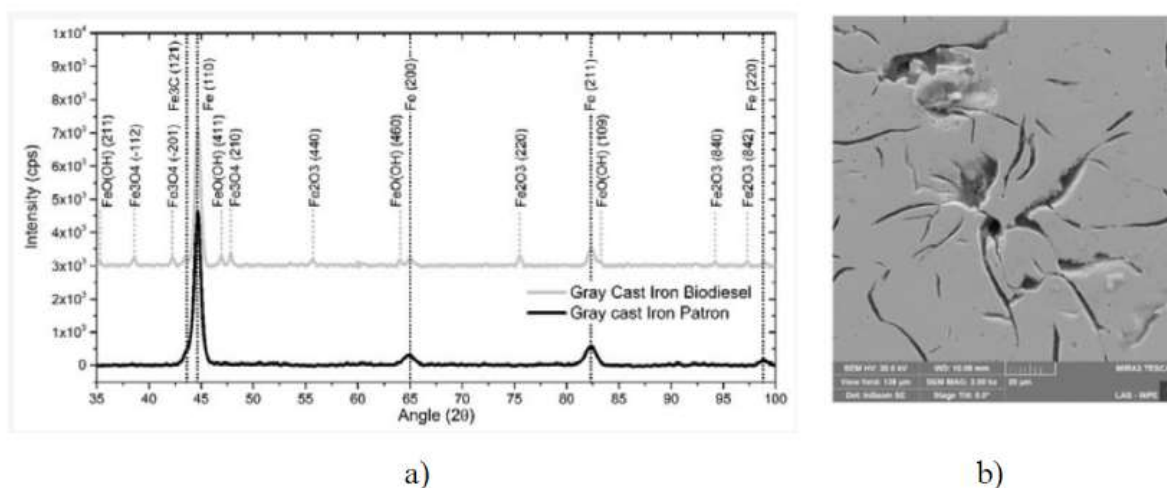
		80 °C/1440 h	(2010)	
Biodiesel	Material	Método	Degradação	Referência
Colza	Aço inoxidável	Imersão estática a 43 °C/1200 h	0,087 µm/ano	HU <i>et al.</i> (2012)
Girassol	Aço macio	Imersão estática a temperatura ambiente/3000 h	8,128 µm/ano	Cursaru <i>et al.</i> (2014)
Palma	Alumínio	Imersão estática a 27 °C/720 h	3,12 µm/ano	Chew <i>et al.</i> (2013)
Colza	Alumínio	Imersão estática a 80 °C/600 h	8,89 µm/ano	Norouzi <i>et al.</i> (2012)
Soja	Borracha nitrílica	Imersão estática a 21 °C/240 h	NRs com 20% de ACN apresentam o maior inchaço Volume aumentado: 25,84%	Kass <i>et al.</i> (2018)
Palma	Borracha nitrílica	Imersão estática a 25 °C/100 h	Resistência à tração reduzida: 28,57%	Haseeb <i>et al.</i> (2011)
Palma	Cobre	Imersão estática a 25 °C/2640 h	1,35 µm/ano	Haseeb <i>et al.</i> (2010)
Palma	Cobre	Imersão estática a 25 °C/120 h	1,75 µm/ano	Chandran <i>et al.</i> (2016)
Palma	Ferro fundido	Imersão estática a 27 °C/2880 h	2,85 µm/ano	Fazal <i>et al.</i> (2012)
Jatrofa	Liga de alumínio	Imersão estática de 15 a 40 °C/7200 h	0,28 µm/ano	Kaul <i>et al.</i> (2007)
Palma	Policloreopreno	Imersão estática a 25 e 50 °C/500 h	A resistência à tração, degradação e dureza foram reduzidas Volume reduzido: 2,96%	Haseeb <i>et al.</i> (2010)
Palma	Politetrafluoroetileno	Imersão estática a 25 °C/100 h	Resistência à tração reduzida: 14,28%	Haseeb <i>et al.</i> (2011)

Fonte: Elaborado pelo autor.

Para complementar os testes gravimétricos, a microscopia eletrônica de varredura (MEV) pode ser utilizada para analisar detalhadamente a morfologia da superfície corroída, fornecendo informações sobre a forma e a extensão dos danos. A Difração de Raios X (DRX) é útil para identificar produtos de oxidação. Adicionalmente, são utilizadas técnicas como microscopia óptica de condução, espectroscopia de energia dispersiva (EDS), espectroscopia de fotoelétrons de raios X (XPS) e espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) para caracterizar superfícies metálicas (Fazal *et al.*, 2019).

As ligas ferrosas mais comuns em automóveis são ferro fundido, aço carbono e aço inoxidável. A corrosão de metais ferrosos ocorre pela oxidação do ferro de Fe para Fe^{2+} e depois para Fe^{3+} , variando conforme o tipo de liga, meio de corrosão e ambiente. A pesquisa de Amaya *et al.* (2018) mostrou, na Figura 7 a), a formação de FeO , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 e $\text{FeO}(\text{OH})$ em superfícies de ferro fundido expostas ao biodiesel de Palma. A Figura 7 b) revela, por MEV, a degradação da amostra após 1320 horas de exposição e um estado de oxidação cíclica, evidenciando a perda parcial de grafita e a presença de pites superficiais variando de 20 a 100 μm e menores ($\pm 2 \mu\text{m}$).

Figura 7 – a) Espectro de XRD e b) MEV do ferro fundido cinzento exposto ao biodiesel de palma



Fonte: Amaya *et al.* (2018).

Recursos teóricos como modelagem matemática também surgem em diversos trabalhos científicos desempenhando um papel significativo no estudo da corrosão metálica, permitindo a predição do desempenho de materiais em condições específicas. Modelos termodinâmicos e cinéticos são utilizados para simular o comportamento e a evolução da corrosão ao longo do tempo. Portanto, cálculos têm sido empregados para prever, por

exemplo, como substâncias orgânicas se comportam em superfícies metálicas e para fornecer novas propostas ao trabalho experimental. (Li *et al.*, 2021; Miralrio e Espinoza, 2020).

3.5 Inibidores de Corrosão Para Metais em Meio Biodiesel

Substâncias antioxidantes têm sido estudadas como aditivos para biodiesel para aprimorar a estabilidade oxidativa. Recentemente Rajamohan *et al.* (2022) fizeram uso de quatro antioxidantes, nomeadamente, terc-butil-hidroquinona (TBHQ), hidroxitolueno butilado (BHT), pirogalol (PY) e galato de propila (PG) para estudar a estabilidade oxidativa do biodiesel de *Prosopis juliflora* com adição dos antioxidantes (1000 ppm) no B20, utilizando o teste Rancimat para verificar se o período de indução atenderia às normas EN14214 utilizando curva condutividade versus tempo. Os antioxidantes também vêm sendo testados como potenciais inibidores de corrosão, como exemplo, Almeida *et al.* (2011), terc-butil-hidroquinona (TBHQ) foi utilizada com sucesso para controlar a corrosão do cobre. Após 50 h, a presença de TBHQ resultou em uma diminuição na concentração de cobre no biodiesel (1,16 µg/g) e sem TBHQ (3,62 µg/g). Eles atribuíram os resultados favoráveis obtidos à formação de uma película protetora na superfície do cobre na presença do inibidor de corrosão. Já o derivado de succinimida à base de poliisobutileno (SID) e o irganor NPA, demonstraram ser inibidores da corrosão em biodieséis de óleo de colza e óleo de palma (Hancsók *et al.* 2008).

Conforme Jakeria *et al.* (2015) aminoaminas, amins oxialquiladas, diaminas, amins primárias, ácidos dodecil benzeno sulfônicos, imidazolinas, ácido naftênico, ésteres de fosfato estão entre os inibidores de corrosão mais populares usados. Por outro lado, devido à promoção contínua de alternativas verdes aos petroquímicos tóxicos pelas políticas governamentais, intensificaram-se recentemente os esforços de investigação para o desenvolvimento de inibidores de corrosão verdes, principalmente os extratos verdes provenientes de plantas. (Sayyid *et al.*, 2023).

Conhecer a composição destes extratos é essencial para descobrir que tipo de interação eles podem ter com os metais e meios corrosivos estudados. Portanto, é necessário investigar a presença de compostos orgânicos heterocíclicos, grupos funcionais como carbonila, hidroxila, aldeído, anel aromático, pois são grupos que geralmente inibem a corrosão dos metais. A eficiência de inibição de diferentes concentrações de extrato é um indicador valioso para obter uma perspectiva clara na escolha de um extrato para uma finalidade específica.

Dadas às opções de inibidores de corrosão metálica em meio biodiesel a Tabela 3 traz um compilado de opções que variam de inibidores comerciais a extratos vegetais que tem sido

usados como aditivos para biodiesel, seja para estudos de estabilidade oxidativa ou inibição de corrosão. Pode-se notar que a eficiência de alguns inibidores de corrosão verde podem chegar a valores acima de 95 %.

Tabela 3 – Comparação entre as eficiências de inibição de corrosão entre distintos inibidores, amostras de biodiesel e metais

Biodiesel	Metal	Inibidor de corrosão	Eficiência(%)	Referência
Soja	Cobre	<i>Psidium guajava</i>	55,37	Fernandes, Ferreira e da Silva (2021)
Soja	Zinco e aço carbono 1020	<i>Terminalia Catappa</i>	78,41	Fernandes, Ferreira e da Silva (2021)
Soja	Aço carbono 1018	Galato de propila	83	Santana <i>et al.</i> (2015)
Neem	Cobre	<i>Ricinus communis</i>	95	Priyatharesini <i>et al.</i> (2019)
Óleo de cozinha residual	Alumínio	<i>Salvia rosmarinus</i>	95,7	Deyab (2016)
Óleo de cozinha residual	Alumínio e cobre	<i>Vitex negundo</i>	96	Subedi <i>et al.</i> (2019)
Neem	Cobre	<i>Myristica fragrans</i>	98,04	Iyyappan <i>et al.</i> (2024)
Palma	Ferro fundido	Tert-butylamine (TBA)	49.41	Fazal <i>et al.</i> (2011)
Óleo de cozinha residual	Aço carbono	Butylated hydroxytoluene (BHT)	94,40	Deyab (2016)
Palma	Cobre	Pyrogallol (PY)	61,86	Fazal <i>et al.</i> (2018a)
Soja	Aço carbono	Benzotriazole (BTA)	83	Santana, Meira e Tentardini (2015)
Palma	Cobre	Benzotriazole (BTA)	69,12	Fazal <i>et al.</i> (2018)
Palma	Cobre	Propyl gallate (PG)	23,89	Fazal <i>et al.</i> (2018)
Soja	Aço carbono	Stearic acid	75	Santana, Meira e Tentardini (2015)
Soja	Aço carbono	β -Carotene	62	Santana, Meira e Tentardini (2015)

Fonte: Elaborado pelo autor.

Considerando o objetivo desta pesquisa vale destacar sobre os inibidores de corrosão verde da Tabela 3, que uma metodologia muito usada para complementar o entendimento de análises de perda de massa costuma ser o uso de modelos de adsorção para entender o mecanismo de adsorção de moléculas inibidoras, como Langmuir, El-Awady, Fumkin, Floy-Huggins, Temkin e Freundlich. Os dados gravimétricos obtidos com extratos verdes

apresentam resultados de ajuste satisfatórios quando ajustados ao modelo de adsorção de Langmuir, Equação (1), onde, C é a concentração do extrato, $\theta = \eta / 100$ significa o grau de cobertura de superfície do aço e K_{ads} é a constante de equilíbrio de adsorção.

$$\frac{C}{\theta} = \frac{1}{K_{ads}} + c \quad (1)$$

A isoterma de adsorção pode ser determinada usando a relação entre o grau de cobertura superficial e várias concentrações de inibidor, ou seja, a partir dos dados dos ensaios de perda de massa. É considerada a isoterma com melhor ajuste aquela que apresenta coeficiente de correlação (R^2) mais próximo de 1. Um notável trabalho cujo processo de adsorção segue a isoterma de Langmuir é a pesquisa de Benahmed *et al.*, (2020), que se trata de uma investigação sobre as propriedades de adsorção e inibição de corrosão do extrato butanólico de *Elaeoselinum thapsioides* e seu efeito sinérgico com *Reutera lutea* (Desf.) Maires (Apiaceae) em aço carbono A283 em solução de ácido clorídrico.

A partir dos dados obtidos pela isoterma de Langmuir a constante de equilíbrio pode ser determinada. Por sua vez os valores da constante podem ser usados para calcular a energia de adsorção livre de Gibbs, Equação (2),

$$\Delta G_{ads}^0 = -RT \ln(C \cdot k_{ads}) \quad (2)$$

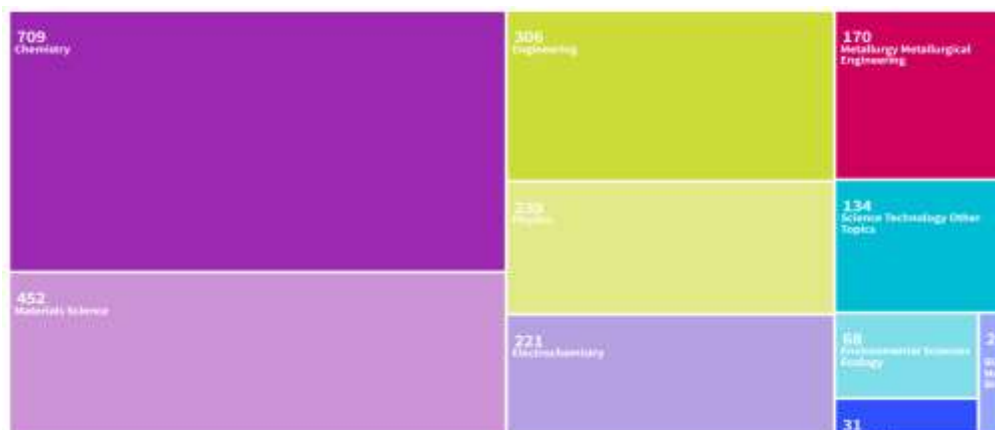
o processo de adsorção pode ser classificado como fisissorção quando os valores de $\Delta G_{ads}^0 = -20$ kJ/mol ou menos negativos, e é classificado como quimissorção para $\Delta G_{ads}^0 = -40$ kJ/mol ou mais negativo. O sinal negativo indica que ocorreu a espontaneidade do processo de adsorção (Rubaye *et al.* 2015).

Em suma, os inibidores de corrosão verde agem na superfície metálica promovendo a proteção do metal e funcionam como inibidores mistos, ou seja, o mecanismo de adsorção pode ocorrer por quimissorção e fisissorção. É do interesse dos pesquisadores analisar os componentes fitoquímicos presentes em cada tipo de extrato, já que as ações inibitórias dos extratos vegetais são devidas à presença de alguns compostos orgânicos, como saponina, tanino, alcaloide, esteroides, glicosídeos e aminoácidos. A maioria desses compostos possui centros para elétrons π e grupos funcionais (como $-C = C-$, $-OR$, $-OH$, $-COOH$, $-NR_2$, $-NH_2$ e $-SR$), que fornecem elétrons facilitando a adsorção do inibidor na superfície do metal (Mourya *et al.*, 2014).

Para entender sobre o estado atual das pesquisas sobre inibidores de corrosão verde, especificamente na base de dados WoS, uma busca com os termos “green extract and corrosion inhibition” foi realizada. Foram encontrados 1603 documentos entre 1999 a 2025, distribuídos em 1473 artigos, 74 artigos de revisão, 59 documentos processuais, 30

documentos de acesso antecipado e 1 material editorial. Estes documentos são publicados majoritariamente nas áreas de pesquisa de Química, Ciência de Materiais, Engenharia, Física, Eletroquímica, Metalurgia, Ciência, Tecnologia e outros tópicos, conforme mostra o mapa em árvore da Figura 8.

Figura 8 – Mapa em árvore das principais áreas de pesquisa com maior número de publicações sobre inibidores de corrosão verde



Fonte: Web of Science.

Com uma análise de palavras-chave sobre os inibidores de corrosão verde é possível ter uma noção de como se encontra o estado desta pesquisa. Os dados dos 1603 documentos foram tratados no VOSviewer. Dentre as 3958 palavras-chave presentes nestes documentos foram selecionadas as citadas no mínimo 20 vezes, resultando na rede da Figura 9, que contém 135 palavras-chave distribuídas em 6 clusters.

4 METODOLOGIA

Este capítulo abrange a síntese do biodiesel e a obtenção dos extratos vegetais utilizados na pesquisa. Detalha o procedimento do ensaio gravimétrico, realizado conforme as normas ASTM, além de apresentar a metodologia aplicada no tratamento dos dados por meio das equações utilizadas nos cálculos. São também descritas as análises conduzidas, abordando os parâmetros essenciais relacionados à superfície metálica e ao biodiesel.

4.1 Materiais

O óleo usado para a síntese de biodiesel foi o óleo de babaçu, da marca Francol, Chapadinha Sul - Esperantina - PI. A composição em ácidos graxos do óleo conforme especificações do fabricante estão disponíveis na Tabela 4, onde pode-se notar que o composto em maior porcentagem é o ácido láurico (C12:0). Conforme Moura *et al.* (2019) este ácido graxo é importante na indústria devido a sua resistência à oxidação e, por possuir uma cadeia carbônica curta, que permite uma interação mais efetiva com o agente transesterificante.

Tabela 4 – Composição em ácidos graxos do óleo comercial de babaçu

Ácidos graxos	%/100 g
C6:0 Capróico	0,38
C8:0 Caprílico	5,56
C10:0 Cáprico	4,99
C12:0 Láurico	45,78
C14:0 Mirístico	18,56
C16:0 Palmítico	8,85
C18:0 Esteárico	3,39
C18:1 Ômega 9 Oleico	5,65
C18:2 Ômega 6 Linoleico	0,94

Fonte: Elaborado pelo autor conforme dados do rótulo do óleo.

Os reagentes utilizados para a síntese e os testes de índice de acidez e índice de saponificação foram: hidróxido de potássio KOH, metanol CH₃OH, éter etílico (C₂H₅)₂O, álcool etílico C₂H₆O, ácido clorídrico HCl, hidróxido de sódio NaOH, fenolftaleína C₂₀H₁₄O₄. Os índices de acidez e saponificação do óleo foram determinados conforme a metodologia de Zenebon *et al.* (2005) do Instituto Adolfo Lutz.

O metal usado foi o aço carbono SAE 4340 adquirido da empresa Servicom Aços Especiais Caucaia-CE, na forma de barra redonda de 1 m de comprimento e diâmetro de 5/8 polegadas. A composição elementar do aço pode ser vista na Tabela 5.

Tabela 5 – Composição elementar do aço carbono 4340

Elemento	Teor (m/m)%
Ferro	95 a 96
Carbono	0,37 a 0,43
Silício	0,15 a 0,30
Manganês	0,60 a 0,80
Fósforo	0,035 (máx.)
Enxofre	0,040 (máx.)
Cromo	0,70 a 0,90
Níquel	1,5 a 2
Molibdênio	0,20 a 0,30

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Neutralização do Óleo de Babaçu

O óleo de babaçu apresentou índice de acidez elevado, portanto, inadequado para a rota de transesterificação. Foi necessário proceder com a neutralização, Figura 10, conforme a metodologia utilizada por Hochscheidt *et al.* (2020), que consistiu na pesagem do óleo e adição de volume adequado de NaOH 1,5 mol/L, conforme a Equação (3), agitação da mistura por 30 minutos e posterior aquecimento a temperatura de 65 a 70 °C por 5 minutos.

$$V_{NaOH}(mL) = \frac{I_A \cdot m}{M_{NaOH} \cdot 56,1} \quad (3)$$

onde:

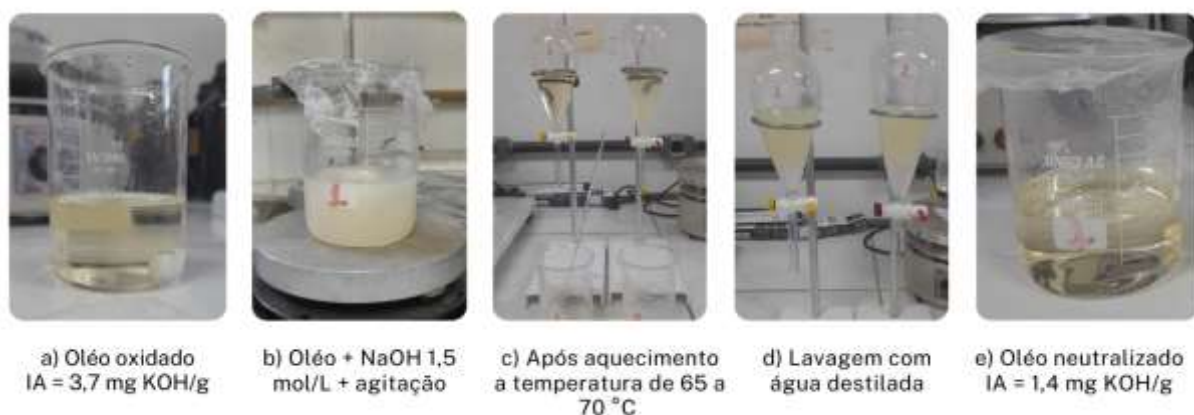
V_{NaOH} = Volume de NaOH em mL;

I_A = Índice de acidez;

m = massa da amostra;

M_{NaOH} = molaridade NaOH.

Figura 10 – Processo de neutralização do óleo de babaçu

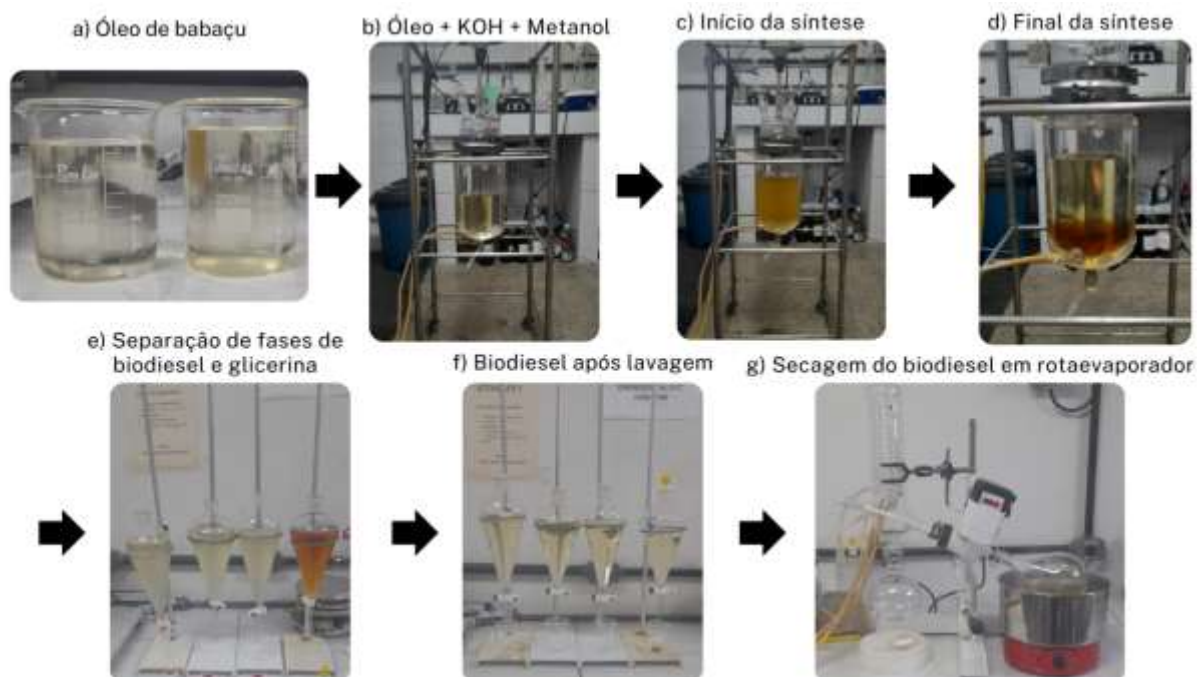


Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3 Síntese de Biodiesel de Óleo de Babaçu

O biodiesel foi produzido pela rota de transesterificação do óleo de babaçu com metanol na presença de KOH como catalisador, em reator batelada acoplado a um banho ultratermostático a temperatura de 60 °C durante 1h, Figura 11. Posteriormente, foi armazenado em recipiente âmbar coberto com papel alumínio a temperatura ambiente (aproximadamente 30 °C).

Figura 11 – Etapas da síntese do biodiesel de óleo de babaçu



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os procedimentos para a produção de biodiesel começaram com a determinação inicial da quantidade de massa de álcool, massa de catalisador e volume de álcool necessários.

Para o catalisador KOH–utilizou-se 1,5% da massa do óleo de babaçu. Os cálculos foram conduzidos conforme estabelecido pela Equação (4).

$$M_{KOH} = \frac{0,015 \cdot m_{OB}}{Pureza_{KOH}} \quad (4)$$

onde:

- ✓ M_{KOH} = massa de KOH em gramas;
- ✓ $Pureza_{KOH}$ = pureza de KOH correspondente a 85%;
- ✓ O número 0,015 corresponde a porcentagem do catalisador em relação a massa do óleo = 1,5%.

Dado que o índice de acidez e o índice de saponificação são parâmetros essenciais para determinar os ácidos graxos na amostra, eles foram incorporados na Equação para calcular a quantidade de álcool utilizada no procedimento, conforme apresentado na Equação (5).

$$m_{álcool} = \frac{2 \cdot m_{OB} \cdot M_{metanol} \cdot (I_S - I_A)}{M_{KOH} \cdot 1000} \quad (5)$$

onde:

- ✓ $m_{álcool}$ = massa de metanol em gramas;
- ✓ m_{OB} = massa de óleo de babaçu;
- ✓ $M_{metanol}$ = massa molar do metanol;
- ✓ M_{KOH} = massa de KOH;
- ✓ I_S = índice de saponificação;
- ✓ I_A = índice de acidez;
- ✓ O fator multiplicador x2 diz respeito a uma simplificação da razão molar 6:1 metanol:óleo.

O volume de álcool a ser usado na reação foi determinado conforme a Equação (6).

$$V_{álcool} = \frac{m_{álcool}}{D_{metanol}} \quad (6)$$

onde:

$V_{álcool}$ = volume de metanol em mL;

$m_{álcool}$ = massa de metanol em g;

$D_{metanol}$ = densidade do metanol 0,792 g/ml.

Resumidamente, o procedimento de síntese foi realizado em duas etapas, visando otimizar a eficiência da conversão em ésteres metílicos. A primeira etapa envolveu a

transesterificação com as quantidades de metanol e KOH (1,5% m/m), determinadas pelas Equações (4), (5) e (6), respectivamente. A segunda etapa foi conduzida com 15% m/m de metanol e 0,5% m/m de KOH.

O início do processo consistiu no aquecimento do óleo, adicionado ao reator pré-aquecido a 60 °C por 30 minutos. Isso garantiu que o óleo estivesse na temperatura apropriada quando a reação de transesterificação começasse. Simultaneamente, a solução catalisadora foi preparada: o KOH foi pesado em um Erlenmeyer, e o volume de metanol foi adicionado, agitando-se a mistura para completa homogeneização dos reagentes. O catalisador foi então adicionado ao óleo no reator, e o tempo de reação foi cronometrado.

Após a primeira hora de reação, a mistura foi transferida para um funil de separação, aguardando a separação das fases de ésteres metílicos e glicerina. Para a segunda etapa, uma nova solução catalisadora foi preparada, contendo 15% das massas iniciais de metanol e KOH, e adicionada ao sistema reacional, permanecendo sob agitação por 1 hora a 60 °C. Após a conclusão desta etapa, a mistura foi novamente transferida para um funil de separação, iniciando-se o processo de lavagem, pois vestígios de glicerina e catalisador ainda estavam presentes. Para remover impurezas, adicionou-se 15% de água destilada em relação à massa de biodiesel. O pH da água retirada foi verificado a cada lavagem, alcançando um pH 7, neutro.

Após a conclusão da lavagem, a mistura de ésteres metílicos foi transferida para um rotaevaporador com banho maria mantido a 90 °C e banho ultratermostático a 16 °C por 30 minutos a 40 rpm, removendo vestígios de metanol e água.

4.4 Análises Físico-Químicas do Biodiesel de Babaçu

As determinações dos índices de acidez e saponificação foram conduzidas no laboratório do Grinzequi-UFC, seguindo a metodologia preconizada pelo Instituto Adolfo Lutz. As análises de massa específica a 20 °C, viscosidade cinemática a 40 °C e cromatografia foram executadas no Núcleo de Pesquisas em Lubrificantes Prof. Ícaro de Sousa Moreira (NPL/ISM/UFC).

4.4.1 Índice de Acidez

O índice de acidez do biodiesel foi determinado de acordo com a metodologia descrita por Zenebon *et al.* (2005) do Instituto Adolfo Lutz. O teste foi feito em duplicata pesando-se 2 g da amostra e em seguida, adicionou-se 25 mL da solução neutra de éter-etanol (2:1). Em seguida, acrescentou-se 2 gotas de fenolftaleína 1% e procedeu-se com a titulação com

solução padrão de NaOH 0,1 mol/L até o aparecimento da cor rósea. O volume gasto foi anotado e o I_A determinado pela Equação (7).

$$I_A = \frac{28,2 \cdot f_{NaOH} \cdot V_A \cdot M_{NaOH}}{m} \quad (7)$$

onde:

I_A = índice de acidez;

f_{NaOH} = fator de correção da solução de NaOH padronizada;

V_A = volume gasto na titulação da amostra;

M_{NaOH} = normalidade da solução de NaOH;

m = massa da amostra.

4.4.2 Índice de Saponificação

Este parâmetro também foi determinado de acordo com Zenebon *et al.* (2005) do Instituto Adolfo Lutz. Pesou-se 4 g de amostra de biodiesel em um erlenmeyer de 250 mL e posteriormente, adicionou-se 50 mL de uma solução alcoólica de KOH 4%, o branco consistiu em colocar 50 mL da solução alcoólica de KOH 4%, sem biodiesel, no erlenmeyer de 250 mL. Posteriormente, o sistema, sob refluxo, foi aquecido por 1 hora. Após essa etapa, adicionou-se 1 mL do indicador fenolftaleína e titulou-se com uma solução de HCl 0,5 mol/L. Os volumes das titulações das amostras e do branco foram utilizados na Equação (8) para o cálculo do I_s .

$$I_s = \frac{28,05 \cdot f_{HCl} \cdot (V_B - V_A)}{m} \quad (8)$$

onde:

f_{HCl} = fator de correção da solução de HCl padronizada;

m = massa da amostra;

V_B = volume gasto na titulação do branco;

V_A = volume gasto na titulação da amostra.

4.4.3 Massa Específica e Viscosidade Cinemática

A densidade a 20 °C e a viscosidade cinemática a 40 °C foram medidas por meio de um viscodensímetro digital Anton Paar (modelo SVM 3000, Stabinger), seguindo as diretrizes estabelecidas pela norma ASTM D7042.

4.4.4 Teor de Ésteres Metílicos por Cromatografia Gasosa

O conteúdo de éster foi analisado por meio do método de cromatografia gasosa, utilizando um cromatógrafo gasoso CG-FID, modelo GC 450 da Varian, equipado com a coluna CP-Wax 52 CB. Essa avaliação foi conduzida com o objetivo de determinar a composição dos ácidos graxos presentes na amostra, isto é, obter a conversão resultante da reação de transesterificação. Conforme especificado pela ABNT NBR 15764, é estabelecido que a conversão mínima deve atingir 96,5%.

4.5 Obtenção do Extrato Etanólico de Folhas de Aroeira-do-Sertão

O extrato da folha da aroeira, *Myracrodruon urundeuva* fr. all., conhecida como aroeira-do-sertão e o antioxidante sintético trolox foram gentilmente fornecidos pelo Grupo de Ensino de Química e Bioprodutos (Geqbio) do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN). As folhas foram obtidas no Horto de Plantas Medicinais Professor Francisco José de Abreu Matos, localizado em Fortaleza–CE no campus do Pici da Universidade Federal do Ceará.

Foram coletados 237,753 g de folhas que foram cortadas em pedaços menores e colocadas em um recipiente de vidro, separadamente, com etanol e deixado em contato por 7 dias. Esse processo foi repetido três vezes. Após esse período o solvente foi filtrado e concentrado em um processo de rota evaporação sob pressão reduzida, obtendo assim o extrato em etanol. Foram obtidos 25,9687 g de extrato, o que gerou rendimento de 10,92%. O extrato obtido ficou com consistência pastosa e foi armazenado em refrigerador. Os testes fitoquímicos foram realizados segundo metodologia proposta por Matos (2009). Os extratos em etanol foram submetidos aos testes de: fenóis e taninos, flavonóides, catequinas, esteróides e triterpenos (teste de Liberman-Buchard), leucoantocianidinas e saponinas.

4.6 Análise de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) do Extrato etanólico de Folhas de Aroeira-do-Sertão

O FTIR do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão foi feito no Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Infraestrutura (INCT-Infra), Laboratório de Mecânica dos Pavimentos da Universidade Federal do Ceará/ Campus do Pici/ Bloco 734.

4.7 Testes de Solubilidade dos Inibidores de Corrosão

Foram conduzidos testes de solubilidade utilizando o extrato de aroeira e o trolox. Os ensaios foram realizados com uma concentração de 1000 mg/kg, iniciando com a pesagem de 3 mg de cada inibidor em béqueres de 100 mL equipados com um agitador magnético. Em

seguida, adicionou-se 3 g de biodiesel de babaçu. Os experimentos foram conduzidos à temperatura ambiente, com as amostras sob agitação magnética por aproximadamente 20 minutos. O aspecto do biodiesel após aditivado pode ser visto na Figura 12.

Figura 12 – Testes de solubilidade dos inibidores de corrosão em biodiesel de babaçu



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.8 Ensaios de Perda de Massa por Imersão em Biodiesel de Babaçu

4.8.1 Preparação das Amostras Metálicas

As amostras foram preparadas com espessuras $E(\text{mm})$ entre 5 e 6 mm no Laboratório de Pesquisa em Corrosão (LPC) da UFC, apresentando um diâmetro aproximado de 1,5875 cm. Adicionalmente, um orifício de 2 mm foi feito próximo às extremidades para facilitar a suspensão durante os testes de corrosão, conforme mostra a Figura 13. Foi feito o lixamento com lixa número 100, lavagem com água destilada e com etanol para desengordurar a superfície metálica. A determinação da área da superfície das amostras seguiu a Equação (9), conforme estabelece a norma ASTM G-3172.

$$A = \frac{\pi}{2}(D^2 - d^2) + t\pi D + \pi t d \quad (9)$$

Onde:

A = Área em cm^2 ;

D = diâmetro da amostra;

d = diâmetro do orifício de suspensão;

t = espessura da amostra.

Figura 13 – Procedimento de preparação das amostras metálicas desde o corte até a perfuração do orifício de suspensão



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras metálicas foram pesadas em uma balança Shimadzu AY220, com precisão de 0,0001 g (0,1 mg). As massas M_i (g), espessuras E (mm) e áreas A (cm²) das amostras estão listadas na Tabela 6. As amostras A_1 e A_2 foram submetidas ao biodiesel não aditivado, conhecido como branco. As amostras A_3 e A_4 foram submetidas ao biodiesel aditivado com extrato de folhas de aroeira-do-sertão, enquanto as amostras A_5 e A_6 foram submetidas ao biodiesel aditivado com Trolox.

Tabela 6 – Massas e áreas das amostras metálicas de aço carbono 4340 antes do ensaio de perda de massa

Inibidores de corrosão	Amostras	M_i (g)	E (mm)	A (cm ²)
Branco	A_1	8,4462	5,1	6,77
	A_2	8,4899	5,2	6,83
Extrato de aroeira-do- sertão	A_3	9,5453	6,0	7,28
	A_4	9,4042	5,9	7,22
Trolox	A_5	8,9934	5,6	7,05
	A_6	8,9098	5,4	6,94

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.8.2 Ensaio de Perda de Massa por Imersão

Os ensaios gravimétricos seguiram o procedimento estabelecido na norma ASTM G31-72. A área das amostras metálicas foi determinada para calcular a quantidade mínima de biodiesel necessária. De acordo com a especificação, a norma exige 0,20 mL de solução corrosiva para cada mm² de amostra metálica. Considerando que a área média das amostras foi de aproximadamente 7 cm², foram utilizados 150 mL de biodiesel para cada amostra. Optou-se por testar 0,132 g de inibidores de corrosão para cada 150 mL de biodiesel, o que corresponde a 0,1% em massa de inibidor em relação à massa de biodiesel, que é de aproximadamente 132 g. Registrou-se a massa das amostras metálicas antes e depois da

imersão em biodiesel. Comparando essas duas medidas, calculou-se a diferença entre as massas inicial e final, que é conhecida como perda de massa e é o parâmetro fundamental para avaliar a corrosão de acordo com essa norma. A taxa de corrosão pode ser calculada usando a Equação (10).

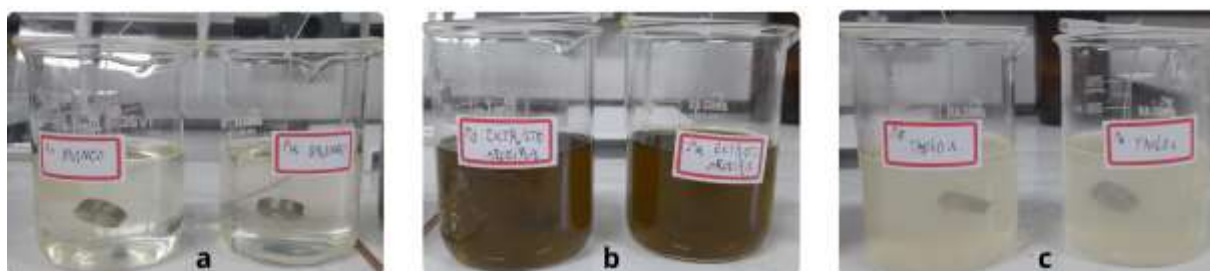
$$T_c = \frac{K.W}{A.T.D} \quad (10)$$

Onde:

- ✓ T_c = taxa de corrosão em mpy, mils por ano, equivalente a 0,0254 mm/y, milímetros por ano;
- ✓ K = uma constante de valor $3,45 \times 10^6$;
- ✓ T = tempo de exposição em horas;
- ✓ A = área em cm^2 ;
- ✓ W = perda de massa em gramas e
- ✓ D = densidade em g/cm^3

Os testes de perda de massa foram realizados no laboratório do Grupo de Inovações Tecnológicas e Especialidades Químicas (Grintequi) UFC. As amostras foram inseridas em béqueres com capacidade de 250 ml, suspensas por hastes de vidro e fios de nylon. Os béqueres continham a amostra metálica, o biodiesel, os extratos de aroeira, e o trolox que atuavam como inibidores de corrosão, conforme mostra a Figura 14.

Figura 14 – Amostras metálicas imersas em biodiesel de babaçu e respectivos inibidores de corrosão



Fonte: Elaborado pelo autor.

Para garantir a confiabilidade dos resultados, os ensaios foram conduzidos em duplicata utilizando um equipamento empregado na avaliação da estabilidade oxidativa acelerada, registrado sob a patente BR1020140321802. Esse equipamento é composto por um termostato para controle de temperatura, que foi ajustado para 45 °C, e foi mantido em funcionamento dentro de uma capela por 108 dias, conforme mostra a Figura 15.

Figura 15 – Equipamento usado para os ensaios de perda de massa do aço carbono 4340 imerso em biodiesel de babaçu



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.8.3 Limpeza de Produtos de Corrosão das Amostras Após Imersão

A limpeza das amostras de aço carbono 4340, visando a remoção dos produtos de corrosão, seguiu o procedimento realizado por Alves, Dutra-Pereira e Bicudo (2019). As amostras receberam sucessivas lavagens com álcool etílico e água destilada, além de escovação com escova de cerdas macias em nylon para remover quaisquer resíduos de produtos de corrosão. Por fim, as amostras foram secas antes da pesagem subsequente.

4.9 Determinação da Eficiência dos Inibidores de Corrosão

A eficiência dos extratos de aroeira usados como inibidores de corrosão, foi determinada de acordo com Equação (11).

$$E_f = \frac{T_s - T_c}{T_s} \times 100 \quad (11)$$

onde:

E_f = eficiência (%);

T_s = taxa de corrosão sem o uso de inibidor;

T_s = taxa de corrosão com o uso de inibidor.

4.10 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das Amostras Metálicas Após Ensaio de Perda de Massa

As análises de morfologia da superfície das amostras metálicas foram conduzidas no Laboratório de Microscopia Eletrônica – LME do Departamento de Geologia da Universidade Federal do Ceará. Foi utilizado o microscópio eletrônico de bancada: HITACHI TM 3000 com periférico acoplado do tipo EDS SWIFT ED 3000, Figura 16.

Figura 16 – Microscópio eletrônico de bancada HITACHI TM 3000



Fonte: Laboratório de Microscopia Eletrônica: <http://www.lmegeologia.ufc.br/index.php/pt/equipamentos>.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Neutralização do Óleo de Babaçu

O óleo de babaçu utilizado nesta pesquisa, apesar de ser comercial e refinado, encontrava-se armazenado por um longo período, resultando em elevados índices de acidez e saponificação. Testes foram realizados para investigar as condições ideais de síntese de biodiesel, entretanto, durante a tentativa de transesterificação do óleo, observou-se a formação de sabão. Diante deste cenário, optou-se por neutralizar o óleo, visando reduzir os níveis de acidez e saponificação.

Os valores dos índices de acidez e saponificação, tanto antes quanto após a neutralização, foram determinados conforme a metodologia e estão disponíveis na Tabela 7. Destaca-se a eficácia da metodologia de neutralização, a qual possibilitou a síntese eficiente de biodiesel por meio da rota de transesterificação básica. É evidente a redução significativa no índice de acidez do óleo, representando um benefício para o processo de produção de biodiesel, prevenindo maiores complicações.

Tabela 7 – Índices de acidez e saponificação do óleo de babaçu antes e após a neutralização

Propriedade	Óleo oxidado	Óleo neutralizado
Índice de acidez (mg KOH/g)	3,7	1,4
Índice de saponificação (mg KOH/g)	460,9	276,8

Fonte: Elaborado pelo autor.

Após a neutralização, o óleo de babaçu apresentou valores de índices de acidez e saponificação próximos aos relatados por Moura *et al.* (2019). Os pesquisadores determinaram que, após a neutralização do óleo, os parâmetros físico-químicos de acidez e saponificação foram de 0,25 mg KOH/g e 189,85 mg KOH/g, respectivamente. Apesar das diferenças entre os índices obtidos nesta pesquisa e os valores dos autores, a proximidade dos resultados permitiu realizar a síntese do biodiesel por meio da rota de transesterificação sem maiores problemas. Considerando que o óleo de babaçu de cada região possui especificidades, como o teor de ácidos graxos, é normal que surjam variações entre as pesquisas.

5.2 Propriedades Físico-Químicas do Biodiesel de Babaçu

Conforme mencionado na metodologia, a síntese do biodiesel foi realizada por meio da rota de transesterificação básica, utilizando KOH como catalisador e metanol como álcool,

em um reator batelada acoplado a um banho ultratermostático, mantendo a temperatura a 60 °C por 1 hora.

Os resultados das análises das propriedades físico-químicas do biodiesel de babaçu se encontram na Tabela 8. A viscosidade cinemática a 40 °C ficou abaixo do limite inferior normativo da ANP, o valor de 2,8 mm²/s também foi encontrado para biodiesel de babaçu por Rangel *et al.* (2021). A análise da conversão em ésteres metílicos feita por cromatografia gasosa demonstra valor inferior aos padrões da resolução 45/2014 da ANP, contudo, esse resultado, alinhado ao propósito da pesquisa, ressalta a maior corrosividade do biodiesel com conversão incompleta, favorecendo as investigações de inibição de corrosão em menor intervalo de tempo. Apesar do desvio normativo, tais resultados contribuem significativamente para a compreensão dos aspectos corrosivos do biodiesel de babaçu, destacando a relevância do estudo no contexto da inibição de corrosão e seus potenciais benefícios práticos.

Tabela 8 – Propriedades físico-químicas do biodiesel de babaçu

Propriedades	Biodiesel	EN 14214/ASTM D6751	Métodos de teste
Aparência	Límpido	-	-
Viscosidade cinemática a 40 °C (mm ² /s)	2,8	3,5-5,0	EN ISO 3104
Densidade a 20 °C (g/cm ³)	871	860-900	EN ISO 12185
Índice de acidez (mg KOH/g)	0,32	0,5 máx.	EN 14104
Índice de saponificação (mg KOH/g)	-	-	D1962
Teor de ésteres (%)	91,4	96,5	ABNT NBR 15764

Fonte: Elaborado pelo autor.

Girardi *et al.* (2021) relatam que a viscosidade e a densidade do biodiesel de babaçu costumam ser inferiores às dos biodieseis tradicionais. Este fato é corroborado pela análise bibliométrica das tendências de pesquisa que indicam o uso de misturas de biodiesel de babaçu com os de outras espécies oleaginosas para melhorar suas propriedades físico-químicas. Assim, os resultados demonstram que a viscosidade encontrada não atende às especificações do padrão brasileiro, devido à baixa viscosidade cinemática a 40 °C, mas está dentro dos padrões da norma americana ASTM D6751, que especifica limites de 1,9–6,0

mm²/s. Tebas *et al.* (2021) relatam que a densidade e a viscosidade do biodiesel de óleo de babaçu são as mais próximas do diesel, pois é composto principalmente de ésteres com até 16 carbonos, semelhante à fórmula química média do diesel.

O cromatograma do biodiesel de babaçu, apresentado na Figura 17, está de acordo com os resultados de Urioste *et al.* (2008) e demonstra que, com o uso de metanol na síntese do biodiesel, houve formação de monoésteres de ácidos graxos presentes no óleo de babaçu. Conforme esperado, as concentrações mais elevadas de monoésteres formados correspondem aos ésteres metílicos do ácido láurico, considerando que o óleo de babaçu contém 45,78% desse ácido graxo. Já o teor de ésteres de 91,4%, abaixo do valor especificado pela ANP, deve-se provavelmente à qualidade do óleo utilizado e às quantidades de álcool e catalisador básico empregadas na síntese, que podem não ter sido suficientes para otimizar o processo.

Figura 17 – Cromatograma do biodiesel de óleo de babaçu

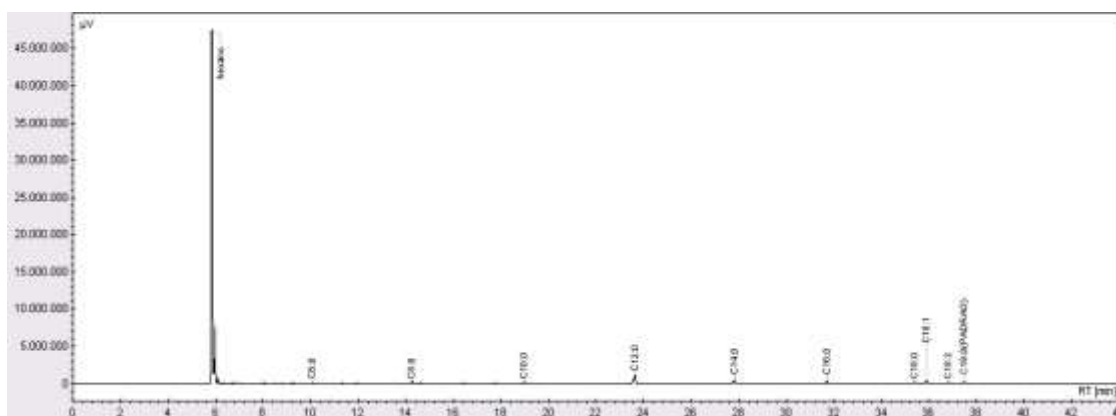


Tabela 9 – Variação de massa das amostras metálicas de aço carbono 4340 e valores de taxas de corrosão

Inibidores de corrosão	Amostras	M _i (g)	M _f (g)	ΔM (g)	T(mpy)
Branco	A ₁	8,4462	8,4447	0,0015	0,0348
	A ₂	8,4899	8,4896	0,0003	0,0069
	A ₃	9,5453	9,5452	0,0001	0,0023
Extrato de aroeira-do-sertão	A ₄	9,4042	9,4041	0,0001	0,0023
	A ₅	8,9934	8,9928	0,0006	0,0139
Trolox	A ₆	8,9098	8,9091	0,0007	0,0162

Fonte: Elaborado pelo autor.

Após determinar as taxas de corrosão, foram calculados os valores de eficiência dos inibidores de corrosão de acordo com a Equação (11). Conforme os cálculos o extrato etanólico demonstrou maior poder de inibição de corrosão com o valor de eficiência de **89%** em relação à amostra metálica imersa em biodiesel sem inibidor. Já o trolox apresentou um valor muito inferior de **27,9%**. A superioridade do poder inibitório de corrosão do extrato etanólico está de acordo com a literatura, segundo Salleh *et al.*, (2022) os extratos vegetais geralmente apresentam eficiência de inibição superior a 80%. Essa alta eficiência do extrato está relacionada à concentração de constituintes ativos conhecidos como fitoquímicos.

As taxas de corrosão proporcionadas pelo biodiesel sem aditivo se assemelham a ensaios de perda de massa de longa duração encontrados na literatura, como por exemplo, as taxas obtidas no trabalho de Kaul *et al.* (2007) que avaliaram o comportamento corrosivo de amostras de biodiesel proveniente de óleos de sementes de *Jatropha curcas*, *Pongamia glabra* (Karanja), *Madhuca indica* (Mahua) e *Salvadora oleoides* (Pilu) em peças de motores diesel. Os resultados podem ser vistos na Tabela 10. Demais taxas de corrosão metálica em meio biodiesel com valores semelhantes aos desta pesquisa podem ser consultadas nos trabalhos de HU *et al.* (2012), Fazal *et al.* (2011) e Ahmmad *et al.* (2018).

Tabela 10 – Comportamento de corrosão de amostras de biodiesel em peças de motores diesel utilizando teste de imersão estática por 7200 h

Amostras de biodiesel	Pistão metálico	Metal da camisa do pistão
	Taxas de corrosão (mpy)	
<i>Jatropha curcas</i>	0,0117	0,0784
<i>Pongamia glabra</i>	0,0058	0,0065
<i>Madhuca indica</i>	0,0058	0,0065
<i>Salvadora oleoides</i>	0,1236	0,1329

Fonte: Adaptado de Kaul *et al.* (2007).

Por sua vez o valor de 89% de eficiência de inibição de corrosão está condizente com as pesquisas sobre corrosão metálica em meio biodiesel que utilizam inibidores de corrosão

verde. Na Tabela 3 do capítulo de Fundamentação Teórica, pode-se comparar o valor de eficiência de inibição de corrosão desta pesquisa com valores dos demais trabalhos encontrados na literatura científica. É válido destacar que nesta pesquisa não foi investigada a máxima inibição de corrosão do extrato etanólico de aroeira-do-sertão diferente das pesquisas das referências da Tabela 3.

O aço carbono 4340, quando exposto ao biodiesel não aditivado, sofreu corrosão significativa. De acordo com as condições experimentais, a amostra A₁ foi a mais afetada pelo processo corrosivo. Na Figura 18 está apresentada a comparação da amostra A₁ com a amostra A₃, esta última submetida à imersão em biodiesel aditivado com extrato etanólico. É visível que a superfície da amostra A₁ exibiu corrosão em uma grande extensão de sua área superficial. Por outro lado, a amostra A₃ praticamente não apresentou corrosão visível. A literatura científica atribui aos inibidores naturais a característica de promover a formação de uma camada na superfície metálica atribuída ao processo de adsorção do extrato (Hanini *et al.* 2019; Wei *et al.* 2020).

Figura 18 – Comparação do processo corrosivo entre as amostras metálicas A₁ e A₃



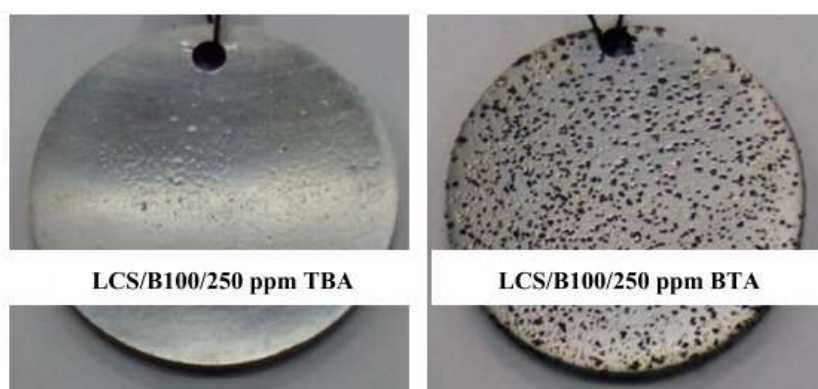
Fonte: Elaborado pelo autor.

A inspeção visual é essencial para determinar o tempo mínimo de exposição das amostras metálicas, assegurando que o teste de imersão estática não seja interrompido prematuramente. A degradação da superfície varia significativamente conforme o tempo de exposição, o tipo de metal e o biodiesel utilizados na pesquisa. Fazal *et al.* (2016) investigam os efeitos da terc-butilamina (TBA), benzotriazol (BTA), butilato-dhidroxitolueno (BHT) e pirogallol (PY) na corrosão de ferro fundido (CI) e aço de baixo carbono (LCS) através de um teste de imersão em biodiesel de palma (B100) a 300 K. O resultado mostra que o biodiesel dopado com TBA exibe propriedades de inibição de corrosão significativas para materiais expostos a B100. A eficiência de inibição do TBA é de 86,54% e 86,71% para CI e LCS, respectivamente. A alta eficiência de inibição pode ser atribuída à adsorção física dominante do composto contendo N, que cria uma camada protetora sobre a superfície do metal e evita a

corrosão.

A Figura 19 do estudo de Fazal *et al.* (2016) ilustra o efeito do biodiesel de Palma (B100) em amostras de aço de baixo carbono após 50 dias de imersão. Ao comparar as Figuras 18 e 19, é evidente o poder de corrosão do biodiesel puro, mesmo na presença de aditivo inibidor de corrosão. Semelhante a esta pesquisa, o trabalho de Fazal *et al.* (2016) demonstra que por inspeção visual é possível observar a corrosão que o B100 pode causar em superfícies metálicas de componentes de motores diesel. Mesmo na presença de um inibidor de corrosão, o BTA, a amostra a direita da Figura 19 sofreu corrosão severa, semelhante à amostra A₁ da Figura 18.

Figura 19 – Aparências de amostras de aço de baixo carbono (LCS) expostas ao B100 com diferentes aditivos a 300 K



Fonte: Adaptado de Fazal *et al.* (2016).

Para avaliar se houve diferenças estatísticas significativas entre os resultados de perda de massa e taxas de corrosão em amostras de aço carbono 4340 testadas em biodiesel não aditivado e biodiesel aditivado com extrato de aroeira e trolox, foi realizado o teste de Mann-Whitney usando Python. Primeiramente, foi aplicado o Teste de Homogeneidade de Variância de Levene para perda de massa. O valor da estatística de Levene foi infinito, e o valor p resultou em 0,0, indicando uma diferença significativa nas variâncias entre as perdas de massa das amostras testadas nos diferentes tipos de biodiesel. Isso significa que as variâncias das perdas de massa não são homogêneas. De forma similar, para as taxas de corrosão, o valor p foi extremamente baixo ($3,97 \times 10^{-48}$), confirmando também a diferença significativa nas variâncias entre os grupos, ou seja, as variâncias das taxas de corrosão não são homogêneas.

Na Tabela 11, os resultados do Teste de Mann-Whitney para os diferentes tipos de biodiesel.

Tabela 11 - Resultados do Teste de Mann-Whitney para os diferentes tipos de biodiesel

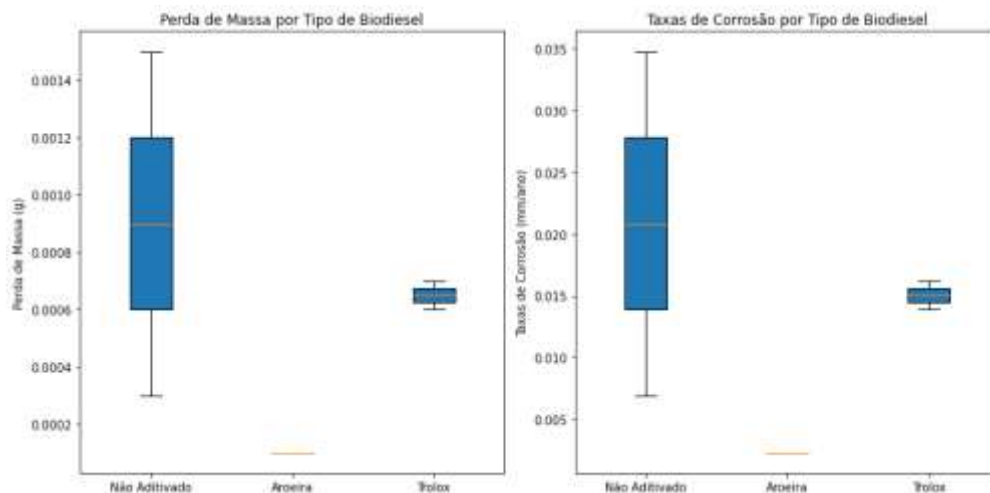
Comparação	U-statistic	p-value	Interpretação
Perda de Massa			
Trolox vs. biodiesel não aditivado	2,0	1,0	Não há diferença estatisticamente significativa
Aroeira vs. biodiesel não aditivado	0,0	0,221	Não há diferença estatisticamente significativa
Trolox vs. Aroeira	4,0	0,221	Não há diferença estatisticamente significativa
Taxas de corrosão			
Trolox vs. biodiesel não aditivado	2,0	1,0	Não há diferença estatisticamente significativa
Aroeira vs. biodiesel não aditivado	0,0	0,221	Não há diferença estatisticamente significativa
Trolox vs. Aroeira	4,0	0,221	Não há diferença estatisticamente significativa

Fonte: Elaborado pelo autor.

Com base nos resultados dos testes de Mann-Whitney, não há diferenças estatisticamente significativas nas perdas de massa e nas taxas de corrosão entre os diferentes tipos de biodiesel (não aditivado, com extrato de aroeira, e com Trolox). As variações observadas não são suficientes para concluir que há uma diferença real entre os grupos.

Outra forma de visualizar a variação dos dados de perdas de massa e taxas de corrosão é pelo gráfico de boxplots da Figura 20. A perda de massa para o biodiesel não aditivado é relativamente maior, com uma mediana mais alta comparada aos outros dois grupos. Há alguma variabilidade nos dados, indicando diferentes graus de perda de massa nas amostras. Para o biodiesel com aroeira A perda de massa é muito baixa, com uma mediana próxima a zero. As caixas e os bigodes são estreitos, indicando baixa variabilidade e uma perda de massa consistentemente baixa. Para o biodiesel com trolox A perda de massa está entre a do biodiesel não aditivado e o biodiesel com aroeira. A mediana é mais alta que a do grupo com aroeira, mas ainda menor que a do grupo não aditivado. Existe alguma variabilidade, mas menos que no grupo não aditivado.

Figura 20 - Diagrama de caixa para os resultados de perda de massa e taxas de corrosão de aço carbono 4340 em biodiesel não aditivado e aditivado com extrato de aroeira e trolox



Fonte: Elaborado pelo autor.

Já as taxas de corrosão para o biodiesel não aditivado são altas, com uma mediana elevada. Existe uma grande variabilidade, indicando diferentes graus de corrosão nas amostras. Para o Biodiesel com aroeira as taxas de corrosão são muito baixas e consistentes, com uma mediana próxima a zero. As caixas e os bigodes são estreitos, indicando pouca variabilidade e taxas de corrosão consistentemente baixas. Por fim para o biodiesel com trolox As taxas de corrosão são intermediárias entre o grupo não aditivado e o grupo com aroeira. A mediana é mais baixa que a do grupo não aditivado, mas mais alta que a do grupo com aroeira. Existe alguma variabilidade, mas menor que no grupo não aditivado.

Em suma com base na análise visual dos boxplots, podemos fazer algumas observações. Em relação a perda de massa o extrato de aroeira parece reduzir significativamente a perda de massa comparado ao biodiesel não aditivado e ao biodiesel com trolox. A perda de massa é a menor e a mais consistente no grupo com extrato de aroeira. E as taxas de corrosão são muito baixas no grupo com extrato de aroeira, indicando uma eficácia maior na prevenção da corrosão em comparação com os outros grupos. O trolox também parece reduzir as taxas de corrosão, mas não tanto quanto o extrato de aroeira. Portanto, com base nos boxplots, podemos inferir que o extrato de aroeira foi bem-sucedido como inibidor de corrosão. Ele reduziu tanto a perda de massa quanto as taxas de corrosão de maneira mais eficaz que o biodiesel não aditivado e até mesmo o biodiesel aditivado com trolox.

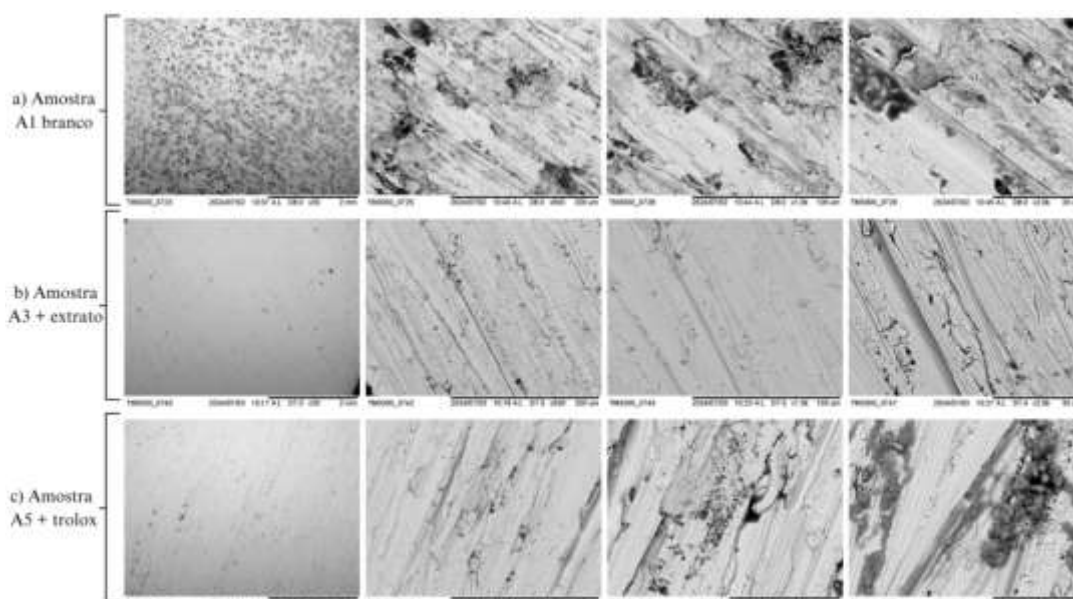
5.5 Resultados das Análises da Morfologia das Superfícies das Amostras Metálicas

É importante determinar o tipo de corrosão induzida pelo biodiesel nas amostras metálicas, pois isso possibilita compreender o processo corrosivo e orientar a escolha de

tratamentos superficiais adequados antes de expô-las a agentes corrosivos específicos, quando necessário. Por meio da MEV, é viável realizar uma análise minuciosa da superfície metálica, permitindo entender se a corrosão ocorreu de forma uniforme ou em pontos específicos.

As micrografias das amostras de aço carbono 4340, feitas com aumento de x30 a x2000 vezes, indicaram danos significativos sofridos pela amostra A₁ submetida ao B100. Já a amostra A₂, submetida ao biodiesel aditivado com extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão, demonstra menos danos, exibindo predominantemente marcas causadas pelo processo de polimento. A amostra A₅, submetida ao teste de imersão com biodiesel aditivado com trolox, também aparenta menos danos comparada à morfologia da superfície da amostra controle. Ambos inibidores de corrosão forneceram proteção para as amostras de aço carbono 4340, sendo notável, pelas micrografias, a maior eficiência do extrato etanólico de aroeira-do-sertão como inibidor de corrosão, conforme observado na Figura 21. Demais imagens de todas as amostras metálicas podem ser vistas no Apêndice I.

Figura 21 – Morfologia da superfície das amostras A₁, A₃ e A₅ imersas em biodiesel de babaçu, analisada por MEV, com e sem inibidores de corrosão, ampliação de x30 a x2000 vezes



Fonte: Elaborado pelo autor.

As micrografias apresentadas na Figura 21 estão de acordo com os resultados de Fazal *et al.* (2016), tanto no padrão corrosivo observado na amostra de controle exposta ao B100 quanto na efetiva inibição da corrosão proporcionada pelos inibidores utilizados nos estudos. Em resumo, as amostras tratadas com biodiesel contendo inibidores demonstram uma redução significativa no ataque corrosivo, exibindo apenas pequenos pites na superfície, correspondentes aos pontos escuros observados. Conforme relatam Fazal *et al.* (2016) a

presença dos riscos causados pelo polimento também indicam que não houve corrosão severa nas amostras A₃ e A₅.

5.6 Composição do Extrato Etanólico das Folhas de Aroeira-do-Sertão e Mecanismo de Inibição de Corrosão

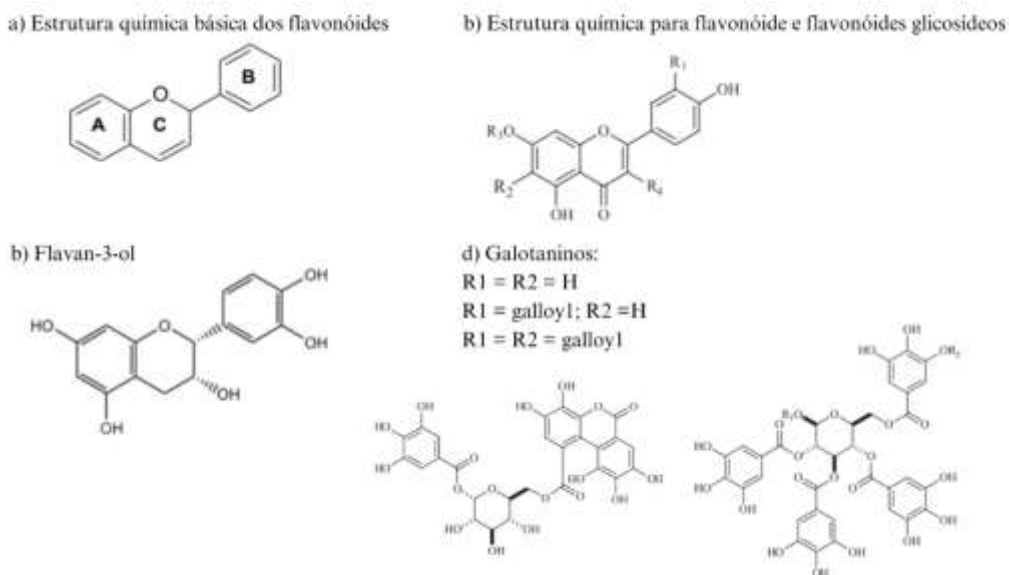
As espécies de plantas são ricas em diversos metabólitos secundários e fitoquímicos que podem inibir a corrosão de forma significativa e eficiente. Um exemplo notável são os flavonoides, compostos fenólicos amplamente distribuídos no reino vegetal, encontrados em frutas, folhas, sementes e outras partes da planta. A estrutura química básica dos flavonoides ilustrada na Figura 22 a), consiste em dois anéis aromáticos, denominados anel A e anel B, unidos por três carbonos que formam um anel heterocíclico, denominado anel C. O anel aromático A é derivado do ciclo acetato/malonato, enquanto o anel B é derivado da fenilalanina. Variações na substituição do anel C padrão resultam em importantes classes de flavonoides, como flavonóis, flavonas, flavanonas, flavanóis (ou catequinas), isoflavonas e antocianidinas (Angelo e Jorge, 2007; Al Jahdaly *et al.*, 2022).

Partindo deste entendimento, Gerengi e Sahin (2011) estudaram o mecanismo de inibição do extrato de *Schinopsis lorentzii* como inibidor de corrosão verde para aço de baixo carbono em solução de HCl 1M, através da adsorção de flavan-3-ol, cuja estrutura química está na Figura 22 b). Eles sugeriram que o composto é rico em átomos de oxigênio no anel aromático e em grupos funcionais que ajudam a alcançar uma inibição significativa da corrosão. O par solitário de elétrons de oxigênio torna-se protonado em meio ácido, e esses compostos protonados são adsorvidos devido à interação eletrostática, aumentando tanto a fisissorção quanto a eficácia da inibição.

No que diz respeito à aroeira-do-sertão há lacunas na pesquisa sobre o extrato como inibidor de corrosão metálica. Apesar disso, há estudos que descrevem os principais componentes do extrato para outras finalidades, como o trabalho de Aquino *et al.* (2019). Os pesquisadores relataram a composição química e a atividade anti-inflamatória da decocção de folhas de espécimes cultivados de aroeira-do-sertão, obtida após extração do óleo essencial por hidrodestilação. O fracionamento cromatográfico por cromatografia contracorrente de alta velocidade (HSCCC) e cromatografia líquida de alta eficiência semipreparativa (HPLC), utilizando coluna de fenila como fase estacionária, permitiu o isolamento e a caracterização estrutural de 24 compostos pertencentes a diferentes classes de metabólitos secundários, como derivados de fenol, taninos hidrolisáveis, glicosídeos e flavonoides. Os 24 compostos são: um aminoácido não protéico, um ácido carboxílico, oito derivados polifenóis do ácido

carboxílico, um flavonóide, sete flavonóides glicosídeos, quatro galotaninos e dois megastigmane. Algumas das estruturas químicas identificadas estão representadas na Figura 22.

Figura 22 – Estruturas químicas de compostos presentes em extratos de aroeira-do-sertão



Fonte: Adaptado de Aquino *et al.* (2019).

Na presente pesquisa os resultados dos testes fitoquímicos conduzidos com o extrato de folhas de aroeira-do-sertão, conforme detalhados na Tabela 12, revelaram predominantemente a presença de taninos flobabênicos, flavonas, flavonóis, xantonas e flavanonas. A pequena disparidade observada em relação à literatura pode ser atribuída à possibilidade de dois ou mais fitoquímicos estarem presentes na mesma amostra, podendo um mascarar a detecção do outro. Além disso, é importante notar que discrepâncias podem surgir ao comparar os resultados de diferentes testes. No anexo 1 os procedimentos de realização dos testes fitoquímicos estão descritos com maiores detalhes.

Tabela 12 – Resultados dos testes fitoquímicos do extrato etanólico de folhas aroeira-do-sertão

Testes	Resultados
T1	Taninos flobabênicos (+)
T2	Flavonas, flavonóis e xantonas (+)
T3	Flavanonas (+)
T4	Flavonóis, flavanonas, flavanonóis e/ou xantonas livres ou seus heterosídeos (-)
T5	Catequinas (-)
T6	Esteróides livres (+)
T7	Saponinas (-)

Fonte: Elaborado pelo autor.

Na Tabela 12, o sinal (+) indica resultados positivos, enquanto o sinal (-) indica resultados negativos para os respectivos fitoquímicos. Neste estudo, foi utilizado exclusivamente o extrato das folhas, uma vez que este demonstrou melhor solubilidade no biodiesel de babaçu. Porém, os resultados sugerem que a aroeira-do-sertão pode oferecer compostos antioxidantes e anticorrosivos promissores, que demandam mais investigações científicas para sua validação.

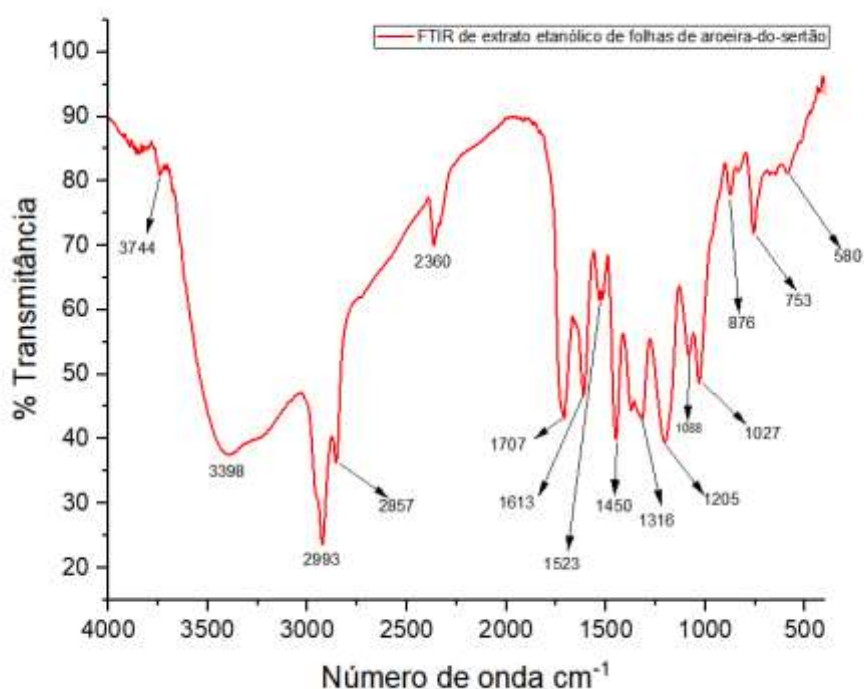
De acordo com os resultados de Aquino *et al.* (2019) e como sugerem Fernandes, Ferreira e da Silva (2021) o mecanismo de inibição de corrosão ocorre inicialmente por fisissorção, ou seja, por interação eletrostática entre compostos do extrato e a superfície metálica em meio biodiesel.

A inibição da corrosão observada devido à utilização do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão pode ser explicada pelo processo de adsorção de alguns de seus componentes na superfície metálica. As estruturas das moléculas mencionadas na Figura 22 contêm grande quantidade de átomos de oxigênio em grupos funcionais (O–H, C=C, C–H, C–O) e anéis aromáticos que são características essenciais para inibidores de corrosão típicos. Em meios ácidos, como o biodiesel, os elétrons livres do oxigênio são protonados, levando à formação de espécies inibitórias carregadas positivamente. Devido à interação eletrostática as moléculas que contêm os constituintes protonados são adsorvidas por fisissorção e assim, espera-se a inibição do processo corrosivo (Fernandes, Ferreira e da Silva, 2021; Gerengi e Sahin, 2011).

5.7 Resultado da Análise de FTIR do Extrato Etanólico de Folhas de Aroeira-do-Sertão

Para complementar os resultados e aprofundar o conhecimento sobre a inibição de corrosão proporcionada pelo extrato etanólico de aroeira-do-sertão, a Figura 23 do FTIR do extrato sugere a presença de grupos funcionais que podem ser responsáveis pela inibição da corrosão no aço carbono 4340 em meio biodiesel. Ao comparar as principais bandas da Figura 24 com os dados dos espectros das pesquisas de Dubey *et al.* (2016), Banoth *et al.* (2020), Devi *et al.* (2020), Gu *et al.* (2023), Khalid *et al.* (2023) e Rahmouni *et al.* (2024), foram identificados os grupos funcionais que ajudam a explicar a adsorção do extrato na superfície metálica.

Figura 23 – FTIR do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão



Fonte: Elaborado pelo autor.

De acordo com a Tabela 13, no extrato etanólico de folhas de aroeira, o grupo hidroxila (O-H) aparece a 3398 cm^{-1} . As bandas em 2993 cm^{-1} e 2857 cm^{-1} são atribuídas às vibrações de estiramento simétrico e assimétrico do grupo CH. A banda em 2360 cm^{-1} corresponde às vibrações de estiramento $\text{C}\equiv\text{N}$. A região entre 1760 cm^{-1} e 1500 cm^{-1} está associada às vibrações de estiramento $\text{C}=\text{O}$ de ésteres, ácidos e carboxilatos, bem como às vibrações de estiramento $\text{C}=\text{C}$ do anel aromático. As bandas entre 1200 cm^{-1} e 1100 cm^{-1} são atribuídas às vibrações de estiramento $\text{C}-\text{O}$ e $\text{C}-\text{N}$, além das vibrações de deformação O-H. As fortes bandas entre 1150 cm^{-1} e 1000 cm^{-1} resultam principalmente das vibrações

endocíclicas e exocíclicas de estiramento C–O. Bandas abaixo de 1000 cm^{-1} correspondem às vibrações de estiramento CH.

Tabela 13 – Grupos funcionais presentes no extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão

Nº	Faixa de frequência (cm^{-1})	Grupo funcional
1	3744	NH ₂
2	3398	OH
3	2993	CH
4	2857	CH
5	2360	C≡N
6	1760 a 1500	C=O e C=C
7	1200 a 1100	C-O e C-N
8	<1000	CH

Fonte: Elaborado pelo autor.

Em suma, o espectro de infravermelho apresenta bandas que confirmam a presença de estruturas básicas das classes de metabólitos secundários detectados nos testes fitoquímicos e na pesquisa de Aquino *et al.* (2019). Portanto, o extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão mostrou-se um promissor inibidor de corrosão do aço carbono 4340 em contato com biodiesel de babaçu.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com os resultados obtidos neste estudo, é possível concluir que o extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão é um eficaz inibidor de corrosão para aço carbono 4340 em meio biodiesel de babaçu, atingindo uma eficiência de 89%. Este achado está de acordo com a literatura, que geralmente relata que extratos vegetais proporcionam uma eficiência de inibição de corrosão superior a 80%. Esta descoberta é especialmente relevante, pois não foram encontrados estudos anteriores utilizando este extrato como inibidor de corrosão metálica em meio biodiesel.

Os ensaios de perda de massa são consistentes com os resultados das análises de morfologia de superfície das amostras metálicas por meio de MEV, que confirmam a ação inibidora de corrosão do extrato, bem como a corrosão sofrida pelas amostras submetidas ao B100. Com base em dados da literatura, podemos inferir que o extrato foi adsorvido na superfície do aço carbono 4340, conferindo proteção ao metal por meio da formação de uma camada fina, inicialmente por fisissorção. O FTIR do extrato indicou a presença de estruturas básicas das classes de metabólitos secundários detectados nos testes fitoquímicos, como grupos funcionais hidroxila e compostos fenólicos, tais como flavonoides e taninos. Em suma, o extrato contém compostos com estruturas químicas ricas em átomos de oxigênio no anel aromático e em grupos funcionais que contribuem para uma inibição significativa da corrosão.

Uma explicação alternativa é que o par solitário de elétrons de oxigênio se protona em meio ácido, e esses compostos protonados são adsorvidos devido à interação eletrostática, aumentando tanto a fisissorção quanto a eficácia da inibição. Além disso, como o extrato também atua como antioxidante retarda a auto-oxidação do biodiesel, contribuindo para menores índices de acidez e, conseqüentemente, menor degradação imediata da superfície metálica. Portanto, o extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão demonstrou ser um promissor inibidor de corrosão para aço carbono 4340 em contato com biodiesel de babaçu.

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- I. Avaliação do extrato etanólico de folhas de aroeira-do-sertão (*Myracrodruon urundeuva* fr. all.) como aditivo para melhorar a estabilidade oxidativa do biodiesel;
- II. Estudo das propriedades físico-químicas de biodiesel aditivado com extrato verde de aroeira-do-sertão (*Myracrodruon urundeuva* fr. all.);
- III. Análise do efeito da temperatura e da concentração do extrato etanólico de *Myracrodruon urundeuva* fr. all. na inibição da corrosão de aço carbono 4340 em meio biodiesel.

REFERÊNCIAS

- ABREU, Frederique R. et al. Utilization of metal complexes as catalysts in the transesterification of Brazilian vegetable oils with different alcohols. **Journal of molecular catalysis A: Chemical**, Elsevier, v. 209, n. 1-2, p. 29-33, 2004. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2003.08.003>. Acesso em: 02 jun. 2024.
- AGUIEIRAS, E. C. G. et al. Biodiesel production from *Acrocomia aculeata* acid oil by (enzyme/enzyme) hydroesterification process: use of vegetable lipase and fermented solid as low-cost biocatalysts. **Fuel**, Elsevier, v. 135, p. 315-321, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.06.069>. Acesso em: 05 jun. 2024.
- AHMMAD, M. D. S.; HASSAN, M. B. H.; KALAM, M. D. A. Comparative corrosion characteristics of automotive materials in *Jatropha* biodiesel. **International Journal of Green Energy**, Taylor & Francis, v. 15, n. 6, p. 393-399, 2018. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1080/15435075.2018.1464925>. Acesso em: 07 jun. 2024.
- AL JAHDALY, B. A. et al. Role of green chemistry in sustainable corrosion inhibition: a review on recent developments. **Materials Today Sustainability**, Elsevier, v. 20, p. 100242, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2022.100242>. Acesso em: 11 jun. 2024.
- AL-AMIERY, Ahmed A.; ISAHAK, Wan N. R. W.; AL-AZZAWI, Waleed K. Corrosion Inhibitors: Natural and Synthetic Organic Inhibitors. **Lubricants**, MDPI, v. 11, n. 4, p. 174, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/lubricants11040174>. Acesso em: 15 jun. 2024.
- ALMEIDA, Eduardo S. et al. Behaviour of the antioxidant tert-butylhydroquinone on the storage stability and corrosive character of biodiesel. **Fuel**, Elsevier, v. 90, n. 11, p. 3480-3484, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.06.056>. Acesso em: 19 jun. 2024.
- ALVES, Salete M.; DUTRA-PEREIRA, F. K.; BICUDO, Tatiana de C. Influence of stainless steel corrosion on biodiesel oxidative stability during storage. **Fuel**, Elsevier, v. 249, p. 73-79, 2019. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.fuel.2019.03.097>. Acesso em: 22 jun. 2024.
- AMAYA, Ariel; PIAMBA, Oscar; OLAYA, Jhon. Improvement of corrosion resistance for gray cast iron in palm biodiesel application using thermoreactive diffusion niobium carbide (NbC) coating. **Coatings**, MDPI, v. 8, n. 6, p. 216, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/coatings8060216>. Acesso em: 25 jun. 2024.
- ANGELO, Priscila M.; JORGE, Neuza. Compostos fenólicos em alimentos—Uma breve revisão. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, v. 66, n. 1, p. 1-9, 2007. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/insituto-adolfo-lutz/publicacoes/rial/2000/rial66_1_completa/1095.pdf. Acesso em: 28 jun. 2024.
- AQUINO, Nayara C. et al. Chemical composition and anti-inflammatory activity of the decoction from leaves of a cultivated specimen of *Myracrodruon urundeuva*. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, São Paulo: Sociedade Brasileira de Química, v. 30, p. 1616-1623, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20190060>. Acesso em: 30 jun. 2024.

ASTM D6304 – 07 Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration, 2007. Disponível em: <https://compass.astm.org/document/?contentCode=ASTM%7CD6304-07%7Cen-US>. Acesso em: 02 jun. 2024.

ASTM G31-72. Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals. West Conshohocken, PA, 1999. Disponível em: <https://compass.astm.org/document/?contentCode=ASTM%7CG0031-72R04%7Cen-US>. Acesso em: 02 jun. 2024.

ATCHARAWADI, Thong-on; BOONRUANG, Chatdanai. Tribological and corrosion behaviors of carburized AISI 4340 steel. **Japanese Journal of Applied Physics**, Tokyo: The Japan Society of Applied Physics, v. 55, n. 1, p. 01AA21-01AA21, 2015. Disponível em: <http://doi.org/10.7567/JJAP.55.01AA21>. Acesso em: 02 jun. 2024.

ATEEQ, M. et al. Evaluating corrosion effect of biodiesel produced from neem oil on automotive materials. **Materials Today Sustainability**, Elsevier, v. 18, p. 100130, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2022.100130>. Acesso em: 04 jun. 2024.

BANOTH, Ramya Kuber; et al. Evaluation of phytoconstituents, FT-IR analysis, total phenolic, flavonoid contents, in-vitro antibacterial and antioxidant studies of ethanolic root extract of *Millettia Pinnata*. **International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**, New Delhi: IJPSR, v. 11, n. 5, p. 2396-2402, 2020. Disponível em: <10.13040/IJPSR.0975-8232.11(5).2396-02>. Acesso em: 06 jun. 2024.

BENAHMED, M. et al. Adsorption and corrosion inhibition properties of butanolic extract of *Elaeoselinum thapsioides* and its synergistic effect with *Reutera lutea* (Desf.) Maires (Apiaceae) on A283 carbon steel in hydrochloric acid solution. **Chemistry Africa**, Cham: Springer, v. 3, p. 251-261, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s42250-019-00093-8>. Acesso em: 08 jun. 2024.

CARVALHO, C. E. S. et al. Anti-Leishmania activity of essential oil of *Myracrodruon urundeuva* (Engl.) Fr. All.: Composition, cytotoxicity and possible mechanisms of action. **Experimental Parasitology**, Elsevier, v. 175, p. 59-67, 2017. Disponível em: <https://doi.org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.exppara.2017.02.012>. Acesso em: 10 ago. 2024.

CHANDRAN, Davannendran et al. Corrosion characteristic of stainless steel and galvanized steel in water emulsified diesel, diesel and palm biodiesel. **Engineering Failure Analysis**, Elsevier, v. 147, p. 107129, 2023. Disponível em: <https://doi.org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.engfailanal.2023.107129>. Acesso em: 12 jun. 2024.

CHANDRAN, Davannendran et al. Investigation of the effects of palm biodiesel dissolved oxygen and conductivity on metal corrosion and elastomer degradation under novel immersion method. **Applied Thermal Engineering**, Elsevier, v. 104, p. 294-308, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2016.05.044>. Acesso em: 14 jun. 2024.

CHAVES, Yago S. et al. Babassu Coconut Fibers: Investigation of Chemical and Surface Properties (*Attalea speciosa*). **Polymers**, MDPI, v. 15, n. 19, p. 3863, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym15193863>. Acesso em: 16 jun. 2024.

CHENDYNSKI, L. T. et al. Analysis of the formation of radicals in biodiesel in contact with copper and metallic alloys via electronic paramagnetic resonance (EPR). **Fuel**, Elsevier, v. 242, p. 316-322, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2019.01.058>. Acesso em: 18 jun. 2024.

CHEW, K. V. et al. Corrosion of magnesium and aluminum in palm biodiesel: A comparative evaluation. **Energy**, Elsevier, v. 57, p. 478-483, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.energy.2013.04.067>. Acesso em: 20 jun. 2024.

CHIDAMBARAM, P. K. et al. A Review on Biodiesel Properties and Fatty Acid Composites. **REST Journal on Emerging Trends in Modelling and Manufacturing**, Kerala: REST Publishers, v. 7, n. 3, p. 87-93, 2021. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Ramachandran-Manickam/publication/357578775_A_Review_on_Biodiesel_Properties_and_Fatty_acid_composites/links/61d57939b8305f7c4b231ff6/A-Review-on-Biodiesel-Properties-and-Fatty-acid-composites.pdf. Acesso em: 22 jun. 2024.

CORONADO, Marcos et al. Equipment, materials, and corrosion in the biodiesel industry. **Materials Performance**, Castle Rock: NACE International, v. 58, p. 34-38, 2019. Disponível em: <https://www.materialsperformance.com/articles/material-selection-design/2019/06/equipment-materials-and-corrosion-in-the-biodiesel-industry>. Acesso em: 24 jun. 2024.

CRUZ, G. et al. Biofuels from oilseed fruits using different thermochemical processes: opportunities and challenges. **Biofuels, Bioproducts and Biorefining**, John Wiley & Sons, v. 14, n. 3, p. 696-719, 2020. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1002/bbb.2089>. Acesso em: 26 jun. 2024.

CURSARU, Diana-Luciana et al. Degradation of automotive materials upon exposure to sunflower biodiesel. **Industrial Crops and Products**, Elsevier, v. 54, p. 149-158, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.01.032>. Acesso em: 28 jun. 2024.

DA SILVA, D. C. et al. Physical properties of films based on pectin and babassu coconut mesocarp. **International Journal of Biological Macromolecules**, Elsevier, v. 130, p. 419-428, 2019. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.ijbiomac.2019.02.151>. Acesso em: 30 jun. 2024.

DE CAMPOS, Lucas de A. P. et al. Evaluation of nitriding, nitrocarburizing, organosilicon interlayer, diamond-like carbon film and duplex plasma treatment in the wear and corrosion resistance of AISI 4340 steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, Warrendale: ASM International, v. 29, p. 8107-8121, 2020. Acesso em: 02 jun. 2024.

DE OLIVEIRA, Felipe P. et al. Monodominance Characterization of Aroeira (*Myracrodruon urundeuva* Fr. All.) in the City of Tumiritinga, Minas Gerais State. **Ciência Florestal**, Santa Maria: Universidade Federal de Santa Maria, v. 24, n. 2, p. 299-311, 2014. Disponível em: <https://www.bioline.org.br/abstract?cf14030>. Acesso em: 04 ago. 2024.

DEHGHANI, A.; BAHLAKEH, G.; RAMEZANZADEH, B. Green Eucalyptus leaf extract: A potent source of bio-active corrosion inhibitors for mild steel. **Bioelectrochemistry**, Elsevier, v. 130, p. 107339, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.bioelechem.2019.107339>. Acesso em: 06 jun. 2024.

DESHPANDE, Sunil et al. Corrosion behavior of nodular cast iron in biodiesel blends. **Engineering Failure Analysis**, Elsevier, v. 105, p. 1319-1327, 2019. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.engfailanal.2019.07.060>. Acesso em: 06 jun. 2024.

DEVI, N. R. et al. Extracts of leaves as corrosion inhibitors—An overview and corrosion inhibition by an aqueous extract of henna leaves (*Lawsonia inermis*). **International Journal of Corrosion and Scale Inhibition**, LLC Free and Open Access, v. 9, n. 4, p. 1169-1193, 2020. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.17675/2305-6894-2020-9-4-2>. Acesso em: 06 jun. 2024.

DEYAB, M. A. Corrosion inhibition of aluminum in biodiesel by ethanol extracts of Rosemary leaves. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, Elsevier, v. 58, p. 536-541, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2015.06.021>. Acesso em: 06 jun. 2024.

DUBEY, P.; JAYANT, S.; SRIVASTAVA, N. Preliminary phytochemical screening, FTIR and GC-MS analyses of aqueous, ethanolic and methanolic extracts of stem of *Tinospora cordifolia* (Guduchi) for search of antidiabetic compounds. **Ann. Phytomed.**, India, v. 9, n. 2, p. 2020-2024, 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.21276/ap.2020.9.2.16>. Acesso em: 10 jan. 2025.

ETTEFAGH, Ali H.; GUO, Shengmin; RAUSH, Jonathan. Corrosion performance of additively manufactured stainless steel parts: A review. **Additive Manufacturing**, Elsevier, v. 37, p. 101689, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101689>. Acesso em: 06 jun. 2024.

FAZAL, M. A. et al. Influence of copper on the instability and corrosiveness of palm biodiesel and its blends: An assessment on biodiesel sustainability. **Journal of Cleaner Production**, Elsevier, v. 171, p. 1407-1414, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.144>. Acesso em: 06 jun. 2024.

FAZAL, M. A. et al. Inhibition study of additives towards the corrosion of ferrous metal in palm biodiesel. **Energy Conversion and Management**, Elsevier, v. 122, p. 290-297, 2016. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.enconman.2016.05.081>. Acesso em: 06 jun. 2024.

FAZAL, M. A. et al. Sustainability of additive-doped biodiesel: Analysis of its aggressiveness toward metal corrosion. **Journal of Cleaner Production**, Elsevier, v. 181, p. 508-516, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.01.248>. Acesso em: 06 jun. 2024.

FAZAL, M. A.; HASEEB, A. S. M. A.; MASJUKI, Haji H. Degradation of automotive materials in palm biodiesel. **Energy**, Elsevier, v. 40, n. 1, p. 76-83, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.energy.2012.02.026>. Acesso em: 06 jun. 2024.

FAZAL, M. A.; HASEEB, A. S. M. A.; MASJUKI, Haji Hassan. Effect of different corrosion inhibitors on the corrosion of cast iron in palm biodiesel. **Fuel Processing Technology**, Elsevier, v. 92, n. 11, p. 2154-2159, 2011. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.fuproc.2011.06.012>. Acesso em: 06 jun. 2024.

FAZAL, M. A.; RUBAIEE, S.; AL-ZAHRANI, A. Overview of the interactions between automotive materials and biodiesel obtained from different feedstocks. **Fuel Processing**

Technology, Elsevier, v. 196, p. 106178, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2019.106178>. Acesso em: 06 jul. 2024.

FAZAL, M.; HASEEB, A.; MASJUKI, H. H. Comparative corrosive characteristics of petroleum diesel and palm biodiesel for automotive materials. **Fuel Processing Technology**, Elsevier, v. 91, n. 10, p. 1308–1315, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2010.04.016>. Acesso em: 06 jul. 2024.

FERNANDES, F. D.; FERREIRA, L. M.; DA SILVA, M. L. C. P. Application of Psidium guajava L. leaf extract as a green corrosion inhibitor in biodiesel: biofilm formation and encrustation. **Applied Surface Science Advances**, Elsevier, v. 6, p. 100185, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apsadv.2021.100185>. Acesso em: 06 jul. 2024.

FERNANDES, F. D.; FERREIRA, L. M.; DA SILVA, M. L. C. P. Evaluation of the corrosion inhibitory effect of the ecofriendly additive of Terminalia Catappa leaf extract added to soybean oil biodiesel in contact with zinc and carbon steel 1020. **Journal of Cleaner Production**, Elsevier, v. 321, p. 128863, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.128863>. Acesso em: 06 jul. 2024.

FIGUEREDO, Fernando G. et al. Chemical composition and evaluation of modulatory of the antibiotic activity from extract and essential oil of Myracrodruon urundeuva. **Pharmaceutical Biology**, Taylor & Francis, v. 52, n. 5, p. 560-565, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.3109/13880209.2013.853810>. Acesso em: 06 ago. 2024.

GERENGI, Husnu; SAHIN, Halil I. Schinopsis lorentzii extract as a green corrosion inhibitor for low carbon steel in 1 M HCl solution. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, ACS Publications, v. 51, n. 2, p. 780-787, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/IE201776Q>. Acesso em: 06 jul. 2024.

GIRARDI, Julio C. et al. Natural compounds as antifreeze additives to improve babassu biodiesel. **Fuel**, Elsevier, v. 289, p. 119746, 2021. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.fuel.2020.119746>. Acesso em: 06 jul. 2024.

GREGÓRIO, A. P. H. et al. Kinetic and thermodynamic parameters in biodiesel oxidation reaction in the presence of coffee leaves and sage extracts. **Sustainable Energy Technologies and Assessments**, Elsevier, v. 28, p. 60-64, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.seta.2018.06.008>. Acesso em: 06 jul. 2024.

GU, Tengting et al. Lycium barbarum leaf extract as biodegradable corrosion inhibitor for copper in sulfuric acid medium. **Industrial Crops and Products**, Elsevier, v. 203, p. 117181, 2023. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.indcrop.2023.117181>. Acesso em: 06 jul. 2024.

HANCSÓK, Jenő et al. Development of multifunctional additives based on vegetable oils for high quality diesel and biodiesel. **Chemical Engineering Research and Design**, Elsevier, v. 86, n. 7, p. 793-799, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2008.03.011>. Acesso em: 06 jul. 2024.

HANINI, Karima et al. Influence of different polyphenol extracts of Taxus baccata on the corrosion process and their effect as additives in electrodeposition. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, Elsevier, v. 14, p. 100189, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scp.2019.100189>. Acesso em: 06 jul. 2024.

HASEEB, A. S. M. A. et al. Compatibility of elastomers in palm biodiesel. **Renewable Energy**, Elsevier, v. 35, n. 10, p. 2356-2361, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2010.03.011>. Acesso em: 06 jul. 2024.

HASEEB, A. S. M. A. et al. Corrosion characteristics of copper and leaded bronze in palm biodiesel. **Fuel Processing Technology**, Elsevier, v. 91, n. 3, p. 329-334, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2009.11.004>. Acesso em: 06 jul. 2024.

HASEEB, A. S. M. A. et al. Degradation of physical properties of different elastomers upon exposure to palm biodiesel. **Energy**, Elsevier, v. 36, n. 3, p. 1814-1819, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.energy.2010.12.023>. Acesso em: 06 jul. 2024.

HOANG, Anh T.; TABATABAEI, Meisam; AGHBASHLO, Mortaza. A review of the effect of biodiesel on the corrosion behavior of metals/alloys in diesel engines. **Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects**, Taylor & Francis, v. 42, n. 23, p. 2923-2943, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/15567036.2019.1623346>. Acesso em: 06 jul. 2024.

HOCHSCHEIDT, B. D. et al. Neutralização ou Esterificação como Técnicas de Melhoria dos Insumos para Produção de Biodiesel. **Revista Virtual de Química**, v. 12, n. 2, 2020. Acesso em: 06 jul. 2024.

HU, Enzhu et al. Corrosion behaviors of metals in biodiesel from rapeseed oil and methanol. **Renewable Energy**, Elsevier, v. 37, n. 1, p. 371-378, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2011.07.010>. Acesso em: 06 jul. 2024.

IYYAPPAN, S.; VINOD KUMAR, K. P.; PONRAM, P. Corrosion inhibition by Myristica fragrans extract in neem biodiesel: Evaluation by machine learning and traditional methods. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science**, SAGE Publications, p. 09544062241246362, 2024. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1177/09544062241246362>. Acesso em: 06 jul. 2024.

JAKERIA, M. R.; FAZAL, M. A.; HASEEB, A. S. M. A. Effect of corrosion inhibitors on corrosiveness of palm biodiesel. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, Taylor & Francis, v. 50, n. 1, p. 56-62, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1179/1743278214Y.0000000208>. Acesso em: 06 jul. 2024.

KASS, Mike et al. Influence of biodiesel decomposition chemistry on elastomer compatibility. **Fuel**, Elsevier, v. 233, p. 714-723, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.06.107>. Acesso em: 06 jul. 2024.

KAUL, Savita et al. Corrosion behavior of biodiesel from seed oils of Indian origin on diesel engine parts. **Fuel Processing Technology**, Elsevier, v. 88, n. 3, p. 303-307, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2006.10.011>. Acesso em: 06 jul. 2024.

KHALID, S.; ARSHAD, M.; MAHMOOD, S. et al. Extraction and Quantification of Moringa oleifera Leaf Powder Extracts by HPLC and FTIR. **Food Analytical Methods**, Springer, v. 16, p. 787-797, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s12161-023-02470-z>. Acesso em: 06 jul. 2024.

KURCZYŃSKI, Dariusz et al. Determination of the Effect of the Addition of Second-Generation Biodiesel BBU to Diesel Fuel on Selected Parameters of “B” Fuels. **Energies**, MDPI, v. 16, n. 19, p. 6999, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/en16196999>. Acesso em: 06 jul. 2024.

LI, Hao et al. A green Brassica oleracea L extract as a novel corrosion inhibitor for Q235 steel in two typical acid media. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Elsevier, v. 616, p. 126077, 2021. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.colsurfa.2020.126077>. Acesso em: 06 jul. 2024.

LIMA, Mércia M. A. et al. Photoprotective and antioxidant effect of babassu mesocarp flour extracts. **Acta Amazonica**, Manaus, v. 53, p. 294-301, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1809-4392202300891>. Acesso em: 06 jul. 2024.

LIRA, Thyago A. M. et al. Performance of agricultural tractor consuming diesel and biodiesel derived from babassu (*Orbinya martiana*). **Australian Journal of Crop Science, Brisbane**, Informit, Melbourne (Vic), v. 13, n. 7, p. 1037-1044, 2019. Disponível em: <https://search.informit.org/doi/abs/10.3316/informit.751771562734262>. Acesso em: 06 jul. 2024.

LOUZEIRO, Hilton C. et al. Desenvolvimento e Caracterização das Nanoemulsões de Combustíveis de Óleo de Babaçu (*Attalea speciosa*). **Revista Virtual de Química**, Rio de Janeiro, 2021. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.21577/1984-6835.20220070>. Acesso em: 06 jul. 2024.

MAMEDE, Antônio A. da S. et al. Soybean and babassu biodiesel production: a laboratory scale study and an exergy analysis approach. **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 25, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620200004.1150>. Acesso em: 06 jul. 2024.

MATOS, F. J. A. Introdução a fitoquímica experimental. 3. ed. Fortaleza: Edições UFC, 2009. p. 47-54. Disponível em: https://www.academia.edu/41235040/Livro_Introducao_a_Fitoquimica_Experimental_Francisco_Matos_compressed. Acesso em: 06 jul. 2024.

MIRALRIO, Alan; ESPINOZA VÁZQUEZ, Araceli. Plant extracts as green corrosion inhibitors for different metal surfaces and corrosive media: a review. **Processes**, Basel, v. 8, n. 8, p. 942, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/pr8080942>. Acesso em: 06 jul. 2024.

MOURA, C. V. R. et al. Caracterização físico-química de óleos vegetais de oleaginosas adaptáveis ao Nordeste Brasileiro com potenciais para produção de biodiesel. **Revista Virtual de Química**, Rio de Janeiro, v. 11, n. 3, p. 573-95, 2019. Acesso em: 06 jul. 2024.

MOURYA, Punita; BANERJEE, Sitashree; SINGH, M. M. Corrosion inhibition of mild steel in acidic solution by Tagetes erecta (Marigold flower) extract as a green inhibitor. **Corrosion Science**, Elsevier, v. 85, p. 352-363, 2014. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.corsci.2014.04.036>. Acesso em: 06 jul. 2024.

NOROUZI, Shahrouz et al. Corrosion effects of RME in blends with ULSD on aluminium and copper. **Fuel Processing Technology**, Elsevier, v. 104, p. 204-210, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.05.016>. Acesso em: 06 jul. 2024.

OLIVEIRA, Jefferson S. et al. Determination of methyl ester contents in biodiesel blends by FTIR-ATR and FTNIR spectroscopies. **Talanta**, Elsevier, v. 69, n. 5, p. 1278-1284, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2006.01.002>. Acesso em: 06 jul. 2024.

PEREIRA, Pedro S. et al. Uso da Myracrodruon urundeuva Allemão (aroeira do sertão) pelos agricultores no tratamento de doenças. **Revista Cubana de Plantas Medicinales**, Havana, v. 19, n. 1, 2014. Disponível em: <https://revplantasmedicinales.sld.cu/index.php/pla/article/view/149>. Acesso em: 06 ago. 2024.

PORRO, Roberto. A economia invisível do babaçu e sua importância para meios de vida em comunidades agroextrativistas. **Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi. Ciências Humanas**, Belém, v. 14, p. 169-188, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1981.81222019000100011>. Acesso em: 06 jul. 2024.

PRIYATHARESINI, P. Indra; KUMAR, K. P. Vinod; KUMARI, S. Sudha. Studies of the anticorrosive nature of green Ricinus seed extract with neem biodiesel in copper metal. **Biofuels**, London, 2019. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1080/17597269.2018.1506634>. Acesso em: 06 jul. 2024.

RAHMOUNI, Halima et al. Analysis of Fig Leaf Extract as Steel Eco-friendly Corrosion Inhibitor in Acidic Medium: Electrochemical, Gravimetric, Spectroscopic, and Surface Studies. **Analytical and Bioanalytical Electrochemistry**, Tehran, v. 16, n. 2, p. 142-162, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.22034/abec.2024.711550>. Acesso em: 06 jul. 2024.

RAJAMOHAN, Sakthivel et al. Evaluation of oxidation stability and engine behaviors operated by Prosopis juliflora biodiesel/diesel fuel blends with presence of synthetic antioxidant. **Sustainable Energy Technologies and Assessments**, Elsevier, v. 52, p. 102086, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.seta.2022.102086>. Acesso em: 06 jul. 2024.

RANGEL, Nelly V. P. et al. Effect of additives on the oxidative stability and corrosivity of biodiesel samples derived from babassu oil and residual frying oil: An experimental and theoretical assessment. **Fuel**, Elsevier, v. 289, p. 119939, 2021. Disponível em: <http://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119939>. Acesso em: 06 jul. 2024.

ROCABRUNO-VALDÉS, C. I. et al. An electrochemical study of the corrosion behaviour of metals in canola biodiesel. **Corrosion Engineering, Science and Technology**, Abingdon, v. 53, n. 2, p. 153-162, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/1478422X.2018.1443621>. Acesso em: 06 jul. 2024.

RODRIGUES JR, Jorge de A. et al. Correlating chemical structure and physical properties of vegetable oil esters. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, John Wiley & Sons, v. 83, n. 4, p. 353-357, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11746-006-1212-0>. Acesso em: 06 jul. 2024.

RUBAYE, Ahmed Y. I. et al. Cheery sticks plant extract as a green corrosion inhibitor complemented with LC-EIS/MS spectroscopy. **International journal of electrochemical science**, Elsevier, v. 10, n. 10, p. 8200-8209, 2015. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1452-3981\(23\)11087-X](https://doi.org/10.1016/S1452-3981(23)11087-X). Acesso em: 06 jul. 2024.

SALLEH, Siti Z. et al. Plant extracts as green corrosion inhibitor for ferrous metal alloys: A review. **Journal of Cleaner Production**, Elsevier, v. 304, p. 127030, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127030>. Acesso em: 12 jul. 2024.

SAMUEL, O. D.; GULUM, M. Mechanical and corrosion properties of brass exposed to waste sunflower oil biodiesel-diesel fuel blends. **Chemical Engineering Communications**, Taylor & Francis, v. 206, n. 5, p. 682-694, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/00986445.2018.1519508>. Acesso em: 09 jul. 2024.

SANTANA, Paulo M. B. de; MEIRA, Marilena; TENTARDINI, Eduardo K. Effects of adding some natural substances to biodiesel to control its effect on carbon steel corrosion. **Materials Research**, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, v. 18, p. 164-169, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1516-1439.352314>. Acesso em: 16 jul. 2024.

SAYYID, Firas F. et al. Gravimetric Measurements and Theoretical Calculations of 4-Aminoantipyrine Derivatives as Corrosion Inhibitors for Mild Steel in Hydrochloric Acid Solution: Comparative Studies. **Corrosion Science and Technology**, The Corrosion Society of Japan, v. 22, n. 2, p. 73-89, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.14773/cst.2023.22.2.73>. Acesso em: 14 jul. 2024.

SERQUEIRA, Dalyelli S. et al. Oxidative stability and corrosivity of biodiesel produced from residual cooking oil exposed to copper and carbon steel under simulated storage conditions: Dual effect of antioxidants. **Renewable Energy**, Elsevier, v. 164, p. 1485-1495, 2021. Acesso em: 21 jul. 2024.

SHEHZAD, A. et al. Corrosion behavior of copper, aluminium, and stainless steel 316L in chicken fat oil based biodiesel-diesel blends. **Sustainable Energy Technologies and Assessments**, Elsevier, v. 56, p. 103089, 2023. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.seta.2023.103089>. Acesso em: 17 jul. 2024.

SILVA, Tecla dos S. et al. In vitro shoot regeneration in Myracrodruon urundeuva Fr. All. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, Sociedade Brasileira de Zootecnia, v. 51, p. e69269, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1983-40632021v5169269>. Acesso em: 25 ago. 2024.

SUBEDI, B. N. et al. Green approach to corrosion inhibition effect of Vitex negundo leaf extract on aluminum and copper metals in biodiesel and its blend. **International Journal of Corrosion and Scale Inhibition**, Walter de Gruyter, v. 8, n. 3, p. 744-759, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.17675/2305-6894-2019-8-3-21>. Acesso em: 29 jul. 2024.

TAN, Yao et al. Corrosion Behavior of 2A97 Al–Li Alloy in Cl⁻ and SO₄²⁻ Mixed Salt Spray. **Journal of Materials Engineering and Performance**, Springer, p. 1-12, 2023. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s11665-023-08886-2>. Acesso em: 22 jul. 2024.

TEBAS, Saulo de O. G. et al. Mild conditions in the transesterification reaction of babassu oil and purified fusel oil. **Chemical Engineering Communications**, Taylor & Francis, v. 208, n. 3, p. 432-440, 2021. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1080/00986445.2019.1710495>. Acesso em: 19 jul. 2024.

THANGARASU, Vinoth; BALAJI, B.; RAMANATHAN, Anand. Experimental investigation of tribo-corrosion and engine characteristics of Aegle Marmelos Correa biodiesel and its diesel blends on direct injection diesel engine. **Energy**, Elsevier, v. 171, p. 879-892, 2019. Disponível em: <https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.energy.2019.01.079>. Acesso em: 23 jul. 2024.

URIOSTE, Daniele et al. Síntese de padrões cromatográficos e estabelecimento de método para dosagem da composição de ésteres de ácidos graxos presentes no biodiesel a partir do óleo de babaçu. **Química Nova**, Sociedade Brasileira de Química, v. 31, p. 407-412, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422008000200038>. Acesso em: 28 jul. 2024.

VIANA, G. S. B.; BANDEIRA, M. A. M.; MATOS, F. J. A. Analgesic and antiinflammatory effects of chalcones isolated from Myracrodruon urundeuva Allemão. **Phytomedicine**, Elsevier, v. 10, n. 2-3, p. 189-195, 2003. Disponível em: <https://doi.org/10.1078/094471103321659924>. Acesso em: 24 ago. 2024.

WEI, Hongyu et al. Green inhibitors for steel corrosion in acidic environment: state of art. **Materials Today Sustainability**, Elsevier, v. 10, p. 100044, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2020.100044>. Acesso em: 30 jul. 2024.

ZENEBON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2005. 1018 p. Acesso em: 13 jul. 2024.

ANEXO I – RESULTADOS DOS TESTES FITOQUÍMICOS

Quadro 1 - Resultados dos testes fitoquímicos

Amostra	Teste 1	Teste 2	Teste 3	Teste 4
EEDA	Positivo para taninos pirogálicos	Positivo para chaconas e auronas	Positivo para catequinas	Positivo para flavonóis, flavanonas, flavanonóis e/ou xantonas livres ou seus heterosídeos
EFDA	Positivo para taninos flobabênicos	Positivo para flavonas, flavonóis e xantonas	Positivo para flavanonas	Negativo para flavonóis, flavanonas, flavanonóis e/ou xantonas livres ou seus heterosídeos

Quadro 2 - Resultados dos testes fitoquímicos

Amostra	Teste 5	Teste 6	Teste 7
EEDA	Positivo para catequinas	Positivo para esteroides livres	Negativo para saponinas
EFDA	Negativo para catequinas	Positivo para esteroides livres	Negativo para saponinas

O resultado apresentado possui uma baixa discrepância quando comparado a literatura devido a provável presença de dois ou mais fitoquímicos na mesma amostra, de tal forma que um possa mascarar a presença de outro. O mesmo pode ocorrer também quando algum resultado soa contraditório ao comparar com o resultado de outro teste realizado.

Legenda:

Teste 1: Teste para fenóis e taninos.

Teste 2: Teste para antocianinas, antocianidinas e flavonóides.

Teste 3: Teste para leucoantocianidinas, catequinas e flavonas.

Teste 4: Teste para flavonóis, flavanonas, flavanonóis e xantonas.

Teste 5: Teste para confirmação de catequinas.

Teste 6: Teste para esteroides e triterpenoides (Lieberman - Burchard).

Teste 7: Teste para saponinas.

EEDA: Extrato da entrecasca da Aroeira.

EFDA: Extrato das Folhas da Aroeira

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os testes fitoquímicos foram realizados segundo metodologia proposta por Matos (2009). Os extratos em etanol, e as frações dos extratos em etanol obtidas foram submetidos aos testes de: fenóis e taninos, flavonóides, catequinas, esteróides e triterpenos (teste de Liberman-Buchard), leucoantocianidinas e saponinas, como descrito nos próximos itens.

Teste para Fenóis e Taninos

Em um tubo de ensaio foram adicionadas 3 gotas de solução alcoólica de cloreto de ferro III (FeCl_3) 1% ao extrato, em seguida agitou-se bem para a observação das variações na cor e na formação de precipitado.

Teste para Antocianinas, Antocianidinas e Flavonóides

Foram separados três tubos de ensaio e adicionado aproximadamente 0,2 mg de extrato em cada um. O primeiro foi acidificado a pH 3, o segundo alcalinizado a pH 8,5 e o terceiro a pH 11. Em seguida observou-se a mudança na coloração do material, que foi comparado com os dados da Tabela 14, visando identificar a(s) classe(s) do(s) metabólito(s).

Tabela 14 – Avaliação das cores para teste de antocianinas, antocianidinas e flavonóides

Constituintes	Cor de meio		
	Ácido (pH 3)	Alcalino (pH 8,5)	Alcalino (pH 11)
Antocianinas e Antocianidinas	Vermelha	Lilás	Azul-púrpura
Flavonas, Flavonóis e Xantonas	-	-	Amarela
Chaconas e Auronas	Vermelha	-	Vermelha púrpura
Flavonóis	-	-	Vermelha púrpura

Fonte: Matos (2009).

Teste para Saponinas

Em um tubo de ensaio com extrato foi adicionado 5-10 mL de água para dissolvê-lo. Após esse processo o tubo foi agitado fortemente com a solução, de dois a três minutos, para a observação de formação de espuma.

Teste para Esteroides e Triterpenóides (Lieberman-Burchard)

Em um tubo com aproximadamente 0,2 mg de extrato, foi adicionado 1-2 mL de clorofórmio para a dissolução do mesmo. Após esse processo a solução clorofórmica foi filtrada em um pequeno funil fechado com um pequeno chumaço de algodão para um segundo tubo de ensaio. Em seguida adicionou-se 1 mL de anidrido acético, e agitou-se suavemente, acrescentado três gotas de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), tornando-se a agitar, o que foi observado o desenvolvimento de cores.

Teste para Leucoantocianidinas, Catequinas e Flavonas

Separou-se dois tubos de ensaio e adicionou-se aproximadamente 0,2 mg de extrato em cada um. O primeiro foi acidificado com ácido clorídrico (HCl) até pH 1-3, e o segundo alcalinizado com hidróxido de sódio (NaOH) até pH 11. Em seguida, foi aquecido em banho maria por 3 minutos, e observou-se qualquer modificação na cor, sendo a substância identificada/classificada com base na Tabela 15.

Tabela 15 – Avaliação das cores para teste de leucoantocianidinas, catequinas e flavonas

Constituintes	Cor de meio	
	Ácido	Alcalino
Leucoantocianidinas	Vermelha	-
Catequinas (Taninos catéquico)	Pardo-amarelada	-
Flavanonas	-	Vermelho laranja

Fonte: Matos (2009).

Teste para Flavonóis, Flavanonas, Flavanonóis e Xantonas

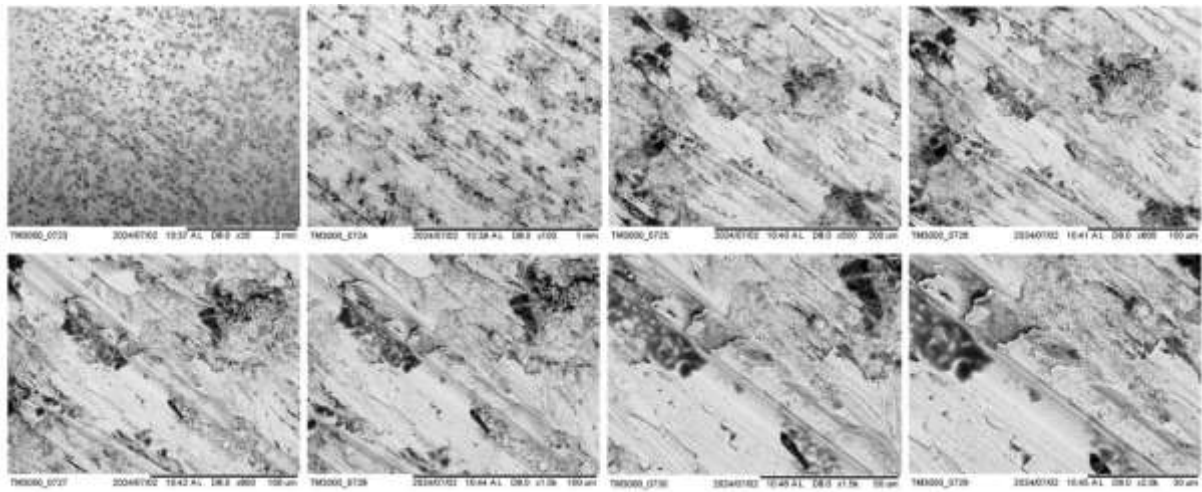
Em um tubo de ensaio foi adicionado alguns centigramas de magnésio em fita e 0,5 mL de HCl concentrado. Após o término da reação indicada pelo fim da efervescência, uma alteração na coloração é indicativo do composto.

REFERÊNCIA

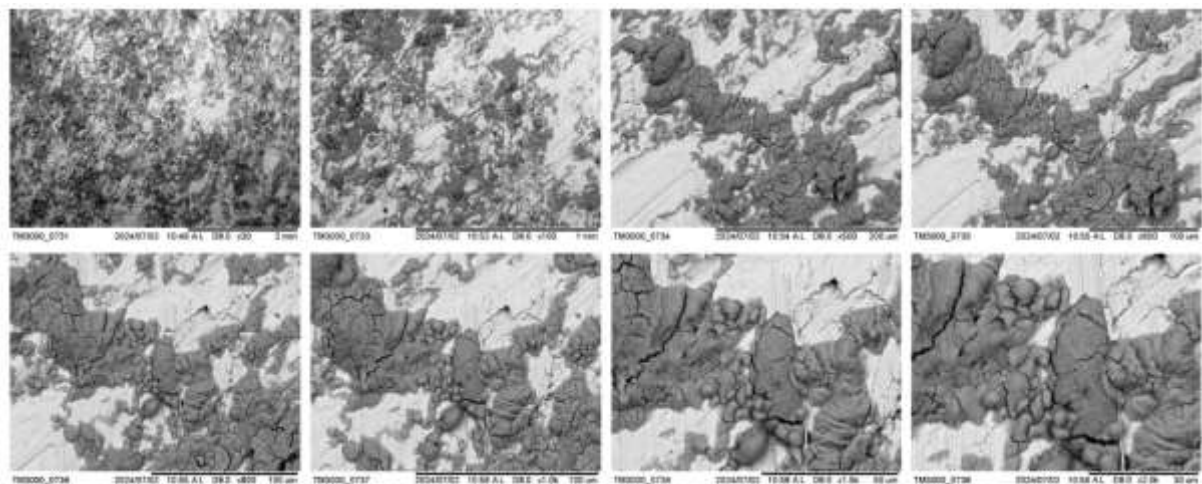
MATOS, F. J. A. Introdução a fitoquímica experimental. 3 ed. – Fortaleza: Edições UFC, p. 47-54, 2009.

APÊNDICE I – MICROGRAFIAS DAS AMOSTRAS DE AÇO CARBONO 4340

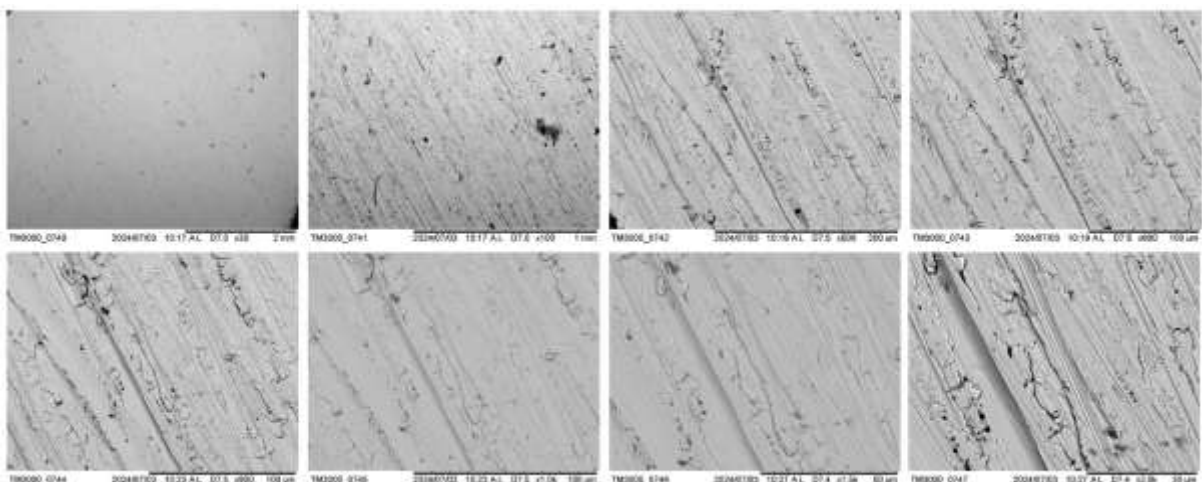
A₁ branco



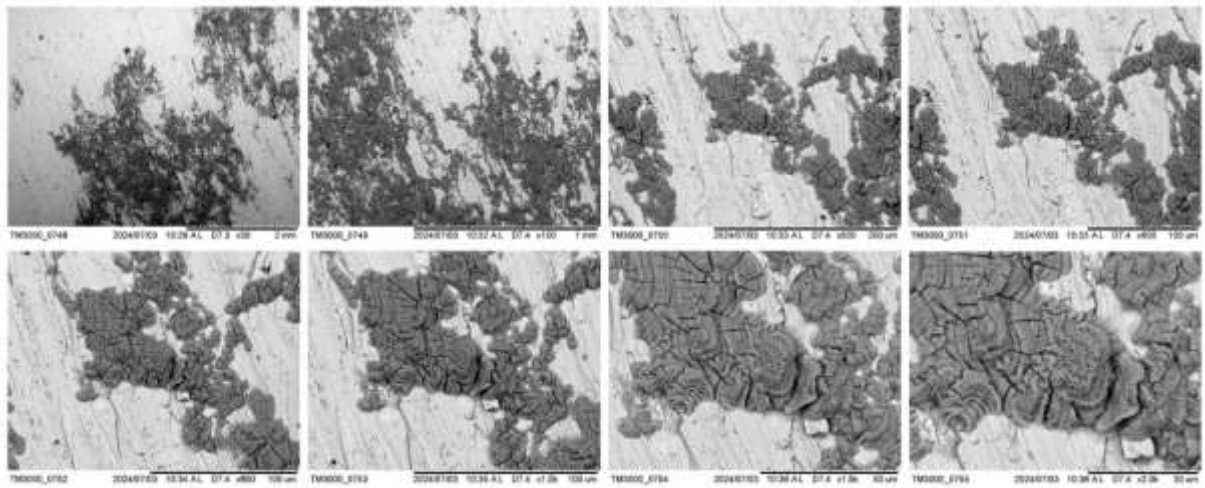
A₂ branco



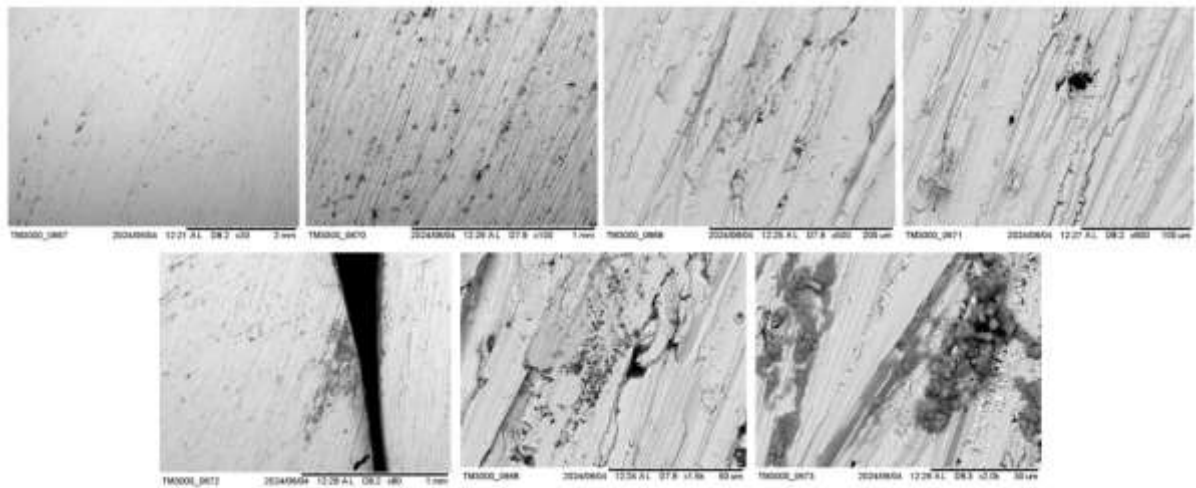
A₃ + extrato



A₄ + extrato



A₅ + trolox



A₆ + trolox

