

DETERMINAÇÃO DE METANOL EM BIODIESEL METÍLICO DE ÓLEO DE SOJA POR RESSONÂNCIA MAGNÉTICA NUCLAR DE HIDROGÊNIO

Introdução

O biodiesel é um biocombustível, empregado como substituinte total ou parcial ao diesel em motores de ignição por compressão. É constituído por uma mistura de ésteres graxos obtida a partir de óleos ou gorduras por reação de transesterificação. Além da fonte graxa, a reação envolve um álcool e requer o uso de catalisadores. A presença de resíduos de álcool no biodiesel pode causar a diminuição do ponto de fulgor, do número de cetano e da lubrificidade do combustível, além de causar a oxidação do motor. Um dos parâmetros que devem ser analisados para a comercialização do biocombustível é o teor de álcool, cujo limite máximo estabelecido é de 0,2%. A metodologia analítica oficial que é empregada é a cromatografia gasosa. O objetivo do presente trabalho é implementar metodologia analítica para a determinação de metanol residual em biodiesel metílico de óleo de soja por Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio e avaliar a exatidão, precisão e limites de quantificação e detecção do método.

Metodologia

O biodiesel metílico de óleo de soja foi obtido por transesterificação na presença de gliceroxido de sódio. Para a determinação de metanol no biodiesel metílico, três curvas analíticas foram preparadas. Para a preparação da curva analítica seis alíquotas de 10 g de biodiesel foram separadas e adicionadas com MeOH padrão espectrométrico (Sigma) com concentrações de 0, 0,05, 0,10, 0,15, 0,20 e 0,25%.

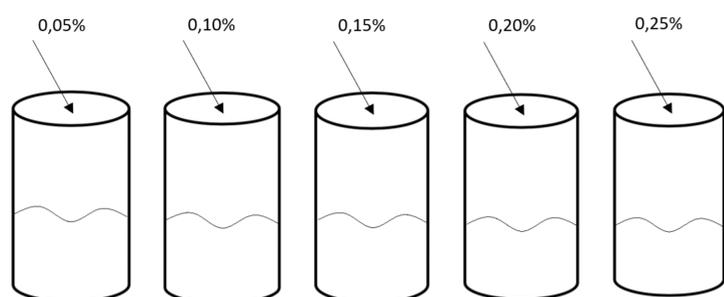


Figura 1. Adições de metanol no biodiesel metílico

Um volume de 100 μ L da amostra original e das alíquotas adicionadas foram diretamente introduzidos em tubos de RMN seguidos de 500 μ L de CDCl_3 (Cambridge I. L., 1% TMS).

Cassiane Elisabete Mendes Dutra
Samuel José Santos
Luiz Antonio Mazzini Fontoura

Curso de Química – ULBRA,
Centro de Pesquisa em Produto e Desenvolvimento

As recuperações foram calculadas como percentual da concentração obtida pela equação da reta em relação à concentração nominal da solução e podem ser usadas como avaliação da exatidão. Os limites de detecção e quantificação foram obtidos a partir dos parâmetros das curvas analíticas. Os espectros foram adquiridos em um espectrômetro Varian Oxford operando a 400 MHz, (32 scans e delay de 1 s) em triplicata.

Resultados e Conclusões

As recuperações, expressas como médias das três curvas, nos diversos níveis, foram estimadas no intervalo de 98,3 a 111,4% com desvios padrão relativos de 0,8 a 5,3%, considerados apropriados para a faixa de concentração estudadas. Os limites de detecção e quantificação foram estimados em 0,02 e 0,07% respectivamente, abaixo do limite imposto pela legislação. Embora os investimentos com o espectrômetro de RMN e sua manutenção sejam altos, quando disponível, a técnica utiliza menor quantidade de material de consumo e gera pouco resíduo. A curva analítica é apresentada na Figura 2.

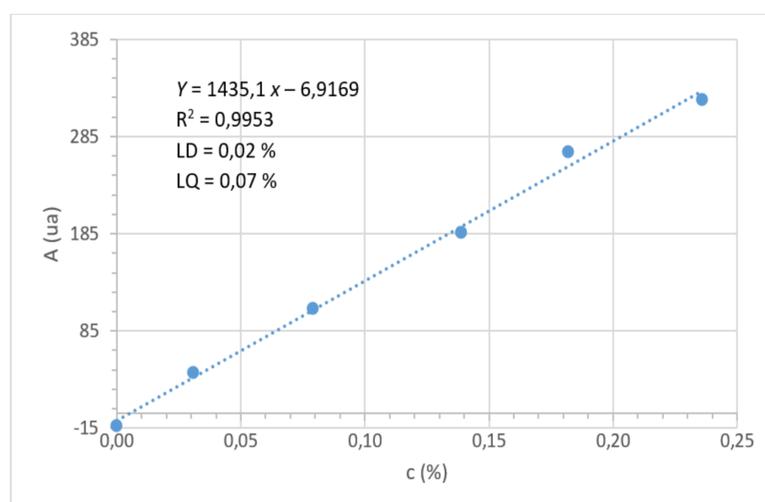


Figura 2. Curva analítica: área versus concentração