Determinação de Biodiesel por Espectroscopia Raman e ^{1}H RMN Durante a Transesterificação de Óleo de Soja com Etanol

Grace F. Ghesti* (PG), Julio L. de Macedo (PG), Esdras S. de Figuerêdo (IC), Andréia A. Costa (PG), Vicente C. I. Parente (IC), Inês S. Resck (PQ), José A. Dias (PQ) e Sílvia C. L. Dias* (PQ)

Laboratório de Catálise, Instituto de Química, Universidade de Brasília, Brasília-DF, grace@unb.br e scdias@unb.br.

Palavras Chave: *Biodiesel, transesterificação, óleo de soja, etanol, espectroscopia Raman, RMN.*

Introdução

A ASTM definiu biodiesel como ésteres de cadeias longas derivados de ácidos graxos oriundos de fontes renováveis, como óleo vegetal ou gordura animal. A transesterificação é o método mais utilizado para a obtenção de biodiesel. Neste trabalho, um modelo FT-Raman/PLS previamente construído[1,2] foi utilizado para monitorar e quantificar uma reação de transesterificação de óleo de soja com etanol. Os resultados obtidos foram correlacionados com três métodos de ^{1}H RMN,[3,4] sendo um deles ainda inédito na literatura.[5]

Resultados e Discussão

As reações de transesterificação foram realizadas em balão de 50 mL sob agitação constante a 100 °C em condições de refluxo. Um total de seis reações (2, 6, 10, 14, 18, 22 h) foram realizadas em condições idênticas (razão molar óleo de soja:etanol de 1:30 e 10 % em massa de catalisador). Por se tratar de patente, o catalisador não será descrito neste resumo.

Os espectros FT-Raman foram adquiridos em um módulo FRA 106/S acoplado a um espectrômetro Equinox 55 (Brüker) e as medidas de ^{1}H RMN (300 MHz) foram obtidas em um espectrômetro Varian Mercury Plus. Para quantificação de ésteres de etila por FT-Raman/PLS utilizou-se o modelo com melhor capacidade de predição.[1,2] Para quantificação por ^{1}H RMN utilizou-se os métodos de Neto et al. (curva analítica),[3] Silva et al. (equação 1)[4] e Ghesti et al. (equação 2).[5]

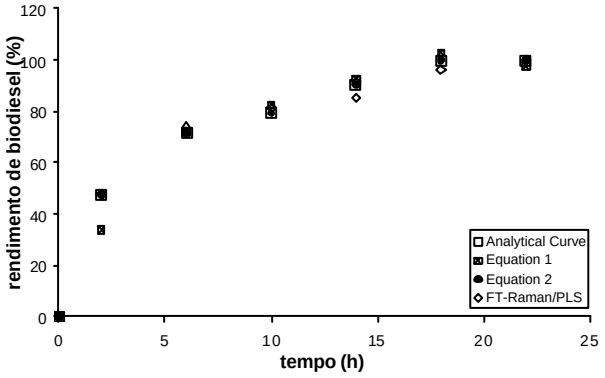

Figura 1. Rendimento de biodiesel de uma reação de transesterificação em refluxo.

A Figura 1 mostra os métodos FT-Raman/PLS e ^{1}H RMN aplicados a uma reação de transesterificação em andamento. Os resultados obtidos mostraram boa correlação, validando assim uns aos outros. A reação também foi realizada em reator de batelada a 180-200 °C utilizando a mesma razão óleo:álcool, mas apenas 1 % de catalisador. A Figura 2 mostra que houve uma conversão total após 4 h de reação.

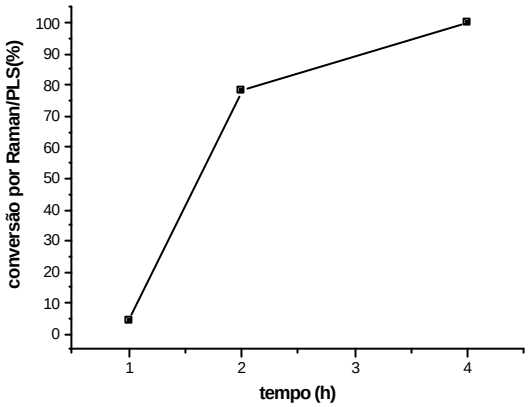

Figura 2. Rendimento de biodiesel de uma reação de transesterificação em batelada.

Conclusões

Modelos FT-Raman/PLS são uma alternativa atrativa e rápida para o monitoramento da produção de biodiesel. Métodos de ^{1}H RMN, principalmente quando envolve simples equações, são facilmente adaptados a outros óleos vegetais. Ambos os métodos foram correlacionados com sucesso, evidenciando assim seu potencial para a produção e controle de qualidade de biodiesel.

Agradecimentos

UnB-IQ (FUNPE), CNPq, FINATEC, FINEP/CT-Petro, FINEP/CT-Infra, FAPDF/SCDT/CNPq.

[1] Ghesti, G. F. Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, Brasília, DF, Brasil, 2006.

[2] Ghesti, G. F.; Macedo, J. L.; Braga, V. S.; Souza, A. T. C. P.; Parente, V. C. I.; Figuerêdo, E. S.; Resck, I. S.; Dias, J. A.; Dias, S. C. L. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **2006**, *83*, 597.

[3] Neto, P. R. C.; Caro, M. S. B.; Mazzuco, L. M.; Nascimento, M. G. *J. Am. Oil Chem. Soc.* **2004**, *81*, 1111.

[4] Silva, C. L. M. Dissertação de Mestrado, Universidade de Campinas, Campinas, SP, Brasil, 2005.
[5] Ghesti, G. F.; Macedo, J. L.; Resck, I. S.; Dias, J. A.; Dias, S. C. L. *Energy Fuels* **2007**, submetido para publicação.