

Identificação do biodiesel em diesel (BX) comercial por CG-EM-MSI.

Daniel de Q. Rocha* (PG), Jamal da S. Chaar (PQ) , Diana K. Barros (IC), Everton J.da Silva (IC), Valdir F. da Veiga Jr. (PQ).

Universidade Federal do Amazonas – UFAM, LAPEC – Laboratório de Pesquisa e Ensaios de Combustíveis. Av. Rodrigo Otávio Jordão Ramos, 3000, Coroado, 69077-000, Manaus-AM

Palavras Chave: Biodiesel, CG-EM, Monitoramento seletivo de íons.

Introdução

O biodiesel é uma realidade mundial no uso de tecnologias renováveis para a produção de combustíveis. A obrigatoriedade de inserção de 2% de biodiesel ao diesel comercial (o chamado combustível B2) a partir de 2008 no mercado brasileiro cria uma grande demanda e, consequentemente, a necessidade imediata de construção de metodologias analíticas de controle de qualidade que sejam adequadas aos padrões internacionais, nacionais e mesmo regionais. Seu desenvolvimento é estratégia essencial para a elevação do padrão de qualidade do biodiesel que chega ao mercado consumidor brasileiro e que corrobore para a sua adequação às especificações das normas vigentes da Agência Nacional do Petróleo (ANP).

A Cromatografia em fase Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas (CG-EM) no modo de aquisição Monitoramento Seletivo de Íons (MSI) é uma importante ferramenta que pode ser utilizada neste processo. A CG-EM-MSI é uma técnica analítica de alta sensibilidade, precisão, eficiência e de execução rápida e fácil, permitindo a identificação eficaz do tipo de adulteração realizado, sua origem e mesmo os tipos de ácidos graxos ou óleos vegetais utilizados na formulação do B2, além de atender a diversas especificações como teor de ácidos livres e, é claro, teor de biodiesel no B2.

O objetivo deste trabalho é descrever uma metodologia de identificação de misturas de ésteres de ácidos graxos utilizados para a produção de biodiesel em amostras de biodiesel associado ao diesel mineral (B2 ou B5) através da CG-EM-MSI.

Resultados e Discussão

Após a análise de padrões de ésteres metílicos (EMAG) e etílicos (EEAG) de ácidos graxos utilizando íons característicos do espectro de massas desses compostos em CG-EM-MSI, foram construídas curvas de calibração e analisados os principais parâmetros necessários à validação do método quanto à quantificação de ácidos graxos na mistura complexa de hidrocarbonetos que compõem o óleo Diesel mineral (Tabela 1). Na figura 1a observa-se a análise da mistura de padrões de EMAG através

da CG-EM-MSI. A figura 1b apresenta o cromatograma de íons totais (CIT) da mistura de 2% de biodiesel (metílico) do óleo vegetal de Inajá em 98% de diesel (formando a mistura B2) e o MSI extraído desta análise utilizando o íon 74.

Tabela 1. Parâmetros de validação do método.

Parâmetro	Unidade	Resultado
Precisão	%CV	8,7
Exatidão	%	110,0
LOQ	mg/L	1,0
Linearidade	mg/L	1,0 – 800,0

Pode-se observar que a identificação dos ésteres metílicos na mistura complexa com o diesel é eficiente com a utilização de apenas este único íon. Para a identificação dos EEAG foi utilizado o fragmento m/z 88.

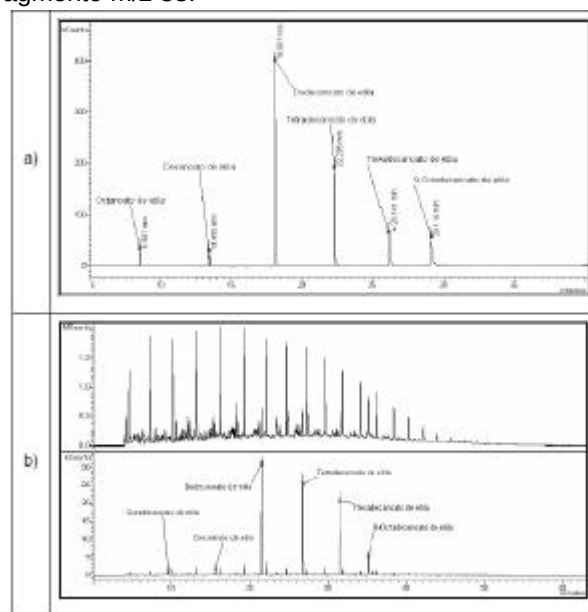


Figura 1. a) CIT da mistura de EMAG b) CIT do B2 de Inajá e MSI do íon m/z 74

Outros fragmentos de ésteres de ácidos graxos foram utilizados para comparação e confirmação das identificações em ésteres insaturados e sililados.

Conclusões

O método desenvolvido pode ser amplamente aplicado para o controle de qualidade da mistura Biodiesel/Diesel nos laboratórios da ANP.

Agradecimentos

CNPq e FAPPEAM.