Determinação da acidez em biodiesel degradado termicamente por calibração multivariada e espectroscopia no infravermelho próximo

Ingrid Komorizono de Oliveira[1](PG)*, Ronei Jesus Poppi[1](PQ).

***ingrid@iqm.unicamp.br**

LAQQA-Laboratório de Quimiometria em Química Analítica –Instituto de Química.Universidade Estadual de Campinas-Unicamp,caixa postal 6154, Campinas, SP, Brasil.

Palavras Chave: *PLS, biodiesel, figuras de mérito.*

Introdução

A agência nacional de petróleo (ANP) determinou que a partir de 2008 todo combustível diesel deve obrigatoriamente conter 2% de biodiesel. Devido à este aumento de consumo de biodiesel é importante certificar sua qualidade. Um dos fatores que podem diminuir a qualidade deste combustível renovável é a degradação térmica. Leung et al[1] estudaram a degradação do biodiesel sob diferentes condições de armazenamento. O presente trabalho determinou os valores de acidez do biodiesel degradado termicamente utilizando a espectroscopia do infravermelho próximo e o método dos mínimos quadrados parciais (PLS).

Resultados e Discussão

A amostra de biodiesel foi mantida sob uma estufa à uma temperatura constante de 55 ^{o}C, durante 3 semanas. Diariamente foram recolhidas amostras e analisadas através da espectroscopia do infravermelho próximo e por titulação ácido/base. Para a realização da titulação (ASTM D974-87) a amostra foi dissolvida em uma solução de éter etílico/álcool na proporção de 1:2, respectivamente. O reagente titulante consistia de uma solução padrão de NaOH 0,001 mol/L. O valor de acidez foi calculado de acordo com:

eq 1. $$= \frac{Vol_{NaOH}(mL) \times Conc_{NaOH}(M) \times M.W_{KOH}}{Massa\,da\,amostra\,(g)}$$

As análises espectroscópicas foram realizadas através de um espectrofotômetro Nicolet 520 FT-IR. A faixa espectral utilizada foi de 4000 a 7500 cm^{-1}, com uma resolução de 4 cm^{-1} e 64 varreduras.

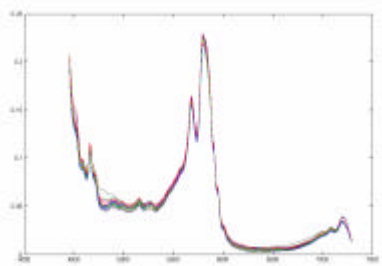

Figura 1. Espectros de infravermelho próximo das amostras degradadas utilizadas para a calibração.

Os espectros de infravermelho (Fig. 1) foram relacionados com os valores de acidez através do método dos mínimos quadrados parciais (PLS). Os resultados estão apresentados na Fig. 2, que mostra o gráfico dos valores determinados pela titulação contra os previstos pelo método proposto.

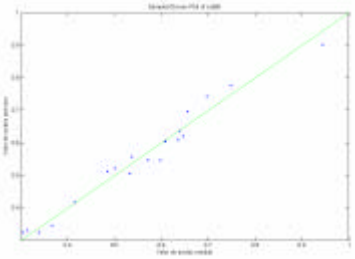

Figura 2. Gráfico dos valores medidos versus os valores previstos pelo modelo proposto.

Foram determinadas também as figuras de mérito para o modelo desenvolvido, que estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Valores das figuras de mérito do modelo de calibração

Figuras de mérito	Valores
RMSEC[a]	0.043
RMSECV[a]	0.026
RMSEP[a]	0,0097
Sensibilidade[b]	0,059
Sensibilidade analítica[a]	0,01
Média da seletividade da calibração	0,0382
Razão sinal-ruído[c]	28,08
Coeficiente de correlação	0,98

[a]mg/KOH/g, [b](mg/KOH/g)$^{-1}$, [c]valor máximo.

Conclusões

O método PLS mostrou-se como uma ferramenta útil e rápida para a determinação do índice de acidez em biodiesel. O método utiliza a espectroscopia do infravermelho próximo e possui a vantagem sobre a técnica tradicional da titulação a economia de tempo e reagentes.

Agradecimentos

[1] Leung, D. Y. C., Koo B. C. P., Guo Y., *Bioresource Technology* **2006**, 97, 250.