

# Determinação de glicerol em biodiesel por voltametria cíclica utilizando oxidação eletrocatalítica em eletrodo de platina

Leandro Maranghetti Lourenço\* (PG) e Nelson Ramos Stradiotto (PQ)

NDCOM – Núcleo de Desenvolvimento de Métodos de Análise de Combustíveis – Departamento de Química Analítica - Instituto de Química / UNESP – Araraquara / SP

\* [lemarlou@iq.unesp.br](mailto:lemarlou@iq.unesp.br)

Palavras Chave: Glicerol, glicerina, glicerina livre, biodiesel, oxidação eletrocatalítica, voltametria cíclica.

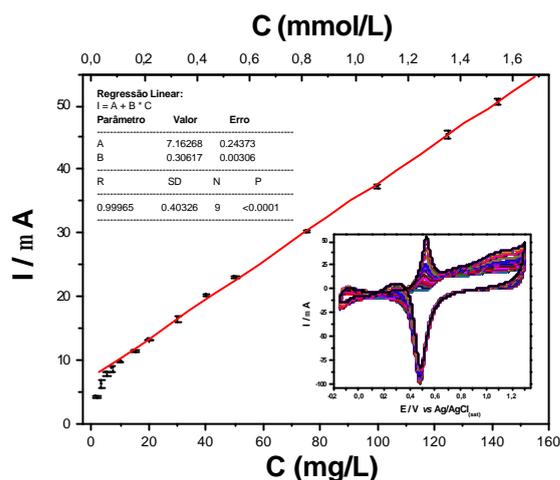
## Introdução

Na produção do biodiesel, através da reação de transesterificação, tem-se como subproduto o glicerol que, segundo as normas estabelecidas pela ANP para a especificação da qualidade de biodiesel tipo B100 (Regulamento Técnico nº 4/2004), não deve ultrapassar a concentração máxima de 200 mg/kg (0,02% m/m). A maioria dos métodos propostos na literatura para a determinação de glicerol em biodiesel utiliza das técnicas cromatográficas, porém, há poucos utilizando das técnicas eletroanalíticas.

Como alternativa, um novo método para a quantificação do glicerol foi desenvolvido, baseado na oxidação eletrocatalítica do glicerol em eletrodo de platina, em meio ácido, utilizando-se para isso ciclos voltamétricos sucessivos. Na determinação de glicerol (glicerina livre) em amostras reais de biodiesel, um novo método de extração foi também desenvolvido, consistindo em uma extração líquido-líquido, seguida da eliminação de interferentes por extração em fase sólida e evaporar rotativo.

## Resultados e Discussão

Nos experimentos de voltametria cíclica em eletrodo de platina, já é conhecido, há algum tempo, a existência de um pico anódico entre 0,4 e 0,7 V *versus* Ag/AgCl<sub>(sat)</sub>, atribuído à oxidação dos alcoóis na superfície do eletrodo. Foi verificado que a intensidade do pico de oxidação aumenta com o número de ciclos voltamétricos sucessivos, atingindo uma excelente estabilidade após 20 ciclos a 100 mV/s. Esse comportamento mostrou-se adequado e estável para a quantificação de glicerol. A curva analítica obtida apresentou uma resposta linear no intervalo de concentração de 15 mg/L (0,16 mmol L<sup>-1</sup>) até valores bem acima de 150 mg/L (1,6 mmol L<sup>-1</sup>) conforme mostrado na **Figura 1**. Considerando a faixa de linearidade apresentada e o método de extração desenvolvido, uma extração típica de biodiesel B100 (3 g de B100 e 6 mL de água) mostra-se capaz de quantificar glicerol em uma faixa de concentração de 30 a 300 mg/kg.



**Figura 1.** Curva analítica obtida pelo registro das correntes de pico entre 0,4 e 0,8 V *versus* Ag/AgCl<sub>(sat)</sub> do 20º ciclo sucessivo (C<sub>HClO<sub>4</sub></sub> = 100 mmol L<sup>-1</sup>; A = 0,125 cm<sup>2</sup>; v = 100 mV/s).

A curva analítica apresentada mostrou um valor de r = 0,999 para o intervalo de concentração entre 15 e 150 mg/L. Estudos de precisão realizados nas concentrações de 20, 75 e 100 mg/L forneceram valores de corrente de 13,2±0,1 µA, 30,5±0,2 µA e 37,7±0,2 µA respectivamente, com um limite de confiança de 95% para as 20 repetições efetuadas. As recuperações obtidas em amostras reais de biodiesel oscilaram entre 88 e 104% com o método de padrão externo.

## Conclusões

A quantificação do glicerol em amostras de biodiesel tipo B100 é possível por meio dos métodos eletroquímico/extração desenvolvidos neste trabalho. O método mostrou-se simples, preciso e de baixo custo. A estabilidade alcançada permite a determinação em um grande número de amostras sem necessidade de recalibração.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e CNPQ.

<sup>1</sup> LaCourse, W. R. e Johnson, D. C. *Anal. Chem.* **1991**, 63, 134.

*Sociedade Brasileira de Química ( SBQ)*

<sup>2</sup> Roquet, L.; Belgsir, E. M.; Léger, J. M. e Lamy. *Electrochimica Acta*. **1994**, 39, 16, 2387.