

Determinação da presença de baixos teores de biodiesel em óleo de soja utilizando dados de ATR-FTIR associado à calibração multivariada.

Magno Ronan de Oliveira*¹ (PG), Isabel Cristina Pereira Fortes¹ (PQ), Itânia Pinheiro Soares¹ (PQ), Ravi Govinda Dardot Prates¹ (PG).

¹ Laboratório de Ensaio de Combustíveis – LEC, Departamento de Química – ICEx – UFMG

* mroliveira@ufmg.br

Palavras Chave: Modelo de calibração, éster metílico, ATR-FTIR.

Introdução

PLS (Parcial Least Square) e infravermelho tem sido usados para projetar modelos de calibração para determinar o conteúdo (%w/w) em misturas de biodiesel (ésteres metílicos + diesel)¹. Este tipo de técnica permite a análise de multi-componentes em um meio não-destrutivo, sem requerer complexos pré-tratamentos de amostra².

O objetivo deste trabalho é desenvolver um modelo de calibração baseado na espectroscopia de ATR-FTIR combinado ao PLS para determinação de biodiesel em amostras com baixas concentrações.

Resultados e Discussão

Foram preparadas 21 soluções de biodiesel (99% de pureza em ésteres metílicos) em óleo de soja nas concentrações de 0 a 10000 ppm e obteve-se os espectros de infravermelho em triplicata. Para a construção do modelo, separou-se 16 amostras para a calibração e 6 para a validação.

A escolha dos números de onda utilizados no modelo (1801-1635 cm^{-1} ; 1448-1421 cm^{-1} ; e 1244-879 cm^{-1}) foi baseada na análise e comparação dos espectros de infravermelho de uma amostra de biodiesel puro e uma amostra de óleo de soja puro (Figura 1).

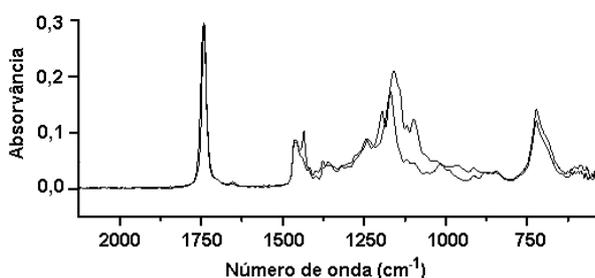


Figura 1 – Espectros de infravermelho de uma amostra de B100 e óleo de soja puros.

O modelo de calibração (Figura 2) foi construído a partir da ferramenta PLS. Os valores de absorvância foram centrados na média e utilizou-se a validação cruzada “Leave-one-out”.

Dez variáveis latentes explicaram 99% do conjunto de dados.

Pelo fato de se ter usado concentrações baixas de biodiesel, o erro de predição se tornou elevado levando-se em conta os pontos iniciais da curva de calibração.

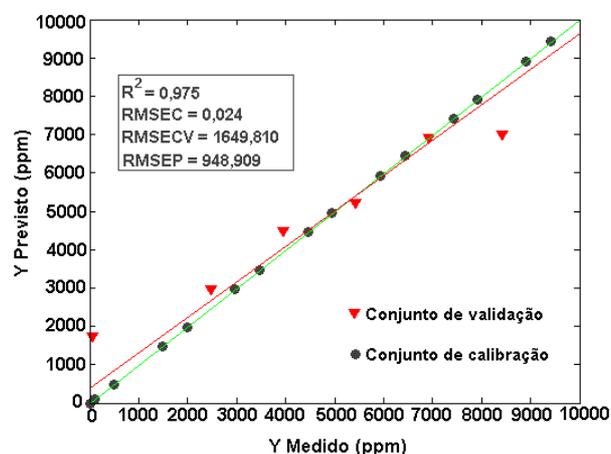


Figura 2 – Correlação entre o conteúdo de éster metílico previsto e medido.

Conclusões

O modelo conseguiu gerar uma curva de calibração satisfatória com valor de R^2 igual a 0,975 aplicável a concentrações de 0 a 10000 ppm de ésteres metílicos.

A espectroscopia de infravermelho ATR-FTIR aliada à calibração multivariada é uma técnica promissora no controle de amostras em escala laboratorial e industrial.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CNPq pelo apoio financeiro.

¹ Oliveira, J. S.; Montalvão, R.; Daher, L.; Suarez, P. A. Z.; Rubim, J. C. *J. Talanta*. **2006**, 1278-1284.

² Baptista, P.; Felizardo, P.; Menezes, J.C. *Analytica Chimica Acta*. **2007**, 153-159.