

## Determinação de terc-butil-hidroquinona (TBHQ) em Biodiesel empregando amperometria de múltiplos pulsos.

Thiago F. Tormin (IC)<sup>1\*</sup>, Denise T. Gimenes (PG)<sup>1</sup>, Valdir S. Ferreira (PQ)<sup>2</sup>, Eduardo M. Richter (PQ)<sup>1</sup>, Rodrigo Alejandro A. Muñoz (PG)<sup>1</sup>. \*thiago\_hbmg@hotmail.com

<sup>1</sup>Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia - Av. João Naves de Ávila, 2121.

<sup>2</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul – Av. Sen. Felinto Muller, 1555

Palavras Chave: biodiesel, antioxidante, amperometria.

### Introdução

O biodiesel tende a sofrer alterações das suas propriedades ao longo do tempo devido a processos de degradação oxidativa, que podem ser acelerados pela exposição ao ar, umidade, metais, luz e calor ou mesmo a ambientes contaminados por microrganismos. Estes processos degradativos provocam graves consequências ao mercado consumidor e, portanto, a adição de antioxidantes ao biodiesel vem sendo estudada.<sup>1</sup> O teor de antioxidantes em biodiesel pode ser relacionado ao seu tempo de degradação oxidativa durante as etapas de armazenamento e estocagem. Neste trabalho é descrita uma metodologia analítica para a determinação do antioxidante terc-butil-hidroquinona (TBHQ) em biodiesel empregando a amperometria de múltiplos pulsos.<sup>2</sup>

### Resultados e Discussão

Inicialmente, estudou-se a composição de uma mistura entre etanol e uma solução aquosa contendo HClO<sub>4</sub> 0,1 mol L<sup>-1</sup> em que o biodiesel fosse solúvel. Na composição otimizada (75% etanol + 25% HClO<sub>4</sub> 0,1 mol L<sup>-1</sup>), o comportamento eletroquímico do TBHQ foi estudado utilizando a amperometria com uma sequência cíclica de pulsos de potenciais de +0,2 a +1,0 V (500 ms cada) em uma célula sob agitação. Eletrodos: Carbono Vítreo, Ag/AgCl (KCl<sub>sat</sub>) e Pt como trabalho, referência e auxiliar, respectivamente. A partir destes resultados construiu-se o voltamograma hidrodinâmico e o potencial de +0,60 V/300 ms foi selecionado para os experimentos subsequentes.

Otimizou-se também o potencial de redução do produto de oxidação do TBHQ (sistema reversível), onde obteve-se melhor relação potencial/sinal amperométrico em 0,0 V/300 ms. Foi necessária a aplicação de um terceiro pulso de potencial (-0,05V/1 s) para constante limpeza eletroquímica do eletrodo. Uma curva de calibração foi obtida com adições de concentrações crescentes de TBHQ a célula sob agitação com a aplicação sequencial e cíclica (em função do tempo) dos pulsos de potenciais otimizados (Fig. 1). Os resultados apresentam boa repetibilidade, estabilidade e linearidade, tanto para a curva com e sem (R<sub>ox</sub>=0,999 e R<sub>red</sub>=0,997) a presença de biodiesel.

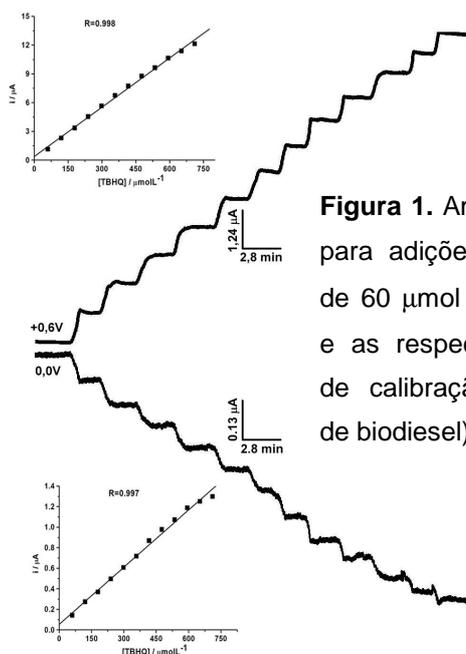


Figura 1. Amperogramas para adições crescentes de 60 µmol L<sup>-1</sup> de TBHQ e as respectivas curvas de calibração (ausência de biodiesel).

Este método foi empregado para a análise de 2 amostras de biodiesel, sendo realizados testes de adição e recuperação (Tabela 1).

Tabela 1. Resultados Analíticos e Recuperação

Parâmetros	Amostra 1	Amostra 2
Valor Original (µmol L <sup>-1</sup> )	< LD	< LD
Valor Adicionado (µmol L <sup>-1</sup> )	59,88	59,88
Valor Detectado (µmol L <sup>-1</sup> )	56,78	54,50
Recuperação (%)	94,8	91,0

### Conclusões

A metodologia proposta é simples, não requer etapas prévias de preparo de amostra (extração / separação), e apresenta boa repetibilidade (uso de pulso de potencial de limpeza) e exatidão (verificada pelos testes de recuperação).

### Agradecimentos

CNPq, FAPEMIG e IQUFU.

<sup>1</sup> Curtis, H. Y.; Wang, A. F.; Salley, S. O.; Ng, K. Y. S. *J. Amer. Oil Chem. Soc.* **2008**, 85, 373.

<sup>2</sup> Gimenes, D.T.; Santos, W.T.P.; Tormin, T.F.; Munoz, R.A.A.; Richter, E.M.; *Electroanalysis*, **2010**, 22, 74.