

## Determinação espectrofotométrica de glicerol livre em biodiesel em sistema em fase única.

Mauricio S. Ribeiro (PG)\*, Sidnei G. Silva (PG), Fábio R. P. Rocha (PQ)

Instituto de Química – Universidade de São Paulo. Av. Lineu Prestes, 748, Cidade Universitária, São Paulo, SP, Brasil.  
\*e-mail: mau.sodre@usp.br

Palavras Chave: *biodiesel, glicerol, fase única.*

### Introdução

O biodiesel vem ganhando destaque entre os combustíveis alternativos limpos. Proveniente de fontes renováveis, este biocombustível é obtido a partir da transesterificação de óleos vegetais e/ou gordura animal produzindo etil-ésteres de ácidos graxos e um importante resíduo, o glicerol<sup>1</sup>. Este co-produto deve ser retirado para a comercialização, pois pode causar danos aos motores de ciclo diesel, além da produção de acroleína<sup>2</sup>, um produto altamente tóxico gerado na combustão. A fim de evitar tais danos, a ANP estabelece na resolução nº 7 de março de 2008, as especificações<sup>3</sup> para o controle de qualidade deste biocombustível, que segundo esta, não deve ultrapassar 200mg por quilo de biodiesel

O presente trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de uma metodologia simples, rápida e com baixo custo para o monitoramento do teor de glicerol livre em biodiesel. Pretende-se, desta forma, apresentar alternativas aos procedimentos em uso e viabilizar o controle *in situ*, agilizando a detecção de possíveis não conformidades.

### Resultados de Discussão

O procedimento desenvolvido foi baseado na oxidação de glicerol por periodato produzindo formaldeído, seguida da reação com acetilacetona. O produto formado, 3,5-diacetil-1,4-dihidrolutidina, apresenta máximo de absorvância em 410 nm. Todos os reagentes foram preparados em meio tamponado de ácido acético/acetato de amônio (pH=5,5). A extração do glicerol geralmente realizada utilizando uma mistura de etanol/água e hexano foi evitada gerando um sistema em fase única mediante adição de etanol.

Um espectrofotômetro convencional (FEMTO) foi empregado para as medidas de absorvância. Inicialmente a amostra de biodiesel foi deve ser diluída em álcool etílico anidro na proporção 1:20. A ordem de adição, os volumes e a concentração dos reagentes no procedimento proposto foram otimizados e são apresentados na tabela 1:

Tabela 1: Parâmetros otimizados para o procedimento proposto em uma única fase.

| Soluções      | Concentração (mol.L <sup>-1</sup> ) | Volume (mL) |
|---------------|-------------------------------------|-------------|
| Amostra       | diluída (1:20)                      | 0,50        |
| Periodato     | 0,005                               | 0,50        |
| Acetilacetona | 1,00                                | 2,00        |
| Etanol        | puro                                | 5,00        |

Os resultados mostram que o sinal varia linearmente em função da concentração de glicerol na faixa de 0,25 a 1,25 mg.L<sup>-1</sup> em solução alcoólica após reação em meio aquoso. A equação da reta é descrita por:  $A = 0,1487c + 0,0722$  com o coeficiente de correlação igual a  $R^2=0,9989$ . O limite de detecção foi estimado de 32 µg.L<sup>-1</sup> a um nível de confiança de 99,7%. Para verificar a repetibilidade, foram realizados dez ensaios utilizando a mesma amostra de um padrão de glicerol, sendo estimado o coeficiente de variação em 2,05% para uma concentração final de 0,63mg.L<sup>-1</sup> de glicerol.

### Conclusões

Através do método proposto neste trabalho é possível determinar glicerol em biodiesel sem a etapa de separação de fases. Desta forma, torna-se dispensável o uso de centrífuga, hexano e etapas de aquecimento, como proposto por Bondioli e Bella<sup>4</sup>. Desta maneira, o procedimento proposto pode ser empregado para a determinação *in situ* através de medidas com fotômetro de LED.

### Agradecimentos

Os autores agradecem as bolsas e auxílios concedidos pelo CNPQ e a FAPESP.

<sup>1</sup> Schuchardt, U. et al. Journal of the Brazilian Chemical Society. **1998**, 9, 210.

<sup>2</sup> Neher, A. et al. USPTO Patent full, Patent nº 5, 387, 720, **1995**.

<sup>3</sup> ANP, Diário Oficial, Resolução nº 7, **2008**.

<sup>4</sup> Bondioli, P. Bella, D. L. Eur. J. Lipid Sci. Technol. **2005**, 107, 153.