

## Desenvolvimento de método analítico em fluxo utilizando eletrodo de cobre visando à quantificação de glicerol em biodiesel

Aleksander H. Maruta (IC), Thiago R. L. C. Paixão\* (PQ) \*thiago.paixao@ufabc.edu.br

Centro de Ciências Naturais e Humanas (CCNH) - Universidade Federal do ABC / UFABC – Santo André/SP

Palavras Chave: glicerol, análise por injeção em fluxo (FIA), eletrodo de cobre, amperometria e biodiesel

### Introdução

O biodiesel se mostra como uma alternativa ao diesel derivado do petróleo por ser renovável e biodegradável. Entretanto, para que essa exploração seja viável, é preciso um controle dos padrões de qualidade desse combustível para que determinados subprodutos e contaminantes não influenciem no produto final. Nesse controle, atenção especial é dada ao glicerol que em grandes quantidades pode afetar o desempenho dos veículos (limite máximo permitido para o biodiesel do tipo B100 = 200 mg/kg). Na literatura, a maioria dos métodos para quantificação do glicerol está baseada em técnicas cromatográficas<sup>1</sup> e somente um registro de método eletroanalítico em batelada foi encontrado<sup>2</sup>. Dessa forma, no presente trabalho serão apresentados os esforços para o desenvolvimento de método analítico para quantificação de glicerol em fluxo baseado na oxidação eletrocatalítica do glicerol sobre superfície de cobre.

### Resultados e Discussão

Sabe-se da literatura que superfícies de cobre possibilitam a oxidação de alcoóis e carboidratos, com excelentes limites de detecção<sup>3,4</sup>. Dessa forma, escolheu-se o eletrodo de cobre como candidato para a detecção eletroquímica do glicerol no sistema em fluxo proposto.

Inicialmente foram investigados parâmetros como a influência do potencial aplicado, da vazão e do volume de amostra na corrente de pico do processo de oxidação do glicerol utilizando sistema de análise por injeção em fluxo com célula na configuração de camada delgada. As medidas foram obtidas em meio de NaOH 1 mol L<sup>-1</sup>. As condições otimizadas foram: 0,65 V, 1 mL min<sup>-1</sup> e 150 µL.

Nas melhores condições, injeções crescentes de solução analítica de glicerol foram feitas no sistema em fluxo resultando nos sinais amperométricos reportados na Figura 1.

A regressão linear da corrente de pico resultou na seguinte equação de reta:  $(I/\mu\text{A}) = 0,11 + 1,6 (C_{\text{glicerol}} / \text{mg L}^{-1})$ ,  $R^2 = 0,9996$ . O limite de detecção (3 SD) e quantificação (10 SD) foram, respectivamente, 0,25 mg L<sup>-1</sup> e 0,85 mg L<sup>-1</sup>. Limite esse inferior ao encontrado na literatura para detecção eletroquímica de glicerol em biodiesel  $(2,3 \text{ mg L}^{-1})^2$ .

A frequência analítica nas melhores condições foi de 81 injeções por hora e não se observou efeito memória, como pode ser constatado na Figura 1. A exatidão do método foi avaliada por adição e recuperação em amostra de biodiesel de óleo de mamona. O valor de recuperação obtido foi de 92%, indicando assim que o método é confiável. Vale destacar, que para a determinação do glicerol no biodiesel utilizou-se um procedimento de extração (1 g de biodiesel + 5 mL de água).

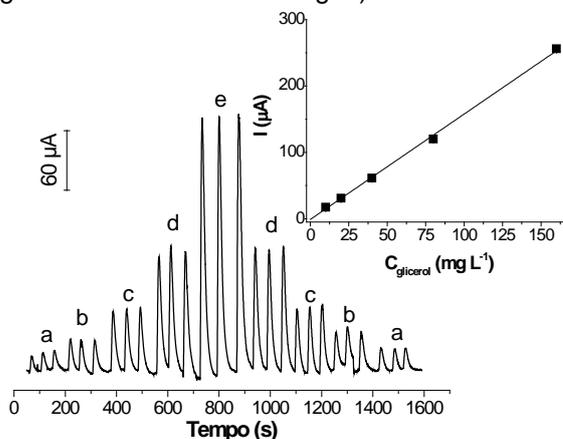


Figura 1. Sinais de corrente para injeções de solução de glicerol com as seguintes concentrações: 10 (a), 20 (b), 40 (c), 80 (d) e 160 (e) mg L<sup>-1</sup>. Solução carregadora: NaOH 1 mol L<sup>-1</sup>. E = 0,65 V. Em destaque, a curva analítica.

### Conclusões

Um novo método analítico utilizando eletrodo de cobre em meio alcalino foi desenvolvido para a determinação de glicerol visando à quantificação em amostras de biodiesel. Os resultados demonstraram que excelentes parâmetros analíticos foram alcançados usando FIA combinado com detecção eletroquímica, possibilitando assim a quantificação de glicerol em baixas concentrações.

### Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES e PIBIC/UFABC

<sup>1</sup> Hajek, M.; Skopal, F.; Machek, J. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, **2006**, *108*, 666-669.

<sup>2</sup> Bondioli, P.; Della Bella, L. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, **2005**, *107*, 153-157.

<sup>3</sup> Paixão, T.R.L.C.; Corbo, D.; Bertotti, M. *Anal. Chim. Acta*, **2002**, *472*, 123-131.

<sup>4</sup> Paixão, T.R.L.C.; Matos, R.C.; Bertotti, M. *Electroanalysis*, **2003**, *15*, 1884-1889.