

# APLICAÇÃO DO MÉTODO ASTM D 6584 EM BIODIESEL ETÍLICO DE MAMONA, GIRASSOL E MISTURA DE SEBO/SOJA

Adriana Neves Dias\* (PG), Márcia Helena Scherer Kurz (PQ), Liziane Vaz Cardoso (PG), Marcelo Gonçalves Montes D'Oca (PQ), Ednei Gilberto Primel (PQ)

*adrianafurg@yahoo.com.br*

Universidade Federal do Rio Grande-FURG, Escola de Química e Alimentos-EQA  
Programa de Pós-Graduação em Química Tecnológica e Ambiental-PPGQTA  
Campus Carreiros, Av. Itália km 08 s/n CEP 96201-900.

*Palavras Chave: biodiesel, contaminantes, misturas.*

## Introdução

A presença de contaminantes como glicerol, mono-, di-, e triglicerídeos no biodiesel após sua produção pelo processo de transesterificação são tidos como os principais fatores determinantes na qualidade do biodiesel<sup>1</sup>. O método de referência ASTM D 6584 para determinação destes contaminantes é indicado para biodiesel metílico oriundo de girassol, colza e soja. O objetivo deste trabalho é a aplicação do método ASTM D 6584 a biodiesel etílico de mamona, girassol e sebo/soja (20/80%). Visto que, no Brasil a produção de biodiesel via rota etílica e a partir dessas fontes é de grande interesse.

## Resultados e Discussão

Foi utilizado sistema GC-2010 Shimadzu com auto-injetor AOC-20i, injetor *on-column*, técnica de injeção *simple on-column*, coluna capilar de sílica fundida HT-5 com dimensões 25 m x 0,32 mm x 0,1 µm marca SGE com detecção por FID. Aquisição e processamento de dados com Software GC Solution Shimadzu.

Em virtude do óleo de mamona ter alta concentração em sua composição do éster derivado do ácido ricinoléico leva a uma maior presença de grupos hidroxilas no biodiesel e nos contaminantes (mono-, di- e triglicerídeos) em comparação as outras amostras de biodiesel. Em virtude dessa particularidade do biodiesel de mamona somente para tal foi necessário a otimização da reação de siliilação com MSTFA (N-metil-N-trimetilsililfluoracetamida), foram realizados ensaios com 100 µL (conforme método ASTM D 6584) e 500 µL de MSTFA. O padrão interno (s) – (-)-1,2,4 butanotriol serve como o mais sensível indicador da incompleta reação de siliilação<sup>2</sup>. No caso de insuficiente siliilação, os três grupos hidroxilas do butanotriol não são siliilados, seu pico se apresenta dividido e com uma redução drástica na altura. Primeiramente foi feita derivatização de uma amostra de biodiesel metílico de girassol para o qual o método ASTM D 6584 é indicado e a altura do pico do butanotriol foi tida como referência de

uma reação de siliilação completa. Posteriormente foram realizados ensaios com 100 µL e 500 µL de MSTFA com o biodiesel etílico de mamona. O volume escolhido de MSTFA foi 500 µL por garantir uma completa reação de siliilação, pois a altura do pico se sobrepôs a altura do pico obtido com biodiesel metílico de girassol tido como referência. O volume de 100 µL de MSTFA indicado pelo método ASTM D 6584 para outros tipos de biodiesel no caso do éster etílico mamona representou uma siliilação incompleta com drástica redução na altura do pico do (s) – (-)-1,2,4 butanotriol além da divisão do pico.

A fim de garantir um método com quantificação segura de mono-, di-, triglicerídeos e como consequência glicerol total para todas amostras foi avaliada a influência causada por um aumento de temperatura mais branda na separação dos compostos. Logo, foi possível observar a semelhança do perfil cromatográfico entre a separação com aumento de temperatura mais branda e o método ASTM D 6584. Com isso a utilização para os ésteres etílicos analisados nas condições cromatográficas conforme método ASTM D 6584 não compromete a determinação dos compostos de interesse.

Pelo fato da modificação da reação de siliilação para o biodiesel de mamona foram realizados ensaios de exatidão e precisão do método. Os valores obtidos foram entre 67 e 97,4% com RSD<1,9% para o glicerol; 67 e 104,2% com RSD<2,5% para monooleína e 53,1 e 95,8% com RSD<4,2% para dioleína.

## Conclusões

O método ASTM D 6584 pode ser aplicado a amostras de biodiesel etílico de mamona, girassol e mistura de sebo/soja (20/80%).

## Agradecimentos

A FURG e ao PPGQTA

<sup>1</sup> Mittelbach, M. *Bioresour. Technol.* **1996**, 56, 7.

<sup>2</sup> Plank, C.; Lorbeer E., *Journal of Chromatography A*, **1995**, 697, 461.