

Avaliação da região espectral de sobretons para determinação de adulteração de misturas diesel/biodiesel por óleos vegetais

Anabel. S. Lourenço¹ (IC), Fernanda V. C. Vasconcelos¹ (PG), Claudete F. Pereira¹ (PQ)*, Maria Fernanda Pimentel² (PQ), Márcio J. C. de Pontes (PQ)³

*anabel_np@hotmail.com

¹Departamento de Química – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – PB, 58.051-970

²Departamento de Engenharia Química - Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE, 50.740-521

³Departamento de Química, Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 52.171-030, Brazil

Palavras Chave: Óleo vegetal, misturas biodiesel/diesel, espectroscopia NIR.

Introdução

A presença de óleo vegetal em misturas diesel/biodiesel pode ocorrer devido a: (1) adulteração, visto que é o óleo é mais barato que o biodiesel ou (2) conversão incompleta desse óleo ao éster. As espectroscopias nas regiões do infravermelho médio (MID) e próximo (NIR) associadas às ferramentas quimiométricas têm sido utilizadas para determinação de óleo vegetal¹ e biodiesel² no diesel mineral. Entretanto, pouca atenção tem sido dada à região espectral de sobretons, a qual pode ser útil na construção de instrumentos de baixo custo para avaliação de adulteração de misturas diesel/biodiesel por óleo vegetal. Neste contexto, o presente trabalho descreve o uso da região de sobretons NIR na determinação de adulteração de misturas diesel/biodiesel por óleos vegetais *in natura*.

Experimental

As misturas foram preparadas empregando-se diferentes amostras de diesel, óleos vegetais e gordura animal e seus respectivos ésteres metílicos. Um conjunto de 131 amostras, variando a concentração de biodiesel e óleo vegetal de 0,0% a 10% v/v, foi obtido. Os espectros NIR dessas amostras foram registrados utilizando-se um espectrofotômetro FTIR da Bomem (FTLA 2000-160), caminho óptico de 20 mm (11600 – 6300 cm⁻¹), resolução de 8 cm⁻¹ e média de 32 varreduras. Foram construídos modelos de calibração multivariada PLS e MLR, utilizando-se espectros de primeira derivada com filtros de Savitzky-Golay e polinômio de segunda ordem (janela de 21 pontos) e duas estratégias diferentes de seleção de variáveis espectrais: (1) coeficientes de regressão significativos (algoritmo Jack-Knife)/PLS; (2) algoritmo das projeções sucessivas (APS/MLR). A capacidade preditiva dos modelos foi avaliada através da raiz quadrada do erro médio quadrático de previsão (RMSEP).

Resultados e Discussão

A figura 1 mostra os espectros NIR de misturas diesel/biodiesel (B10 – 10%v/v) e diesel/óleo (O10 – óleo 10% v/v) e diesel puro. Tais espectros apresentam bandas entre 7580 – 6400 cm⁻¹

(primeiro sobreton das bandas de combinação de ligações C – H), entre 9090 – 7600 cm⁻¹ (segundo sobreton dos modos de estiramento das ligações C – H) e 10300 – 11200 cm⁻¹ (terceiro sobreton dos modos de estiramento das ligações C – H).

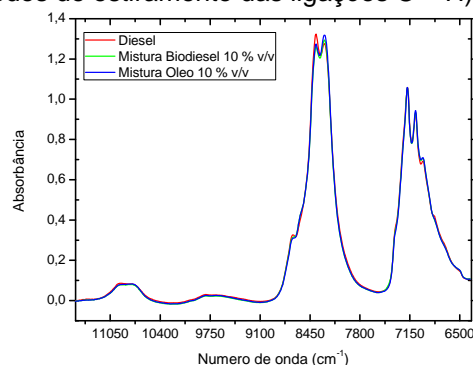


Figura 1. Espectros NIR para: diesel/biodiesel (B10), diesel/óleo (O10) e diesel puro.

Os resultados obtidos para o teor de óleo em misturas diesel/biodiesel de um conjunto de validação externo (40 amostras) são mostrados na Tabela 1. O melhor resultado foi obtido com o modelo MLR/APS, o qual é mais simples e usa apenas 27 variáveis espectrais. Tais resultados são comparáveis aos descritos na literatura¹.

Tabela 1 – Resultados para determinação de óleo em misturas diesel/biodiesel.

Modelo	R	RMSEP	Fatores
PLS*	0,99	0,58	8
PLSJK	0,99	0,38	6
MLR/SPA	0,99	0,27	26**

*usando todas as variáveis espectrais. **Nº de variáveis espectrais.

Conclusões

Foi demonstrada a aplicabilidade da espectroscopia NIR, na região de sobretons (11600 – 6300 cm⁻¹), à determinação de adulteração de misturas diesel/biodiesel por óleos vegetais.

Agradecimentos

INCTAA (CNPq, FAPESP), CAPES, FINEP, FACEPE.

¹Oliveira, F. C.C., Brandão, C. R. R., Ramalho, H. F., Costa, L. A. F., Suarez, P. A. Z., Rubim, J. C. *Anal. Chim. Acta*, **2007**, 587, 194.

²Pimentel, M. F.; Ribeiro, G. M. G. S.; Cruz, R. S.; Stragevitch, L.; Pacheco Filho, J. G.A.; Teixeira, L. S. G. *Microchem. Journal*, **2006**, 82, 201.