

## Determinação do teor de água em óleos vegetais a partir de espectros na região do infravermelho médio

Gustavo G. Shimamoto<sup>1</sup> (PG), Acacia A. Salomão<sup>1\*</sup> (TM), Matthieu Tubino<sup>1</sup> (PQ)

Instituto de Química – UNICAMP, CP 6154, CEP 13083-970, Campinas-SP, Brasil. \*e-mail: acacia@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: óleos vegetais, infravermelho, quimiometria, Karl Fischer.

### Introdução

A análise do teor de água em óleos vegetais visa à avaliação da qualidade desses produtos, que são matérias primas para a produção de biodiesel. A presença de água nos óleos pode influenciar na síntese do biodiesel e a presença de água neste biocombustível pode prejudicar o motor e os tanques de estocagem. Por isto, a Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) estabelece o limite de 200 mg de água por kg de biodiesel e recomenda a análise pelo método ASTM D 6304, que envolve titulação Karl Fischer.

O óleo e o biodiesel podem ser diretamente analisados pela titulação coulométrica Karl Fischer, mas requer frequente troca de reagentes, o que consome tempo e dinheiro. Nesse contexto, o trabalho apresenta a proposta da construção de um modelo de calibração multivariada com dados obtidos na região do infravermelho (IV) para a determinação do teor de água em óleos vegetais.

### Parte Experimental

Foram utilizados os óleos vegetais de girassol, canola, soja, milho, castanha do Pará, algodão, arroz, linhaça, gergelim e um óleo misto de gergelim com gergelim torrado. As análises do método ASTM D 6304 foram realizadas com o titulador Karl Fischer Coulômetro 831 KF (Metrohm Pensalab). Já os espectros na região do IV médio (4000 a 600  $\text{cm}^{-1}$ ) foram obtidos no espectrômetro de absorção com transformada de Fourier MB102 (Bomem). O modelo de calibração Partial Least Squares (PLS) foi construído com *Pirouette* 3.11. Como pré-tratamento os espectros foram normalizados e obtiveram-se as primeiras derivadas para corrigir deslocamentos da linha de base, já como pré-processamento os dados foram centrados na média.

### Resultados e Discussão

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos por titulação Karl Fischer para o teor de água nos óleos vegetais, obtidos em triplicata. Já a Figura 1 apresenta o gráfico para os valores de referência  $\times$  valores previstos pela calibração e pela validação cruzada do modelo PLS, que foi construído com 10 variáveis latentes.

Tabela 1. Teor de água obtido por titulação Karl Fischer.

Óleo	Teor de água ( $\text{mg kg}^{-1}$ )	Óleo	Teor de água ( $\text{mg kg}^{-1}$ )
Algodão	139 $\pm$ 15	Soja	539 $\pm$ 38
Arroz	356 $\pm$ 14	Milho	545 $\pm$ 30
Canola	422 $\pm$ 42	Gergelim	718 $\pm$ 30
Girassol	426 $\pm$ 11	Misto de Gergelim	764 $\pm$ 65
Linhaça	450 $\pm$ 10	Castanha do Pará	994 $\pm$ 97

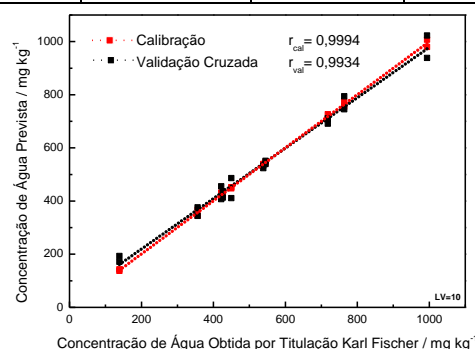


Figura 1. Valores de referências  $\times$  valores previstos.

O modelo revela linearidade adequada, o que indica correlação entre o espectro de IV o teor de água. O uso de quimiometria mostra-se necessário, pois com a baixa concentração de água nas amostras a absorção do grupo OH da água não é evidente no espectro. Para avaliar a capacidade de previsão, seis espectros, de três tipos de óleos em duplicata, que não foram utilizados na construção do modelo, foram testados e obtiveram erros de previsão inferiores a 4%. Nesse contexto, propõe-se a aplicação do modelo PLS na quantificação do teor de água em óleos. Sua utilização mostrou-se um procedimento adequado para ser empregado como uma alternativa à titulação Karl Fischer.

### Conclusões

Os resultados obtidos indicam adequação do modelo de calibração multivariada construído para a determinação do teor de água em óleos vegetais e sugere a construção de um modelo análogo para a determinação da umidade nos biocombustíveis produzidos a partir desses óleos vegetais.

### Agradecimentos

Ao CNPq, pelo financiamento do projeto.

<sup>1</sup> De Lira, L. F. B. et. all; *Microchem. J.* 2010, 96, 126.