

Determinação quantitativa simultânea de acetato, formiato, cloreto, fosfato e sulfato em biodiesel por cromatografia de íons

Eva Lúcia Cardoso Silveira^{1*}(PQ), Lília Basílio de Caland²(PG), Matthieu Tubino³(PQ)

*evaluciacs@gmail.com

¹Instituto de Ciências Naturais, Humanas e Sociais, Universidade Federal de Mato Grosso (UFMT), Sinop, MT

²Departamento de Farmácia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, RN

³Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas (Unicamp), Campinas, SP

Palavras Chave: *biodiesel, cromatografia de íons, ânions.*

Introdução

O biodiesel é uma mistura de ésteres alquílicos de cadeia linear, obtida da transesterificação dos triacilgliceróis de óleos e gorduras com álcoois de cadeia curta¹. O biodiesel comercializado deve atender a uma série de especificações e considerando a complexidade e o custo de vários dos procedimentos analíticos constantes nas normas para o controle da qualidade do biodiesel, faz-se necessário o desenvolvimento de métodos alternativos que possam ser usados por indústrias de pequeno e médio porte, impossibilitadas em certos casos de usarem os métodos normalizados em função do alto custo. Neste trabalho, desenvolveu-se um método simples para a quantificação simultânea de ânions em biodiesel empregando extração líquido-líquido e análise por cromatografia de íons.

Resultados e Discussão

Empregou-se extração líquido-líquido assistida por ultrassom para análises de amostras de biodiesel, sintetizados em laboratório². Aproximadamente 10 g de biodiesel foram pesadas em béquer de 150 mL. Adicionou-se 20 mL de água desionizada e submeteu-se a agitação magnética por 20 minutos. Deixou-se a mistura em banho termostático a 85 °C por 30 minutos, seguidos de 15 minutos em ultrassom. Após filtração em papel de filtro quantitativo, a fase aquosa foi coletada em balão de 25 mL e o volume completado com água desionizada. A amostra foi filtrada em filtro cromatográfico de 0,45 µm e analisada por cromatografia de íons (modelo 882, Metrohm).

O íon fosfato não foi detectado em nenhuma das amostras. Entre os ânions orgânicos, o íon formiato apresenta-se em maior concentração para todas as amostras, conforme está mostrado na Tabela 1. Os limites de quantificação obtidos foram 0,97; 4,12; 0,30; 2,47 e 0,26 mg kg⁻¹ para acetato, formiato, cloreto, fosfato e sulfato, respectivamente. Os testes de recuperação apresentaram valores entre 85,0 e 114,8 % e indicam que o processo de extração empregado é eficiente para a determinação dos

ânions em biodiesel.

Tabela 1. Concentrações (mg kg⁻¹) dos ânions acetato, formiato, cloreto e sulfato em biodiesel (n=3).^a

Biodiesel	Acetato	Formiato	Cloreto	Sulfato
Soja bruto	5,90	34,7	3,03	1,10
Canola	21,7	54,9	3,94	2,63
Sebo bovino	3,03	3,22	4,46	1,65
Girassol	5,81	42,4	0,64	6,50

^a Fosfato não detectado

O teor dos íons cloreto em biodiesel não é regulamentado, no entanto, a presença de íons cloreto pode danificar a camada de óxido de cromo que protege as ligas metálicas da oxidação³. O teor de sulfato foi considerado representante do enxofre total e está dentro do limite permitido (10 mg kg⁻¹). Embora os íons acetato e formiato não sejam regulamentados para biodiesel, o estudo sobre a presença destes íons pode fornecer informações relevantes sobre o grau de oxidação.

Conclusões

O procedimento proposto apresenta vantagens ambientais, pois não utiliza solventes orgânicos, assim como também econômicas, pois para a extração emprega-se apenas água desionizada. A técnica de cromatografia de íons mostrou-se viável para a separação e quantificação de ânions orgânicos e inorgânicos em biodiesel, simultaneamente, diminuindo assim, o tempo de análise. Tais vantagens caracterizam o método como limpo e amigo do meio ambiente.

Agradecimentos

CNPq e CAPES.

¹Knothe, G.; Krahl, J.; Gerpen, J.V.; Ramos, L.P. São Paulo: Editora Edgar Blücher; **2006**.

²Boog, J.H.F.; Silveira, E.L.C.; Caland, L.B.; Tubino, M. *Fuel* **2011**, 90, 905.

³Ferreira, H.B.P.; Lima, T.A.F.; Barbeira, P.J.S. *Electroanalysis* **2008**, 390.