

## Comparação de métodos analíticos na determinação de índice de iodo em amostras de biodiesel de origem vegetal: RMN, CG-EM e Potenciometria.

Amarjit S. Sarpal (PQ), Samantha R.C. Silva (PQ), Paulo. R. M. Silva\* (PQ), Thays V. Monteiro (TM), Julia Itacolomy (IC), Werickson F. C. Rocha (PQ), Valnei S. Cunha (PQ), Romeu J. Daroda (PQ)

\* [prsilva@inmetro.gov.br](mailto:prsilva@inmetro.gov.br)

INMETRO- Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – Diretoria de Metrologia Científica e Industrial - Divisão de Metrologia Química

Palavras Chave: RMN, CG-EM, Potenciometria, Biodiesel, Índice de Iodo

### Introdução

Um parâmetro importante para a determinação da qualidade de óleos e biodieseis é o índice de iodo. Sua medida permite a avaliação de outras características como a estabilidade oxidativa, ponto de fluidez e número de cetano.

O presente estudo avalia e compara os resultados da determinação de índice de iodo de diversos biodieseis de origem vegetal, obtidos por metodologia rápida de Ressonância Magnética Nuclear de Próton ( $^1\text{H}$  RMN) desenvolvida para este fim, Cromatografia Gasosa Acoplada à Espectrometria de Massas (CG-EM) e pelo método Potenciométrico padrão EN14111.

### Resultados e Discussão

Amostras de óleo provenientes de diferentes sementes foram transesterificadas pelo método clássico utilizando KOH-MeOH.

Para o cálculo do índice de iodo (IV) por  $^1\text{H}$  RMN foi utilizada uma relação matemática simples entre os hidrogênios insaturados ( $I_{US}$ ) e uma constante K, obtida a partir da correlação dos índices de iodo obtidos pelo método padrão EN14111 e a intensidade de sinal dos prótons insaturados:

$$IV = K \times I_{US}$$

O método de  $^1\text{H}$  RMN desenvolvido para a determinação do índice de iodo em biodieseis é independente da fonte e da origem dos diferentes óleos vegetais. A equação usada para a determinação do índice de iodo também pode ser utilizada em misturas de óleos e biodieseis, não importando a proporção de cada componente na amostra. Para a determinação por cromatografia, o perfil dos ésteres foi determinado e a partir da concentração dos compostos insaturados nas amostras, o índice de iodo foi calculado.

A tabela 1 mostra os resultados dos índices de iodo obtidos para biodieseis de diversas fontes, assim como blends de biodiesel usado as diferentes técnicas. As diferenças entre os maiores e menores valores para cada uma das amostras variam entre 1,2 e 6,7%. Testes de análise de variância (ANOVA) indicam que não há diferença estatística entre as três metodologias utilizadas na determinação do índice de iodo.

**Tabela 1.** Valores obtidos para a determinação do índice de iodo ( $\text{g I}_2/100 \text{ g}$ ) por Ressonância Nuclear Magnética ( $^1\text{H}$  RMN)<sup>1</sup>, Titulação Potenciométrica (EN 14111)<sup>2</sup> e Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrometria de Massas (CG-EM)<sup>3</sup> em amostras e misturas de biodiesel. A diferença (Dif) se refere ao maior e o menor valor encontrado para cada metodologia utilizada.

Biodiesel	$^1\text{H}$ RMN <sup>1</sup>	EN14111 <sup>2</sup>	CG-EM <sup>3</sup>	Dif (%)
Pinhão Manso	95,91	94,98	97,68	2,8
Gergelim	109,81	110,49	112,63	2,6
Milho	124,40	131,19	132,81	6,7
Girassol	107,70	109,53	108,66	1,2
Soja (60%) e Pinhão Manso (40%)	110,06	112,73	114,35	3,9
Soja (50%) e Gergelim (50%)	112,88	117,42	117,71	4,2

### Conclusões

A metodologia de  $^1\text{H}$  RMN desenvolvida para a determinação de índice de iodo em amostras de biodiesel é direta, rápida e cobre uma larga escala de concentrações (5 a 140  $\text{g I}_2/100 \text{ g}$ ). Os valores obtidos mostram bom acordo com o método padrão EN 14111 e com cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas. O método não requer preparação da amostra, a utilização de padrões, a quantidade de amostra utilizada é mínima (5 – 10 mg) e é aplicável para qualquer tipo de biodiesel ou misturas.

### Agradecimentos

INMETRO, CNPq