

Controle de Qualidade de Biodiesel de acordo com a norma DIN EN 14103 - Determinação de teor de ésteres

Nota de aplicação – GC

Nº 1

Introdução

Biodiesel é um combustível biodegradável derivado de fontes renováveis, que pode ser obtido por craqueamento, esterificação ou transesterificação de gorduras animais ou óleos vegetais.

A utilização direta de óleos vegetais em motores movidos a diesel mineral, em função de suas diferentes propriedades físico-químicas exige modificações no motor tornando-se elevado o custo de sua utilização.

A transesterificação (**Figura 1**) é um processo relativamente simples utilizado para transformar ésteres de glicerol em Ésteres Metílicos de Ácidos Graxos (FAME – Fatty acid methyl ester). Estes últimos são menos viscosos e mantêm-se fluidos mesmo a baixas temperaturas podendo assim substituir o diesel mineral.

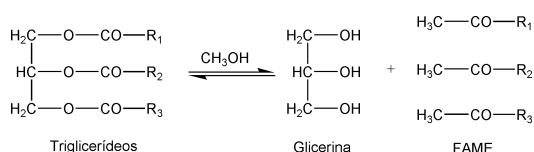


Figura 1. Reação de transesterificação.

Atualmente o maior mercado para biodiesel é a sua adição ao diesel mineral, como por exemplo no B5, onde 5% de biodiesel são adicionados ao diesel destilado de petróleo. O biodiesel consiste principalmente de ésteres metílicos dos seguintes ácidos graxos:

- Ácido palmítico C16 (saturado)
- Ácido esteárico C18 (saturado)
- Ácido oléico C18 (insaturado)
- Ácido linoléico C18 (poliinsaturado)

A composição do biodiesel depende do tipo de matéria prima utilizada. Geralmente todos os ácidos graxos com cadeias carbônicas entre C14 e C24 são encontrados em óleos vegetais.

O controle da qualidade do biodiesel produzido no Brasil, atendendo a resolução ANP nº42/2007, deve determinar o teor de ésteres presentes no produto final, sendo esta análise realizada por cromatografia gasosa, segundo a norma DIN EN 14103.

O cromatógrafo gasoso Shimadzu, modelo GC-2010 (**Figura 2**) permite atender a esta norma com qualidade e eficiência.



Figura 2. Cromatógrafo gasoso Shimadzu modelo GC-2010.

Resultados

As amostras foram preparadas seguindo os procedimentos descritos abaixo:

Preparo da amostra

Padrão Interno:

500 mg de heptadecanoato de metila em heptano.

$C_{\text{final}} = 10 \text{ mg/mL}$

Amostra:

- 1) 250 mg de amostra em um frasco de 10 mL
- 2) Adição de 5 mL da solução de heptadecanoato de metila

As condições analíticas utilizadas podem ser observadas na **Tabela 1**.

Tabela 1. Condições de análise GC

Equipamento	GC-2010AF
Injetor	Split/splitless
Auto-injetor	AOC-20i
Coluna	Rtx-wax (30m x 0,25mm x 0,25µm)
Gás de arraste	Hélio
Controle de fluxo	Velocidade linear
Modo de injeção	Split
Razão split	1:50
Veloc. linear	45 cm/s
Temp. injetor	250 °C
Temp. detector	250 °C
Taxa de amostragem	40 ms
Tempo de filtro	200 ms
Vol. injeção	1 µL

A programação de temperatura do forno pode ser observada na **Figura 3**.

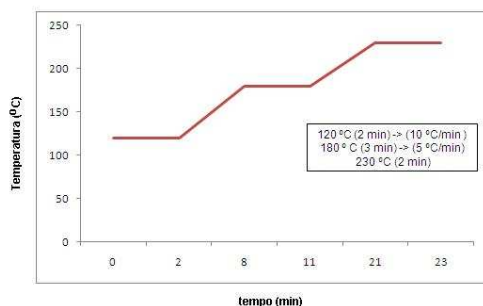


Figura 3. Programação de temperatura do forno.

O teor de éster é calculado através da soma de todos os picos entre C14 e C24 e relacionando-os com o padrão interno C17 conforme equação a seguir:

$$C = \frac{(\sum A) - A_{EI}}{A_{EI}} \times \frac{C_{EI} \times V_{EI}}{m} \times 100\% \quad (1)$$

A **Tabela 2** apresenta os parâmetros utilizados para o cálculo do teor de éster, segundo a equação (1):

Tabela 2. Parâmetros de análise no GC

Parâmetros	Valor
$\sum A$ (soma das áreas dos picos)	16853688
A_{EI} (área do heptadecanoato de etila)	1600893
C_{EI} (concentração do heptadecanoato de metila) (mg/mL)	5
V_{EI} (volume do heptadecanoato de metila) (mL)	5
m (massa da amostra) (mg)	250
Teor de éster obtido	95,3 %

O cromatograma obtido para análise de biodiesel de palma pode ser observado na **Figura 4**.

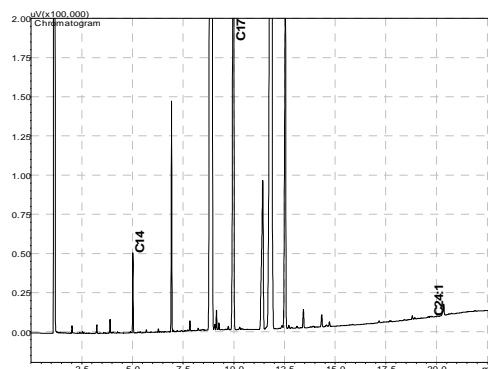


Figura 4. Cromatograma de biodiesel de palma.

O método de análise de teor de éster requer a integração de todos os picos entre C14 e C24. Esta integração é facilmente obtida com o software GCsolution utilizado para controlar o GC-2010.