

Avaliação da formação de biodiesel utilizando RMN-Unilateral

Luis Fernando Cabeça¹; Rodrigo Bagueira V. Azeredo²; Luiz Alberto Colnago³

¹Pós-Doutorado em Química, Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP, Ifcabeca@yahoo.com.br;

²Pesquisador, Universidade Federal Fluminense, IQ, Depto. Química Orgânica, Niterói - RJ;

³Pesquisador, Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP.

Os principais trabalhos envolvendo instrumentação de RMN unilateral vêm sendo desenvolvidos pelo grupo do prof. Blümich (Alemanha) e tem sido denominado de NMR-MOUSE (Móvil Universal Surface Explorer). A sonda (ímã e bobina de excitação e detecção) do NMR-MOUSE consiste em dois magnetos com magnetização anti-paralela produzindo linhas de campo magnético B_0 paralelas a superfície dos ímãs. A bobina de RF é posicionada no gap entre os dois magnetos produzindo o campo de radiofrequência (RF) B_1 perpendicular a superfície dos ímãs. RMN unilateral apresenta uma penetração pequena, sendo uma ferramenta importante para investigação de danos em superfícies, podendo ser usados em elastômeros e polímeros, classes de materiais interessantes para análise de superfície, bem como na análise de alimentos. Uma utilização inovadora do RMN unilateral seria sua aplicação no monitoramento de cinética de reações químicas *in situ*, como por exemplo, o acompanhamento da reação de transesterificação. A reação de transesterificação, utilizada para produção de biodiesel, tem como objetivo reduzir a viscosidade de triacilglicerídeos (óleos e gorduras), para que estes possam ser usados em motores dieís convencionais. O monitoramento da reação de transesterificação pode ser feito através de medidas de tempo de relaxação transversal, T_2 .

Os experimentos foram realizados utilizando um sensor de RMN unilateral construído no laboratório da Embrapa Instrumentação Agropecuária. O sensor de RMN construído foi ligado a um transmissor/receptor CAT-100 da Tecmag. Realizaram-se medidas de CPMG com $\tau = 200\mu\text{s}$ para amostras de óleo de soja puro, mistura de óleo/biodiesel e biodiesel puro para gerar a curva de calibração. Os valores da curva apresentaram uma correlação inversa entre o teor de biodiesel e a constante de tempo do sinal CPMG (maior valor de constante de tempo de CPMG, que corresponde ao T_2 , para óleo e menor valor para o biodiesel). Isso é oposto ao observado quando se utilizou o equipamento convencional de RMN em baixa resolução. Essa aparente contradição vem do fato de que o gradiente presente no ímã de RMN unilateral é centenas de vezes maior do que o do espectrômetro de baixa resolução convencional, assim, quanto menor for a viscosidade da amostra, maior será sua difusão e maior será a atenuação do sinal CPMG. Em seguida, foi realizado o monitoramento reação de transesterificação *in situ*. Em um béquer de 20 mL sob agitação, foi adicionado 2g de metanol, 2g de óleo de soja e 0,02g de NaOH como catalisador. A reação foi monitorada por duas horas, onde as medidas das constantes de tempo do sinal do CPMG foram adquiridas a cada 10 minutos. O gráfico gerado revelou um decaimento exponencial dos valores das constantes de tempo de CPMG em função do tempo. Esses valores corroboram com os dados de constante de tempo de CPMG da curva de calibração. Embora os resultados sejam satisfatórios permitindo monitorar a formação de biodiesel, a penetração do sensor RMN-unilateral utilizado foi baixa (1 a 2 mm) dificultando a realização das medidas em recipientes com maior espessura.

Apoio financeiro: FAPESP, EMBRAPA

Área: Química - Instrumentação Analítica