

Otimização de métodos de análise para fase de glicerina da síntese de biodiesel

Priscilla Nascimento da Silva¹ (IC), Daniel Luiz Reis Simas¹ (IC), Sidinéa Cordeiro de Freitas² (PQ), Rosemar Antoniassi² (PQ)*

¹Alunos do ICE/UFRRJ, ²Embrapa Agroindústria de Alimentos, Av. das Américas, 29501, Rio de Janeiro. *rosemar@ctaa.embrapa.br

Palavras Chave: glicerol, resíduos, lipídios.

Introdução

A produção de biodiesel por transesterificação gera uma fase de glicerina que apresenta resíduos de ésteres metílicos/etílicos, sabões, metanol/etanol, catalisador, óleo que não reagiu, glicerídios parciais, água, entre outros. Estas quantidades dependem da etapa de separação após a síntese, se ocorreu lavagem ou neutralização da fase de glicerina após a separação, ou de problemas com a própria síntese de biodiesel, como síntese incompleta, presença de água que gera sabões, entre outros fatores.

Neste trabalho, foi realizada a avaliação de métodos para análise de lipídios totais, pH e cinzas em amostras de glicerina bruta, coletadas em empresas produtoras de biodiesel no Brasil, por rota metílica utilizando NaOH como catalisador.

Resultados e Discussão

Para análise de lipídios totais (ésteres metílicos/etílicos, óleo, ácidos graxos livres, glicerídios parciais e sabões) foi estudado o método G 3-53 da AOCS¹ que se aplica a borra de neutralização de óleos. Foi realizada acidificação, seguido de extração dos lipídios com éter de petróleo ou éter etílico. Estes solventes foram comparados e os resultados apresentados na Tabela 1. Para este ensaio foi selecionada uma amostra que apresentava teor residual de lipídios na glicerina em torno de 30%, em virtude de problemas na separação de fases.

Foi observado um teor mais elevado na extração com éter etílico, devido à sua maior capacidade de extração de lipídios oxidados. Entretanto, após a extração e filtração, o extrato com éter etílico apresentou água, sendo removida com acetona e corrente de nitrogênio. O extrato obtido com éter de petróleo apresentou aspecto límpido e livre de água. Desta maneira, para quantificação de lipídios em glicerina, o solvente selecionado foi o éter de petróleo, com duas etapas de extração. Observou-se que o solvente que apresentou melhor resultado para lavagem nas etapas de transferência foi o etanol enquanto que para a etapa final de filtração, foi o éter etílico.

Para a análise de pH da fase de glicerina foram avaliadas as diluições apresentadas na Tabela 2,

em comparação à diluição apresentada no método G 7-56 da AOCS¹, que se aplica a borra de sabão. Foram observados resultados semelhantes para as diferentes proporções utilizadas, sendo que a análise com pesagem do material seguido de adição de volume controlado de água é mais simples e evita a utilização de balão volumétrico.

Para análise de cinzas foi realizada uma alteração no método oficial Ca 11 55 da AOCS¹, que se aplica a óleos. Para a glicerina foi necessária a adição de areia ao cadinho para evitar extravasamento da amostra durante a incineração e programação de temperatura de 50 a 550°C (gradiente de 10°C/min), sendo que a cada aumento de 50°C, a amostra foi mantida nesta temperatura por 1 hora.

Tabela 1. Comparação de solventes na extração de lipídios de amostra de glicerina

Solvente de extração	Faixa de resultados (% peso/peso)
Éter etílico	28,22 a 32,05
Éter de petróleo	27,09 a 29,96

Tabela 2. Resultados de pH de fase de glicerina em relação à diluição

Relação de peso de amostra e volume de água adicionada	pH
10 gramas/100 mL	6,79
20 gramas/100 mL	6,91
25 gramas + 25 mL	6,87
20 gramas + 20 mL	6,85

Conclusões

Os métodos avaliados com as modificações propostas podem ser empregados para amostras de glicerina da síntese de biodiesel.

Agradecimentos

A Embrapa pela concessão de bolsas e pelo financiamento do projeto.

¹ AOCS . Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists' Society. Champaign: AOCS, 2009.