

Determinação de metanol em glicerina por *headspace* estático/CG/EM

Priscilla Nascimento da Silva¹ (IC), Humberto Ribeiro Bizzo² (PQ)*, Rosemar Antoniassi² (PQ), Armando Mateus Pomini² (PQ)

¹Instituto de Ciências Exatas/UFRRJ, ²Embrapa Agroindústria de Alimentos, Av. das Américas, 29501, Rio de Janeiro. *bizzo@ctaa.embrapa.br

Palavras-chave: glicerol, metanol, biodiesel, transesterificação, cromatografia em fase gasosa, *headspace*.

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. Muitos estudos estão em andamento visando à utilização da glicerina gerada na formulação de rações e suplementos para ruminantes. Há necessidade, portanto, de se verificar a presença de metanol residual, em função de seus conhecidos efeitos tóxicos.

Neste trabalho foi desenvolvido um procedimento para determinação de metanol em glicerina bruta utilizando-se a técnica de *headspace* estático seguido de análise por cromatografia gasosa e detector de massas.

Resultados e Discussão

Para a análise foi empregado um amostrador Combipal configurado para *headspace* estático e acoplado a um sistema CG/EM Agilent 5973N, operando no modo ionização eletrônica (70eV). Para a quantificação foram construídas curvas de calibração de metanol em glicerina e de metanol em água monitorando-se seletivamente o íon de m/z 31. As amostras (0,5g) foram acondicionadas em frascos de 20mL e incubadas com agitação a 50°C por 30 min. Foram injetados 250µL do *headspace* de cada amostra.

Verificou-se que, nas condições descritas para os padrões de metanol em glicerina, a linearidade de resposta foi obtida até uma concentração máxima de 1g/100g (1%) de metanol na glicerina. Houve dificuldade na preparação destes padrões, em virtude de baixa dispersibilidade do metanol na glicerina, tendo sido testadas homogeneização com vórtex e mesmo ultrassom, cuidando-se para evitar a volatilização de metanol. O coeficiente de correlação obtido foi insatisfatório. Construiu-se, então, uma curva de calibração de metanol em água. Neste caso, observou-se linearidade e homocedasticidade até a concentração de 1%, e coeficiente de correlação acima de 0,95 (Figura 1). Os resultados obtidos para as amostras de glicerina bruta obtidas em empresas produtoras de biodiesel, a partir de síntese metílica, estão apresentados na Tabela 1. Para análise destas amostras foi necessária a diluição com água, para que a

resposta estivesse dentro da faixa de linearidade de resposta do metanol.

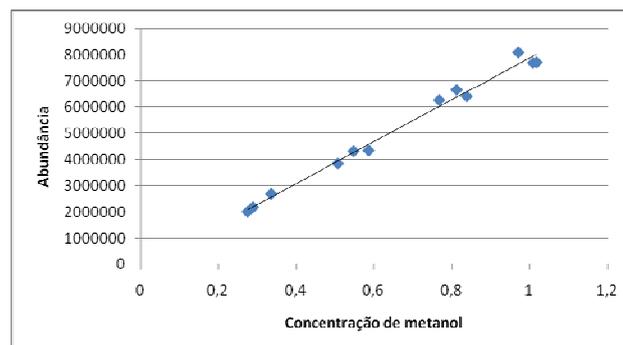


Figura 1. Curva de calibração do metanol em água.

O método proposto apresentou boa repetitividade e baixa variabilidade para os resultados obtidos. As amostras apresentaram teor de metanol muito superior ao limite definido pelo FDA de 150mg/kg (ou 0,015g/100g)¹.

Tabela 1. Concentração de metanol (g/100g) em amostras de glicerina de biodiesel.

Amostra	Varição	Média
1	2,00 – 2,27	2,16
2	1,55 – 1,64	1,58
3	2,10 – 2,31	2,23
4	2,01 – 2,09	2,07

Conclusões

O método é de simples execução, apresenta boa repetitividade e as etapas de extração, análise e quantificação são automatizadas, características desejáveis para seu uso em rotinas de produção.

Agradecimentos

À Embrapa pelo financiamento do projeto e concessão de bolsa de IC.

¹ Sellers, R.S. *J. Anim. Sci.* **2008**, 86, 392.