



XVIII SIBEE

XVIII SIBEE

SIMPÓSIO BRASILEIRO DE ELETROQUÍMICA E ELETROANALÍTICA

28/Agosto a 01/Setembro de 2011

BENTO GONÇALVES - RS - BRASIL

(Dall'Onder Grande Hotel)

**Anais do XVIII Simpósio
Brasileiro de Eletroquímica e
Eletroanalítica - SIBEE**



Luís Frederico Pinheiro Dick et al. (Org.)

Anais do XVIII Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica SIBEE

1ª edição

 EDITORA
UNIVATES

Lajeado, agosto de 2011

S612a

Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica (18. : 2011 : Lajeado, RS)

Anais do XVIII Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica/ Luís Frederico Pinheiro Dick et al. (Org.) – Lajeado : Ed. da Univates, 2011.
1983 p.:

ISBN 978-85-98611-98-3

1. Eletroquímica 2. Eletroanalítica 3. Química física I. Título

CDU: 544:061.3

Ficha catalográfica elaborada por Maristela Hilgemann Mendel CRB-10/1459



Coordenação e Revisão Final: Ivete Maria Hammes
Editoração: Bruno Henrique Braun e Marlon Alceu Cristófoli

Avelino Tallini, 171 - Bairro Universitário - Cx. Postal 155 - CEP 95900-000,
Lajeado - RS, Brasil Fone: (51) 3714-7024 / Fone/Fax: (51) 3714-7000
E-mail editora@univates.br / <http://www.univates.br/editora>

As opiniões e os conceitos emitidos no livro, bem como a exatidão, adequação e procedência das citações e referências, são de exclusiva responsabilidade dos seus autores.

DETERMINAÇÃO DE GALATO DE PROPILA EM BIODIESEL DE SOJA POR VOLTAMETRIA EM ULTRAMICROELETRODO

Edilene Szimanski Auzani¹ (IC/BIC-UFRGS), Yara Patrícia da Silva¹ (PPGQ/UFRGS), Clarisse Maria Sartori Piatnicki¹ (IQ/UFRGS)

¹Instituto de Química – Laboratório de Eletroquímica, UFRGS, Posto Alegre – RS.

clarisse@iq.ufrgs.br

RESUMO: Para a análise direta de antioxidantes em biodiesel de soja por métodos eletroquímicos é necessário o emprego de amostras diluídas em solventes orgânicos que permitam aumentar a condutividade do meio ampliando as possibilidades de emprego de técnicas eletroanalíticas. O uso de ultramicroeletrodo (ume) apresenta diversas vantagens sobre os eletrodos convencionais e permite estudar as reações eletródicas em meios altamente resistivos e devido ao pequeno tamanho, eles podem ser usados para conduzir medidas eletroquímicas em volumes bem reduzidos. Neste contexto, o objetivo deste trabalho é quantificar o antioxidante GP em biodiesel de soja (ésteres metílicos de ácidos graxos) utilizando um solvente orgânico e a voltametria linear (VL) com ume de ouro. Os resultados até o momento indicam a possibilidade de desenvolvimento de um método eletroanalítico para a quantificação do GP em biodiesel por VL com ume.

Palavras-chave: Biodiesel, antioxidante, galato de propila, voltametria, ultramicroeletrodo

INTRODUÇÃO

Para a análise direta de antioxidantes em biodiesel de soja por métodos eletroquímicos é necessário o emprego de amostras diluídas em solventes orgânicos que permitam aumentar a condutividade do meio ampliando as possibilidades de emprego de técnicas eletroanalíticas^{1,2}. Na literatura são reportados métodos de quantificação utilizando a técnica de voltametria linear (VL) para vitamina E e antioxidantes sintéticos tais como TBHQ, BHA, BHT e galato de propila (GP) em óleo vegetal dissolvidos em diferentes solventes orgânicos. Na voltametria emprega-se a polarização do eletrodo de trabalho, através de uma diferença de potencial aplicada pelo potenciostato entre eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência, em um determinado intervalo de tempo, produzindo-se o registro da corrente que circula entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo auxiliar^{3,4}. O uso de ultramicroeletrodo (ume) apresenta diversas vantagens sobre os eletrodos convencionais e permite estudar as reações eletródicas em meios altamente resistivos e devido ao pequeno tamanho, eles podem ser usados para conduzir medidas eletroquímicas em volumes bem reduzidos^{4,5}.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nas medidas voltamétricas, empregou-se uma célula constituída de três eletrodos: um de quase referência (um fio de Pt em compartimento separado contendo o meio solvente e em contato com a solução através de uma superfície porosa); um auxiliar, também de platina, e um ume de ouro com 10 micrômetros de diâmetro. As medidas foram realizadas em um potenciostato PGSTAT30 da Autolab.

Neste estudo empregou-se dimetilformamida (DMF) 99,5 % ACRÓS e galato de propila 99 % da Fluka. Para a quantificação de PG em biodiesel por voltametria linear, utilizou-se biodiesel de soja (ésteres metílicos de ácidos graxos de óleo de soja) cedido por uma usina de biodiesel de Passo Fundo-RS. Foram testadas várias proporções biodiesel:DMF, em massa, empregando tetrafluorborato de tetrahexilamônio como eletrólito suporte, na concentração 0,001 mol L⁻¹.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra os voltamogramas das misturas biodiesel-DMF sem e com eletrólito suporte. A janela eletroquímica das misturas contendo 80 % e 70 % do biodiesel evidencia que o intervalo de potenciais no qual é possível investigar reações de oxidação nesses meios é da ordem de 2,0 Volts.

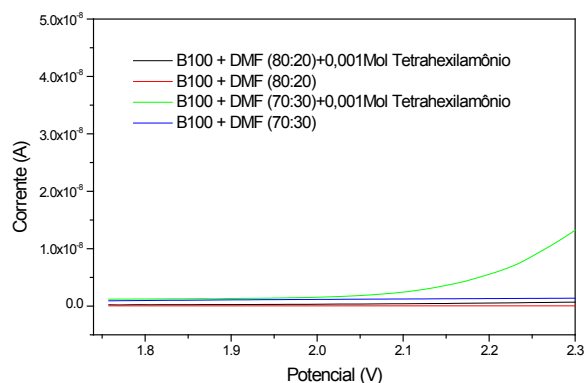


Figura 1. Voltametria linear entre 0,0 e 3,0 V para soluções de biodiesel:DMF 80 %:20 % e 70 %:30%, em massa, com adição de 0,001mol de tetrafluorborato de tetrahexilamônio. Eletrodos auxiliar e de quase referência em Pt e ultramicroeletrodo de ouro com 10 micrometros de diâmetro. Velocidade de varredura 10 mV s⁻¹.

Os voltamogramas obtidos para a mistura 70 % de biodiesel e 30% de DMF são mostrados na Figura 2. Esta proporção é mais indicada em razão da menor viscosidade em relação a mistura 80 % de biodiesel e 20% de DMF.

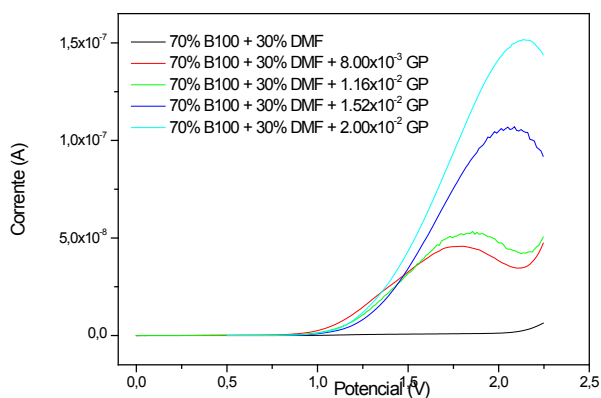


Figura 2. Voltametria linear entre 0,0 e 3,0 V para soluções de biodiesel:DMF 70 %:30 %, em massa, com adição de GP. Eletrodos auxiliar e de quase referência em Pt e ultramicroeletrodo de ouro com 10 micrometros de diâmetro. Velocidade de varredura 10 mV s⁻¹

Na figura 3 é mostrada a curva analítica padrão de adição de galato de propila em solução de biodiesel

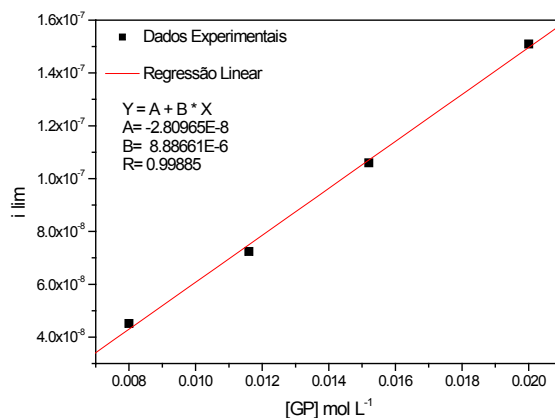


Figura 3. Curva analítica com adição de padrão galato de propila em soluções de biodiesel:DMF, 70 %:30 %, em massa.

Vê-se que a corrente limite aumenta de forma linear com a concentração de GP com potencial de meia-onda em torno de 1,6 V. A partir da curva a concentração de galato de propila determinada no biodiesel é de $1,6 \cdot 10^{-3}$ mol L⁻¹. No entanto, experimentos complementares como a voltametria cíclica devem ser realizados para confirmar a relação linear corrente-concentração.

CONCLUSÕES

Estes resultados indicam a possibilidade de desenvolvimento de um método eletroanalítico para a quantificação do GP em biodiesel por voltametria linear em ultramicroeletrodo, com diluição da amostra de biodiesel em DMF. Assim torna-se viável acompanhar a taxa de consumo do antioxidante durante o envelhecimento do biodiesel.

AGRADECIMENTOS:

Ao MCT/SGTS e aos Convênios FINEP N° 01.06.1021.00 Projeto ARMAZBIODI – Fase I: Implantação das atividades da Rede ARMAZBIODI e FINEP N° 01.08.0442.00 Projeto ARMAZBIODI – Fase II: Consolidação da Rede ARMAZBIODI, pelos recursos e bolsas concedidas. À Capes e PROPESQ/UFRGS pelas bolsas concedidas.

REFERÊNCIAS

- [1] Shu-Guo Li, Wen-Tong Xue, Hui Zhanga. *Electroanalysis*, **2006**, No. 23, 18, 2337.
- [2] Claudio Ceballos, Héctor Fernández. *JAACS*, **2000** 77, 731.
- [3] Bard, A.J.; Faulkner, L.R.. *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*. New York: John Wiley & Sons, Inc. 1980.
- [4] Villullas, H.M.; Ticianelli, E.A.; Macagno, V.A.; González, E.R.. *Electroquímica: fundamentos y aplicaciones en un enfoque interdisciplinario*. Córdoba: Universidad Nacional de Córdoba 2000.
- [5] Ceballos, C.; Fernández. H.. *Food Research International*, **2000**, 33, 357.