



Método para quantificar glicerol

Apresenta informações referente ao método de titulação para calcular o teor de glicerol resultante da reação de transesterificação.

Instituto de Tecnologia do Paraná – TECPAR

Novembro/2021

| | |
|------------------|--|
| Resposta Técnica | SILVA, Mariela Thiane Método para quantificar glicerol Instituto de Tecnologia do Paraná – TECPAR 4/11/2021 Apresenta informações referente ao método de titulação para calcular o teor de glicerol resultante da reação de transesterificação. |
| Demanda | Trabalhamos com óleos usados para transformá-los em lubrificante vegetal. Ocorre que no final do processo sobra um produto que seria o glicerol, após a transesterificação. Gostaríamos de saber o método para saber o teor de glicerol por titulometria. Existem outros métodos, como cromatografia, mas este é de alto custo. |
| Assunto | Fabricação de produtos químicos orgânicos não especificados anteriormente |
| Palavras-chave | Análise laboratorial; glicerina; glicerol; purificação; titulação |



Salvo indicação contrária, este conteúdo está licenciado sob a proteção da Licença de Atribuição 3.0 da Creative Commons. É permitida a cópia, distribuição e execução desta obra - bem como as obras derivadas criadas a partir dela - desde que criem obras não comerciais e sejam dados os créditos ao autor, com menção ao: Serviço Brasileiro de Respostas Técnicas - <http://www.respostatecnica.org.br>

Para os termos desta licença, visite: <http://creativecommons.org/licenses/by/3.0/>

O Serviço Brasileiro de Respostas Técnicas – SBRT fornece soluções de informação tecnológica sob medida, relacionadas aos processos produtivos das Micro e Pequenas Empresas. Ele é estruturado em rede, sendo operacionalizado por centros de pesquisa, universidades, centros de educação profissional e tecnologias industriais, bem como associações que promovam a interface entre a oferta e a demanda tecnológica. O SBRT é apoiado pelo Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas – SEBRAE e pelo Ministério da Ciência Tecnologia e Inovação – MCTI e de seus institutos: Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq e Instituto Brasileiro de Informação em Ciência e Tecnologia – IBICT.



Solução apresentada

Introdução

Todos os óleos, de origem vegetal e animal, são compostos por triglicerídeos e ácidos graxos. O processo de transesterificação, também utilizado para a obtenção do óleo diesel, consiste na alcoólise das moléculas de triglicerídeos catalisada com metóxido de sódio, produzindo um éster metílico (ou etílico) e ácidos graxos. A reação gera como principal co-produto o glicerol (ARICETTI, 2010).

Para favorecer o equilíbrio da reação de transesterificação para a formação dos ésteres e ácidos graxos, o álcool é utilizado em excesso, este excesso de álcool também auxilia na separação do glicerol formado do produto final (ARICETTI, 2010).

Quantificação do glicerol

Para quantificar o teor de glicerol no produto final, a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) disponibiliza normas contendo métodos analíticos:

- NBR 15341 - Biodiesel — Determinação de glicerol livre em biodiesel de mamona por cromatografia gasosa.
- NBR 15344 - Biodiesel — Determinação dos teores de glicerol total e triacilgliceróis por iodometria.
- NBR 15771 - Biodiesel — Determinação de glicerina livre — Método volumétrico.

Também há a norma internacional da American Society for Testing and Materials (ASTM):

- ASTM D6584 - *Standard Test Method for Determination of Total Monoglycerides, Total Diglycerides, Total Triglycerides, and Free and Total Glycerin in B-100 Biodiesel Methyl Esters by Gas Chromatography*

Titulação

A titulação é um método analítico no qual um reagente (titulante) é adicionado numa amostra (titulado) até que a reação entre os dois se complete. O ponto de equivalência é atingido quando a reação ocorre estequiometricamente, o que apresenta que a reação está completa teoricamente. O ponto final da reação se dá quando observa-se experimentalmente que a reação se completou. Para determinar o ponto final da reação, este deve ser o mais próximo possível do ponto de equivalência, podendo ser detectado visualmente. A concentração da amostra é calculada com base na quantidade de titulante consumida até o ponto final da titulação (ARICETTI, 2010).

Para calcular o teor de glicerol livre utilizando o método titulométrico deve-se pesar 3 g da amostra a ser analisada adicionando 20 mL de água destilada e 0,5 mL de ácido sulfúrico diluído (1:4). Em seguida, a mistura deve ser agitada vigorosamente, deixando repousar até a formação de duas fases (CRISTÓFOLI, 2018).

A fase clara e densa é transferida para um *Erlenmeyer*. Na fase escura é adicionado 50 mL de solução de periodato de sódio 5,5 g/L e repouso por 10 minutos. Em seguida, deve ser adicionados 4 g de bicarbonato de sódio e 1,5 g de iodeto de potássio, seguindo de agitação da amostra. A solução então deve ser titulada com arsenito de sódio 0,1 M até verificação visual do clareamento da solução, momento em que adiciona-se algumas gotas de solução de amido (CRISTÓFOLI, 2018).

A titulação continua até o ponto de viragem colorimétrico, ou seja, até a solução tornar-se incolor. O percentual mássico de glicerol é determinado pela equação a seguir (CRISTÓFOLI, 2018):

$$\% \text{ Glicerol} = \frac{0,059077 \cdot C (V_b - V_a)}{m} \cdot 100$$

C = A concentração exata da solução de arsenito de sódio (g.mL⁻¹);

V_b = O volume gasto na titulação da amostra em branco (mL);

V_a = O volume gasto na titulação da amostra de biodiesel (mL)

m = Massa total da amostra de biodiesel (g)

Figura 1 – Equação para calcular percentual mássico de glicerol

Fonte: (CRISTÓFOLI, 2018)

Conclusões e recomendações

Para quem trabalha com produtos químicos é de fundamental importância que sejam observadas as regras de segurança. É importante lembrar que a pessoa irá trabalhar com produtos (ácidos, bases, entre outros) que oferecem grande risco a pele, olhos, pulmões, etc., e, por isso, é indispensável o uso de equipamentos de proteção individual (EPI), como luvas, avental, touca, botas, óculos, etc.

É necessário o acompanhamento de um técnico (químico ou engenheiro químico) que avalie a composição, quantidade de insumos, segurança na utilização e se responsabilize pela formulação e qualidade do produto final. Antes de serem colocadas no mercado consumidor, as formulações deverão passar por testes para a comprovação da eficiência do produto e ter a aprovação e o registro nos órgãos competentes.

Empresas de qualquer ramo químico devem possuir um profissional responsável pelo produto e sua formulação. Informações a respeito da responsabilidade técnica de um profissional da área química estão dispostas no link:

<http://www.crq4.org.br/downloads/manual_rt_2006.pdf>. Acesso em: 04 nov. 2021

As normas técnicas citadas são comercializadas pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Possíveis dúvidas a respeito das normas e a compra podem ser consultadas mediante contato com a instituição:

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT

Informações técnicas sobre normas (CIT)

Fone: (11) 3017-3645 / 3017-3646

e-mail: <cit@abnt.org.br>

Pesquisa e compra *on-line*: <<http://www.abntcatalogo.com.br/>>. Acesso em: 04 nov. 2021.

O SBRT possui em seu banco de informação, Respostas Técnicas que abordam o tema em questão e que complementam os dados aqui prestados. Para visualizar esses arquivos, acesse o *site* <www.respostatecnica.org.br/> com seu *login* e senha e realize a Busca Avançada utilizando as palavras-chave a seguir para encontrar os arquivos recomendados para leitura: glicerina; glicerol; purificação.

Fontes consultadas

ARICETTI, Juliana Aparecida. **Métodos titulométricos alternativos para a avaliação da qualidade do biodiesel**. 2010. 149 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 2010. Disponível em: <http://repositorio.unicamp.br/bitstream/REPOSIP/248820/1/Aricetti_JulianaAparecida_M.pdf>. Acesso em: 04 nov. 2021.

CRISTÓFOLI, Julio Barretto. **Desenvolvimento e avaliação experimental de uma mistura de diesel, etanol anidro e um bioaditivo cossolvente renovável**. 2018. 66 f. Dissertação (Mestrado em Bioenergia) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá. 2018. Disponível em:
<<http://repositorio.uem.br:8080/jspui/bitstream/1/4676/2/JULIO%20BARRETTO%20CRIST%C3%93FOLI.pdf>>. Acesso em: 04 nov. 2021.