

DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Na e P EM AMOSTRAS DE BIODIESEL POR ICP OES COM VISUALIZAÇÃO RADIAL E AXIAL

Aluno: Luiz Gustavo Leocádio
Orientador: Carmem Lúcia Porto da Silveira

Introdução

O biodiesel é um substituto natural para o diesel derivado do petróleo e sua definição, adotada pelo Programa Brasileiro de Biodiesel é “um combustível obtido pela mistura, de diferentes proporções, de diesel e ésteres alquílicos de óleos vegetais ou gorduras animais” (Pinto et. al. 2005). Trata-se de um combustível renovável, biodegradável e atóxico, produzido através da reação de transesterificação em presença de hidróxido básico (KOH ou NaOH) como um catalisador. Do ponto de vista analítico, o monitoramento de elementos metálicos em biodiesel é de extrema importância, pois, a presença de alguns metais, mesmo em baixas concentrações ($\mu\text{g g}^{-1}$), pode afetar o desempenho de motores, diminuir a estabilidade oxidativa do biodiesel, causar problemas de corrosão, envenenamento de catalisadores e indicar possíveis contaminações por transporte ou estocagem (Souza et al. 2008).

O desenvolvimento de técnicas analíticas para a quantificação de elementos metálicos em biodiesel tem sido uma aplicação de interesses tanto econômicos quanto ambientais. Contudo, muitos problemas estão associados à análise deste tipo de amostra, devido à alta complexidade e natureza orgânica destas matrizes. O uso da Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES) tem sido largamente utilizado para a análise de amostras orgânicas como óleos e combustíveis (Souza et al. 2004). Este método possui a vantagem de ser multielementar e apresentar limites de detecção de 5 a 10 vezes melhores para a configuração axial, e permite ainda, a determinação de elementos não metálicos como o P (Silva et al. 2002). Um procedimento para a determinação de Ca, Cl, K, Mg, Na e P em biodiesel por ICP OES, dissolvendo as amostras e os padrões organometálicos em querosene, foi descrito por Edlund et al. em 2002. Eles observaram que a adição de oxigênio no gás de nebulização reduziu os problemas de fundo devido às emissões de carbono. A Norma Européia 14108 e 14109 (FAME 2003) recomenda a dissolução de amostras de biodiesel em xileno para a determinação de P por ICP OES. Todavia, esse método apresenta algumas desvantagens, como a redução da estabilidade dos analitos orgânicos em solução, a necessidade de padrões organometálicos para calibração e o uso de solventes orgânicos perigosos que requerem condições especiais de manuseio.

Objetivo

Este presente trabalho tem como objetivo desenvolver uma metodologia analítica simples e rápida para determinação de Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Na e P em diferentes amostras de biodiesel, com visualização radial e axial por ICP OES.

Experimental

Todas as diferentes amostras de biodiesel (Algodão, Soja, Mamona, Sebo, Soja+Mamona e Palma) foram analisadas num espectrômetro de emissão ótica com visualização radial e axial (Optima 4300 DV-PerkinElmer, Norwalk, CT, USA). Emulsões óleo em água foram preparadas usando proporções de reagentes cuidadosamente otimizadas, de modo a garantir que as emulsões fossem homogêneas e estáveis. Uma alíquota de 1,00 g de biodiesel foi colocada num tubo de ensaio de 15,0 ml e misturada com 200 µl de ácido nítrico concentrado. Após agitação em vóterx por um minuto, 0,6 g de Triton X-100 foram adicionados, e a mistura foi novamente levada ao vórtex por dois minutos para homogeneização. Em seguida, 50 µl do padrão interno (ítrio) foram adicionados, juntamente com água Milli-Q até a massa final de 10,0 g.

Com a finalidade de se validar a metodologia apresentada, realizou-se um teste de recuperação, fortificando as diferentes amostras de biodiesel com $1,00 \pm 0,09 \mu\text{g g}^{-1}$ dos analitos de interesse com padrão organometálico de referência (Merck S-21).

Conclusões

A metodologia apresentada se mostrou adequada e eficiente para determinação de Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Na e P em biodiesel. Ótimas recuperações foram obtidas (90 - 109%) o que indica a exatidão da metodologia proposta. Além disso, o método se mostrou bastante eficiente e preciso, com um desvio padrão entre 1 e 8 %.

Referências

BS EN 14108. 2003. Fat and oil derivatives, Fatty acid methyl esters (FAME).

BS EN 14109. 2003. Fat and oil derivatives, Fatty acid methyl esters (FAME).

Edlund, M., Visser, H., and Heitland, P. 2002. Analysis of biodiesel by argon-oxygen mixed-gas inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.*, 17: 232–235.

Pinto, A.C., Guarieiro, L.L.N., Rezende, M.J.C., Ribeiro, N.M., Torres, E.A., Lopes, W.A., Pereira, P.A.P., and Andrade, J.B. 2005. Biodiesel: An Overview. *J. Braz. Chem. Soc.*, 16: 1313–1330.

Souza, R.M., Leocádio, L. G., Silveira, C.L.P. 2008. ICP OES Simultaneous Determination of Ca, Cu, Fe, Mg, Mn, Na and P in Biodiesel by Axial and Radial Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry. *Anal. Letters*, 41: 1614-1621.

Souza, R.M., Silveira, C.L.P., and Aucélio, R.Q. 2004. Determination of refractory elements in used lubricating oil by ICP-OES employing emulsified sample introduction and calibration with inorganic standards. *Anal. Sci.*, 20: 1–6.