

Avaliação do comportamento eletrotérmico de metais em amostras de biodiesel por GFAAS

Fabiana Aparecida Lobo^{1,2*} (PG), André Henrique Rosa¹ (PQ), Danielle Goveia (PG)^{1,2}, Adriana Paiva de Oliveira³ (PQ) * fabslobo@posgrad.iq.unesp.br

¹ Universidade Estadual Paulista - Departamento de Engenharia Ambiental – Sorocaba – SP; ² Universidade Estadual Paulista - Instituto de Química - Campus de Araraquara – SP; ³ Universidade Federal do Mato Grosso-Instituto de Ciências Exatas e da Terra-Departamento de Química -Cuiabá-MT.

Palavras Chave: biodiesel, comportamento eletrotérmico, metais, GFAAS, preparo de amostras.

Introdução

O Biodiesel é um combustível obtido de fontes renováveis, tais como óleos vegetais e gorduras animais. Por ser biodegradável, não-tóxico e praticamente livre de enxofre e compostos aromáticos, é considerado um combustível mais ecológico¹. Entretanto, praticamente não existem estudos associados à presença de espécies metálicas bem como, do impacto que a utilização de biodiesel pode causar ao ambiente. Dentre as técnicas espectroanalíticas, a espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GFAAS) apresenta-se interessante para determinação de metais em biodiesel, pois esta tem sido utilizada em análises de combustíveis convencionais². O objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento eletrotérmico de Cu, Cd, Pb e Zn em amostras de biodiesel por GFAAS utilizando-se diferentes procedimentos de preparo de amostras e modificadores químicos.

Resultados e Discussão

Utilizou-se um espectrômetro de absorção atômica Varian (modelo AA240Z) equipado com amostrador automático (modelo SPS3), corretor de fundo por efeito Zeeman e tubo de grafite GTA-120 Zeeman graphite tube atomizer. Como fontes de radiação foram utilizadas lâmpadas de cátodo oco da Varian ($\lambda = 327,4$ nm, para Cu; $\lambda = 228,8$ nm, para Cd; $\lambda = 283,3$ nm, para Pb; $\lambda = 213,9$ nm, para Zn).

Foram realizados dois procedimentos de preparo de amostra: a) emulsão: aproximadamente 0,5 g de biodiesel + 5 g de Triton X-100, e completou o volume de 50 mL com HNO₃ 1,0% (v/v) destilado, e seguida, agitou-se durante 20 minutos; b) digestão por via úmida: aproximadamente 0,5 g de biodiesel + 18 mL de HNO₃ conc+ 12 mL de H₂O₂ + catalisador V₂O₅. A mistura foi mantida sem aquecimento por “overnight” (24 h), e em seguida foi aberta em um sistema de microondas focalizado (Rapid Digestion System SPEX) durante 1 h. Após esta etapa ajustou-se para um volume de 10 mL com HNO₃ 1,0% (v/v) destilado. Como modificadores químicos foram utilizados a mistura Pd + Mg e o modificador permanente tungstênio (W). As curvas de pirólise e de

atomização foram preparadas usando 1,0 mL de amostra (emulsão ou digerido) + 25 µg L⁻¹ de analito e ajustou-se o volume para 10 mL com HNO₃ 1,0% (v/v) destilado.

Tabela 1. Temperaturas de pirólise e atomização otimizadas para a determinação de Cu, Cd, Pb e Zn em biodiesel nos diferentes procedimentos de preparo de amostra e modificadores químicos.

Analito	Cu		Cd		Pb		Zn	
	T _p	T _a	T _p	T _a	T _p	T _a	T _p	T _a
Emulsão (Pd+Mg)	900	2600	400	1700	900	2000	500	1950
Emulsão (W)	900	2600	300	2000	700	2400	550	1800
Via úmida (Pd+Mg)	1000	2600	550	2000	900	2000	500	1900
Via úmida (W)	1000	2600	550	1800	800	1800	500	1900

*Tp - Temperatura de pirólise; Ta - Temperatura de atomização.

Por meio das temperaturas de pirólise e de atomização (Tab. 1) e do perfil dos sinais transientes foi observado que os diferentes procedimentos de preparo de amostras e modificadores químicos apresentaram um comportamento eletrotérmico semelhante para as diferentes formas de preparo das amostras (emulsão e via úmida).

Conclusões

O comportamento eletrotérmico dos metais em biodiesel por GFAAS usando diferentes procedimentos de preparo de amostras e modificadores químicos demonstrou a possibilidade do emprego dos mesmos para o desenvolvimento de métodos analíticos para determinar metais em biodiesel. A utilização do planejamento fatorial poderá contribuir para uma rápida otimização dos experimentos, considerando a interação entre os fatores.

Agradecimentos

CNPq-PIBIC, CAPES, FUNDUNESP e FAPESP.

¹ Costa Neto, P. R.; Rossi, L. F. S. *Quím. Nova*, **2000**, 23, 531.

² Oliveira, A. P.; Gomes Neto, J. A.; Moraes, M.; Lima, E. C. . *At. Spectrosc.*, **2002** ,v. 23, p. 39.