

Determinação de Ca, K, Mg, Na e P em biodiesel de mamona por ICP OES após digestão em forno de microondas com radiação focalizada

Denilson Santana S. dos Santos¹ (PG), Maria das Graças A. Korn^{1*} (PQ), José Tiago P. Barbosa¹ (PG), Daniel C. Lima¹ (PG), Sadi A. Frota Gumes¹ (PG), Carlos A. Cajado¹ (PG), Daniele C.M.B. Santos¹ (PG), Maria Lúcia M. F. de S. Saraiva² (PQ), José Luis F. C. Lima² (PQ) *korn@ufba.br

¹ NQA-PRONEX-GPQA, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, 40170-280, Salvador – BA

² REQUIMTE, Serviço de Química-Física, Faculdade de Farmácia, Universidade do Porto, Rua Aníbal Cunha, 164, 4050-047 Porto, Portugal

Palavras Chave: Biodiesel, preparo de amostras, metais

Introdução

Biodiesel é um combustível renovável, biodegradável e não-tóxico derivado de fontes biológicas como óleos vegetais ou gorduras animais¹. O monitoramento de elementos traços tais como Ca, K, Mg, Na e P neste tipo de amostra é necessário devido ao fato destes metais formarem compostos indesejáveis sobre o maquinário e porque os hidróxidos alcalinos de Na e K são utilizados como catalisadores na etapa de transesterificação². O emprego da espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) para a análise de amostras orgânicas tem como principal empecilho o fato de que a introdução direta desse tipo de matriz pode causar uma série de inconvenientes como a desestabilização do plasma e formação de resíduos carbonáceos sobre os componentes do equipamento. Entretanto, esses problemas podem ser contornados por meio da mineralização da matriz orgânica com a finalidade de se obter soluções aquosas. Este trabalho visa avaliar um procedimento de preparo de amostra de biodiesel de mamona visando determinação de Ca, K, Mg, Na e P por ICP OES utilizando digestão via úmida com forno de microondas com radiação focalizada.

Resultados e Discussão

O procedimento de preparo consistiu na pesagem de aproximadamente 0,6700 g de biodiesel, seguida da adição inicial de 3,0 mL de H₂SO₄ + 5,0 mL de HNO₃, utilizando forno de microondas STAR 2 (CEM). Esse sistema foi submetido ao programa de aquecimento e adições de reagentes, apresentado na tabela 1. Os digeridos foram transferidos para balões volumétricos de 10 mL e a determinação dos elementos foi feita por ICP OES simultâneo axial, utilizando ítrio como padrão interno. A exatidão do método descrito foi estimada através de testes de recuperação em amostras artificialmente contaminadas. As recuperações obtidas ficaram entre 86,2 – 104,7% para todos os analitos. O método foi empregado na determinação de P, Na, Ca, K e Mg em amostras de biodiesel de mamona e os resultados obtidos estão demonstrados na tabela 2. Os valores dos limites de

detecção (LOD) e de quantificação obtidos foram 0,33; 11,5; 0,035, 14,3 e 4,5 µg/g e 1,11; 38,4; 0,12, 47,7 e 15,1 µg/g para Ca, K, Mg, Na e P respectivamente. Para Na e P, os resultados obtidos estão abaixo do LOQ do método.

Tabela 1. Programa de aquecimento do forno de microondas com radiação focalizada.

Etapa	Rampa (min)	Temp (°C)	Patamar (min)	Reagente (mL)
1	3	100	2	HNO ₃ – 1 mL
2	3	150	2	HNO ₃ – 1 mL
3	2	200	2	–
4	0	200	10	H ₂ O ₂ – 10 x 1mL

Tabela 2. Resultados da análise do biodiesel

Elemento	Ca	Mg	K
Concentração (mg Kg ⁻¹)	17,4	2,7	44,3
S.D	1,6	0,2	0,4

Conclusões

O método de digestão proposto é adequado para o preparo de amostras de biodiesel de mamona, podendo ser aplicado para determinação de Ca, K e Mg por ICP OES. Estudos complementares serão desenvolvidos visando viabilizar a quantificação de Na e P.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB e FINEP.

¹ Bowman, M.; Hilligoss, D.; Rasmussen, S.; and Thomas, R. Hydrocarbon Processing February, **2006**, 103.

² Edlund, M.; Visser, H. and Heitland, P., J. Anal. At. Spectrom., **2002**, 17, 232.