

Utilização de microemulsão para determinação simultânea de elementos-traço em biodiesel por ICP OES.

Roseli Martins de Souza* (PQ), Luiz Gustavo Leocádio (IC), Carmem Lúcia Porto da Silveira (PQ).

Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC - Rio), Rio de Janeiro, RJ 22453-900.

*E-mail: roselims@pucrio.br

Palavras Chave: ICP OES, Biodiesel, Microemulsão, Elementos-traço.

Introdução

O monitoramento e controle da presença de elementos metálicos em biodiesel tem sido uma aplicação analítica de interesse. A presença de alguns metais neste tipo de amostra, 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. Poucos métodos analíticos espectrométricos são descritos na literatura para essa finalidade. O objetivo desse trabalho foi desenvolver metodologia analítica simples baseada na espectrometria de emissão óptica com fonte de ICP (ICP OES) com visualização radial e axial para determinação simultânea de Ca, Cu, Fe, K, Mn, Mg, Na e P em diferentes amostras de biodiesel (óleo de algodão, girassol, mamona, palma, soja ou sebo).

Resultados e Discussão

As amostras foram preparadas em forma de microemulsões com composição cuidadosamente otimizada: Biodiesel- HNO_3 -Propan-1-ol-água, na proporção: 10/2/65/23 (% m/m). A quantificação foi feita por meio de calibração externa com padrões aquosos e padronização interna com Y. O método foi validado usando-se amostras de biodiesel fortificadas com padrão organometálico Conostan S-21 e comparado ao método da diluição direta com xileno, ambos com o uso de Espectrômetro de Emissão Óptica Optima 4300 (Perkin Elmer). Para a avaliação da estabilidade de sinal em função do tempo, foi feito um estudo comparativo entre a metodologia proposta e a metodologia da diluição direta com xileno. Os sinais dos analitos foram medidos num período de sete dias, contados imediatamente após a preparação da amostra. Verificou-se uma perda média de sensibilidade em torno de 15 % para todos os analitos quando do uso da diluição direta com xileno. Em microemulsão sem detergente, os sinais para todos os analitos mantiveram-se constantes. Tal efeito pode ser atribuído à estabilidade das espécies

dos analitos na microemulsão, diferentemente do observado com as espécies no meio orgânico (xileno).

Tabela I. Concentração determinada na amostra original e Recuperação (R) para as amostras de biodiesel emulsificadas em propan-1-ol, usando ambas as visualizações ópticas ($n = 4$; $p = 95 \%$, t-Student).

Elemento	Biodiesel	Conc. ($\mu\text{g g}^{-1}$)		R (%)	
		Axial	Radial	Axial	Radial
Ca	Soja	2,809	2,880	95	97
Cu	Algodão	< LD	< LD	91	93
Fe	Mamona	0,064	0,088	94	95
K	Soja	0,139	< LD	96	114
Mg	Girassol	0,007	0,009	94	98
Mn	Mamona	0,002	0,002	92	97
Na	Sebo	1,280	1,657	96	115
P	Soja	< LD	< LD	94	98

Os LD's (em $\mu\text{g g}^{-1}$), para as amostras diluídas 10x foram para Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na e P, em visualização axial: 0,02; 0,01; 0,02; 0,08; 0,006; 0,001; 0,01 e 0,07, e em radial: 0,008; 0,02; 0,04; 0,07; 0,006; 0,005; 0,07 e 0,51, respectivamente.

Conclusões

O método desenvolvido se mostrou adequado para análise rotineira de biodiesel e o monitoramento confiável e de baixo custo dos elementos até agora estudados.

Agradecimentos

CNPq, CNPqCTPetro e CTPetro/PIBIC.

¹Woods, G. D. e Fryer, F. I. *Anal. Bioanal. Chem.* **2007**, 389, 753.