

Estudo de modificadores e técnicas de calibração para determinação de Cd, Pb e TI em amostras de biodiesel por GF AAS

Jessee Severo Azevedo Silva (PG)*, Eduardo S. Chaves (PG), Daiane Paula Cunha de Quadros (IC), Tatiana D. Saint’Pierre (PQ), Vera Lúcia A. Frescura (PQ) e Adilson J. Curtius (PQ).

Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC.

Palavras Chave: Calibração, modificadores, GF AAS e biodiesel.

Introdução

Uma excelente alternativa ao uso do diesel de petróleo, o biodiesel tem recebido ampla atenção e se tornado objeto de estudos e pesquisas. Este combustível, por ser obtido de biomassa renovável, óleos vegetais ou gorduras de origem animal, representa redução nas emissões de CO, CO₂, enxofre e material particulado¹. Visto que a introdução de metais pode ocorrer por contaminação durante sua produção ou por adição de aditivos com a intenção de melhorar as características do combustível, a determinação de elementos traço em biodiesel se faz necessária².

Análises de amostras viscosas e complexas, como óleos e combustíveis, são normalmente acompanhadas de problemas associados à introdução de amostras e à técnica de calibração. O uso de microemulsões têm sido indicado como uma alternativa simples e rápida para o preparo de amostras líquidas imiscíveis com água.

Neste trabalho, modificadores químicos e técnicas de calibração foram estudados, para determinação de Cd, Pb e TI em biodiesel por GF AAS.

Resultados e Discussão

As amostras foram preparadas na forma de microemulsão, na proporção de 20:70:10 m/v/v de biodiesel, n-propanol e solução aquosa de HNO₃ 10% v/v. Foi usado um espectrômetro de absorção atômica, modelo AAS 5EA da Analytik Jena, AG. Foram estudadas as calibrações com soluções aquosas (Aq.) e com microemulsões de óleo base mineral (ME) e adição do analito (AA).

Absorções de fundo que podem comprometer os resultados de uma análise podem ser geradas por baixas temperaturas de pirólise ou temperaturas de atomização muito altas. Um estudo realizado com Pd e Ru, como modificadores em solução ou permanentes, mostrou que Pd permanente foi o mais adequado para Cd e TI e Ru permanente para Pb. As determinações foram realizadas com o mínimo de interferências em temperaturas de pirólise de 600 °C, 800 °C e 600 °C e temperaturas de atomização de 1300 °C, 1800 °C e 1700 °C, para Cd, Pb e TI, respectivamente. Os parâmetros de mérito obtidos para as diferentes formas de calibração estão apresentados na Tabela 1.

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 1. Parâmetros de mérito.

Calibração	Cd			Pb			TI		
	Aq.	ME	AA	Aq.	ME	AA	Aq.	ME	AA
m ₀ (pg)	1,0	3,0	3,0	21	28	30	4,0	5,0	5,0
Inclinação (s ng ⁻¹)	3,35	1,52	1,60	0,211	0,158	0,145	1,193	0,975	0,910
R	0,996	0,994	0,999	0,999	0,999	0,999	0,995	0,999	0,998
LOD (ng g ⁻¹)	0,6	0,5	0,5	8	6	4	3,0	1,0	1,0

A tabela 2 apresenta os resultados obtidos para Cd, Pb e TI nas amostras de biodiesel usando os diferentes procedimentos de calibração.

Tabela 2. Resultados em ng g⁻¹ para Cd, Pb e TI*.

	Cd			Pb		
	AQ	ME	AA	AQ	ME	AA
Soja	< 2	< 2	< 2	< 24	< 20	< 10
Sebo bovino	3,0 ± 0,9	7,5 ± 2,2	7,9 ± 2,0	< 24	< 20	< 10
Mamona	< 2	< 2	< 2	< 24	< 20	< 10
Borra de soja	< 2	2,5 ± 0,9	3,2 ± 0,7	38 ± 4	53 ± 3	55 ± 5
Algodão	< 2	< 2	< 2	< 24	< 20	< 10

* Todas as amostras apresentaram valores inferiores à 3 ng g⁻¹ (LOQ referente à ME)

Conclusões

A determinação de Cd, Pb e TI em amostras de biodiesel na forma de microemulsão por GF AAS mostrou ser rápida e simples. O uso de modificadores permanentes, Pd para Cd e TI e Ru para Pb, aumentou a eficiência nas determinações. A comparação das diferentes formas de calibração mostrou uma significativa diferença na inclinação da curva com soluções aquosas em comparação com as outras. Isto pode se devido a possível ocorrência de uma interferência não espectral. A calibração usando a adição do analito confirmou os resultados da calibração com microemulsão de óleo base mineral, mas é uma técnica mais laboriosa e demorada. Pb foi o elemento com as maiores concentrações encontradas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à UFSC, ao CNPq e à Analytik Jena.

¹ Manguesh, G. et al, *Ind. Eng* **2006**, *45*, 2901.

² Saint’Pierre, T. et. al, *Spectroch. Acta. Part B* **2004**, *59*, 551.