

Metodologia para a determinação de As em biodiesel por GF AAS, com introdução da amostra na forma de microemulsão

Mariana Antunes Vieira (PQ)^{*1}, Lígia Claudia Castro de Oliveira (PG)², Rodrigo Araújo Gonçalves (TC)¹, Vanderléa de Souza (PQ)² e Reinaldo Calixto de Campos (PQ)¹. *maryanavieira@hotmail.com

¹Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Centro Técnico-Científico, Departamento de Química, Rua Marquês de São Vicente, 225 – Gávea – Rio de Janeiro, RJ, 22453-900

²Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias, RJ, 25250-020

Palavras Chave: biodiesel, arsênio, microemulsão, GF AAS

Introdução

No Brasil, existem dezenas de espécies vegetais que podem ser utilizadas para a produção do biodiesel com variações na sua composição, tais como mamona, dendê, girassol, pinhão, dentre outras. O biodiesel apresenta vantagens frente ao diesel comum proveniente do petróleo, por ser uma matriz renovável e com menor impacto ambiental, pois reduz a quantidade de poluentes gasosos durante a sua queima. No entanto, novos métodos de análise se fazem necessário para garantir a qualidade e rastreabilidade do produto final. Neste trabalho, a técnica de espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GFAAS) é avaliada para a determinação de As em amostras de biodiesel preparadas na forma de microemulsão.

Resultados e Discussão

Todas as medidas foram realizadas em um espectrômetro de absorção atômica Zeenit 60 (Analytik Jena, Germany) com tubo de grafite com aquecimento transversal e corretor de fundo baseado no efeito Zeeman. As medidas de absorvância de As foram feitas em 193,7 nm, a corrente da lâmpada de cátodo oco em 5 mA. Área de pico foi utilizada, com um tempo de integração de 7 s. O Pd foi utilizado como modificador, sendo que uma massa de 10 µg foi injetada a cada medição no tubo de grafite antes da injeção da amostra. As microemulsões de biodiesel foram preparadas em frascos de polietileno, misturando-se 1,78% v/v de HNO₃ concentrado, 62,5% v/v de propanol, 17,86% v/v de biodiesel e 17,8% v/v de água desionizada, com um volume final de 11,2 mL. Quando o padrão de As foi adicionado nas microemulsões, a porcentagem de água foi recalculada para correção do volume. Fixando a temperatura de atomização em 2500°C, a temperatura de pirólise foi otimizada utilizando microemulsões de biodiesel com adição de 53,6 µg L⁻¹ de As. Em 800°C foi possível obter uma completa pirólise da matriz. Acima desta, foi observado um aumento do sinal do fundo. Para a determinação de As, fez-se uma curva de calibração com padrões aquosos e uma curva de adição usando as

microemulsões. De acordo com os resultados obtidos, a curva de adição mostrou uma pequena perda na sensibilidade, influenciada pela matriz da amostra. Usando a curva de calibração com padrões aquosos, os valores de recuperação de As nas microemulsões de biodiesel foram menores que 80%, estando de acordo com as inclinações das curvas de calibração, que apresentaram uma diferença de 20% na sensibilidade. Já para a curva de adição, os valores de As adicionados em duas diferentes amostras de biodiesel foram satisfatórios, com recuperações entre 90 a 105%. As microemulsões mostraram-se estáveis, pois mesmo após 3 dias de preparo das mesmas, foi possível obter bons resultados de recuperação para o As. Os parâmetros de mérito apresentados na Tabela 1, mostram a obtenção de bons coeficientes de correlação, com limites de detecção (LD) próximos, que propiciaram a utilização da calibração por adição com as microemulsões, obtendo resultados exatos e precisos, com desvios padrões relativos abaixo de 12%.

Tabela 1. Parâmetros de mérito para a metodologia proposta.

	Calibração aquosa	Calibração por adição
Inclinação (L/µg)	0,00245	0,002
R	0,9984	0,9998
LD (µg/L)	1,2	3,6

Conclusões

A mistura de ácido nítrico e propanol mostrou-se adequada para a formação de microemulsões estáveis e transparentes. Esta metodologia permite a determinação de As em amostras de biodiesel, com boa exatidão, quando a calibração por adição é utilizada. Novos estudos se fazem necessário para avaliar a utilização de uma única curva com reprodução da matriz para diferentes tipos de biodiesel.

Agradecimentos

PUC-Rio, CNPq, Petrobrás.

¹ Brandão, G. P.; Campos, R. C.; etc. *Anal. Bional. Chem.* **2006**, 385, 1562.