

Determinação de Ca, K, Mg, Na e P em blendas de biodiesel por ICP OES após digestão ácida

Mauro A. B. Guida¹(PG), Daniele C.M.B. Santos¹ (PG), Carlos A. Cajado²(PG), Ednildo A. Torres³ (PQ), Cristina M. Quintella² (PQ), Maria das Graças A. Korn¹(PQ) korn@ufba.br

¹ GPQA / Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Bahia, Brasil.

² LabLaser / Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Bahia, Brasil

³ LEN / Escola Politécnica/ Universidade Federal da Bahia, Salvador, Bahia, Brasil

Palavras Chave: *biodiesel, contaminantes, óleos residuais, ICP OES*

Introdução

Ésteres metílicos de ácido graxos (Biodiesel) podem ser gerados a partir de vários óleos. O óleo de mamona tem plantio favorável no NE do Brasil.

Óleos e gorduras residuais (OGR) apresentam grande oferta, pois sua estocagem e/ou descarte tem alto impacto ambiental. A reutilização de processos de fritura tem se mostrado atraente, pois aproveita o óleo vegetal como combustível após a sua utilização na cadeia alimentar, resultando assim em um segundo uso, ou mesmo numa destinação alternativa a um resíduo da produção de alimentos.

O monitoramento de elementos traços como Ca, K, Mg, Na e P em biodiesel é necessário devido ao potencial de formação de compostos perniciosos ao maquinário e ao meio ambiente. Este trabalho visa avaliar um procedimento de preparo de amostras de biodiesel oriundo de misturas (blendas) de óleo de mamona e de OGR, visando determinação de Ca, K, Mg, Na e P por ICP OES utilizando digestão via úmida com bloco digestor.

Resultados e Discussão

Foram feitas misturas de OGR e óleo de mamona nas proporções 20:80; 40:60; 60:40 e 80:20, respectivamente. Cada amostra foi transesterificada, gerando biodiesel, por rota metílica e catálise básica¹ com KOH.

O procedimento consistiu na tomada de uma alíquota de 1,0 mL das amostras seguida pela adição inicial de 5,0 mL HNO₃ + 2,0 mL H₂SO₄ + 1,0 mL de H₂O₂. Aumentar a temperatura para 90°C e deixar por 2 horas. Adiciona-se mais 3,0 ml de HNO₃ e 1,0 ml de H₂O₂. Então eleva a temperatura para 220°C e deixar aquecer por 40 min. A seguir faz-se mais uma adição de 2 ml de HNO₃ e 4 ml de H₂O₂. O tempo total do procedimento foi de 2:30 horas e a diluição final foi para 10,0 mL.

A determinação dos analitos foi realizada em ICP OES simultâneo com visão axial (Varian). Foram utilizadas as seguintes linhas de emissão, em nm: 31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Ca (II) 317,933 e Ca (II) 396,847; K (I) 766,468; Mg (II) 280,270, Mg (II) 285,213 e Mg (II) 279,553; Na (I) 589,602; P (I) 177,434 e P (I) 213,618 Y (II) 371,029. O elemento ítrio foi utilizado como padrão interno.

Para avaliação do efeito de matriz foram comparadas as curvas aquosas com ajuste de acidez com as curvas de adição dos analitos nos digeridos. Para determinação da acidez residual, os digeridos foram titulados, em triplicata, com hidróxido de sódio 0,0999 mol/L.

A acidez residual média foi de 2,32 mol L⁻¹. Os limites de detecção e de quantificação do método, em µg L⁻¹ foram: Ca 0,87 e 2,9; K 0,38 e 1,3; Mg 0,08 e 0,27; Na 4,2 e 14; e para P 0,75 e 2,5, respectivamente. Os resultados obtidos para as amostras de biodiesel de mamona 60% e OGR 40% (A1), OGR (A2) e Biodiesel de mamona 80% e OGR 20% (A3) estão mostrados na Tabela 1.

A alta concentração de K pode ser creditada a utilização de KOH como catalisador no processo de transesterificação.

Tabela 4.13. Teores médios para Ca, K, Mg, Na e P determinados nas amostras, em mg kg⁻¹ (n=3).

	A1	A2	A3
Ca	11,4±0,1	5,87±0,70	131±10
K	468±7	473±18	478±6
Mg	0,596±0,150	0,146±0,006	1,25±0,07
Na	90,2±5,9	157±1	182±5
P	8,43±0,55	8,91±0,43	6,73±0,47

Conclusões

O método de digestão proposto é adequado para o preparo de amostras de OGR e misturas com biodiesel de mamona, podendo ser aplicado para determinação de Ca, K, Na, P e Mg por ICP OES.

Agradecimentos

CTPETRO-CNPq, CNPq, CAPES, RECOMBIO e FAPESB.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Fernandes, J. C. B. e Ferreira, L. O. S. J. Braz. Chem. Soc., 17
2006, 643-647.