DETERMINAÇÃO DE FÓSFORO EM BIODIESEL EMPREGANDO ANÁLISE POR INJEÇÃO EM FLUXO

Liliana de F. B. de Lira¹(PG), Eduardo Maia Paiva² (IC), Daniele C. M. B. dos Santos³(PG), Maria das Graças A. Korn³(PQ), Luiz Stragevitch ²(PQ), Maria Fernanda Pimentel²(PQ), Ana Paula S. Paim¹(PQ).

*liliana.lira@gmail.com

¹Departamento de Química Fundamental - Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE, 50.740-550

²Departamento de Engenharia Química - Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE, 50.740-521

³GPQA- Departamento de Química Analítica - Universidade Federal da Bahia- Salvador-BA, 40.170-290

Palavras Chave: biodiesel, FIA, fósforo.

Introdução

A qualidade de biodiesel (B100) é monitorada pela Agência Nacional de Petróleo (ANP) que especifica procedimentos analíticos, estabelecidos através de normas e portarias. Dentre os parâmetros de qualidade a serem determinados, no biodiesel, estão metais¹ como Na, Ca, Mg e K e o elemento fósforo. Este último é geralmente encontrado nos fosfolípidios presentes nos óleos vegetais os quais servem de matéria prima para produção de biodiesel. O teor máximo de fósforo permitido pela legislação é de 10 mg kg⁻¹. Recentemente, em estudos preliminares, contatou-se que os resultados do teor de fósforo por ICP OES e por espectrofotometria UV-VIS não apresentavam diferenças estatisticamente significativas². Neste contexto, o presente trabalho apresenta uma avaliação mais detalhada da metodologia para determinar fósforo em biodiesel utilizando um sistema de análise por injeção em fluxo (FIA) com detecção espectrofotométrica, através da estimativa de suas figuras de mérito.

Resultados e Discussão

Um dos métodos recomendados para determinação de P em águas consiste num sistema FIA, onde ocorre a reação de PO₄³⁻ com íons molibdato e tartarato em meio ácido para formar o ácido molibdofosfórico (coloração amarela)^{3,4}. Este ácido é reduzido pelo ácido ascórbico formando o complexo azul de molibdênio, que absorve a 882 nm. O sistema em fluxo é constituído de injetor de acrílico, tubos de Tygon, tubos de polipropileno de 0,8 mm de diâmetro interno, banho maria, bomba peristáltica e espectrofotômetro. A reação de formação do produto final ocorre numa bobina de 200cm imersa num banho mantido a 37 °C. O volume consumido de amostra é de 200 µL. Este método foi adaptado para ser empregado em amostras de biodiesel. Para isso as amostras de biodiesel (Girassol e Mamona) foram previamente digeridas utilizando bloco digestor (digestão ácida com H₂SO₄, HNO₃ e H₂O₂). Para as medidas, 2 mL da amostra foi adicionado a um recipiente e a este acrescentou-se algumas gotas de NaOH 5 mol L⁻¹. O hidróxido foi utilizado com o objetivo de alcalinizar as amostras, diminuindo assim, o forte poder

oxidante dos ácidos usados no preparo da amostra que dificultam a ação redutora do ácido ascórbico e conseqüentemente a formação do azul de molibdênio. A presença de erros sistemáticos foi avaliada através do teste de recuperação, conforme mostra a tabela 1. Concentrações conhecidas de 30, 50 e 70 mg Kg⁻¹ de P foram adicionadas nas amostras de biodiesel.

Tabela 1. Teor de fósforo nas amostras de biodiesel e percentuais de recuperação obtidos.

biodiesel	Fósforo mg kg ⁻¹	Recuperação (%)*		
		30 mg kg ⁻¹	50 mg kg ⁻¹	70 mg kg ⁻¹
Girassol	14,80	101,0 ± 0,5	98,6 ± 0,5	99,2 ± 0,7
Mamona	11,41	98,5 ± 0,6	100,3 ± 1,1	106,0 ± 0,9

* n = 3

Os resultados dos testes de recuperação calculados nas três diferentes adições mostram-se satisfatório, com recuperações variando de 98,5 a 106 %. O coeficiente de variação das medidas, em condições de repetitividade foi de 0,83% (14 graus de liberdade). O LD estimado foi de 0,06 mg L⁻¹ e o LQ foi de 0,20 mg L⁻¹. Para as amostras de biodiesel analisadas, o teor de fósforo está acima do valor permitido pela legislação.

Conclusões

Os resultados mostram a eficiência do método para a determinação de fósforo em biodiesel. Sendo assim, a estratégia proposta torna-se uma alternativa promissora para determinação do analito em questão tendo em vista que o sistema FIA com detecção espectrofotométrica é rápido e de baixo custo, quando comparado ao método oficial empregando ICP OES para determinação.

Agradecimentos

CAPES/PROCAD, CNPq, BNB, FINEP/CTPETRO.

¹Curtius, A. J., Frescura, V. L. A., Schoemberger, A. C., Vechiatto, W.W.D., chaves, E. S., Herrmanne, A. B., Santos, E. J., Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2007, 22, 1.

²Lira, L.F.B, Santos, D. C. M. B., Guida, M. A.B., Paim, A.P. S, Stragevitch, L., Korn, M.G., Pimente M. F., Tenth Rio Symposium on Atomic Spectrometry, 2008.

³Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed, Washington, DC, USA, 1998.

⁴ Karlberg, B, Pacey, G.E. Flow Injection Analysis: a practical guide. Elsevier, Amsterdam, 1989.