

Alta Resolução com Fonte Contínua (HR-CS F AAS) x Fonte de linhas (LS- F AAS): Estudo comparativo da determinação de Na, K, Mg e Ca em biodiesel pela Norma ABNT NBR 15556.

Paula Machado Baptista (TC)^{1*}, Mariana Antunes Vieira (PQ)^{*1}, Rodrigo Araújo Gonçalves (PQ)¹ e Reinaldo Calixto de Campos (PQ)¹. *laatom@puc-rio.br

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

Palavras Chave: Biodiesel, LS F AAS, HR-CS F AAS.

Introdução

O biodiesel é uma fonte de energia renovável e, por isso, sua introdução na matriz energética brasileira tem sido alvo de interesse nacional e internacional há alguns anos. Neste aspecto, as determinações de Na, K, Mg e Ca fazem parte dos procedimentos de caracterização do biodiesel, já que a presença desses elementos pode comprometer sua qualidade como combustível e, em certas concentrações, formar depósitos que danifiquem o sistema de injeção de combustível dos motores.

A Norma brasileira ABNT NBR 15556¹, introduziu as determinações destes quatro elementos todos por Espectrometria de Absorção Atômica com chama, em contraste com as normas européias e americanas, que recomendam o uso do ICP OES para Ca e Mg, pelo menos. A recente introdução de espectrômetros de absorção atômica de alta resolução indica a possibilidade de melhoria do desempenho nestas determinações, aproximando-o daquele verificado com a técnica de plasma.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar a determinação de Na, K, Mg e Ca em amostras de biodiesel, utilizando a técnica de Espectrometria de Absorção Atômica de Alta Resolução com Fonte Contínua (HR-CS F AAS) com especial atenção aos limites de detecção e rapidez de análise, dado que este tipo de equipamento realiza determinações sequenciais.

Resultados e Discussão

As medidas em alta resolução com fonte contínua foram realizadas em um espectrômetro de absorção atômica ContrAA 300 (Analytik Jena, Jena, Alemanha), operando no modo chama. As determinações com fonte de linhas foram realizadas em um equipamento Perkin Elmer 1100 (Uerberlingen, Alemanha). As condições de estequiometria da chama, taxa de aspiração e altura do queimador foram otimizadas previamente, buscando a melhor razão sinal/ruído para os dois sistemas. As curvas de calibração e as amostras foram preparadas de acordo com o procedimento descrito na Norma ABNT NBR 15556. As determinações conduzidas em paralelo, por dois operadores distintos, assim evitando-se influência da estabilidade das amostras e de fatores ambientais. O tempo de integração em ambos os casos foi de 3 segundos. A tabela 1 apresenta os parâmetros de mérito obtidos.

Tabela 1- Parâmetros de mérito obtidos para Na, K, Ca e Mg por HR-CS F AAS e LS F AAS.

	HR-CS AAS		LS F AAS	
	Inclinação (mg Kg ⁻¹) ⁻¹	LD* (mg/L)	Inclinação (mg Kg ⁻¹) ⁻¹	LD* (mg/L)
Na	1,753	0,009	0,853	0,02
K	0,9076	0,004	0,305	0,05
Mg	2,383	0,002	1,85	0,01
Ca	0,2126	0,059	0,242	0,16

*LD: limite de detecção calculado para a amostra (1:10)

De acordo com a Tabela 1, os LDs apresentaram melhorias para todos os elementos em estudo. Para a sensibilidade, o mesmo foi verificado com exceção do Ca. Estudos de recuperação, realizados com uma amostra de biodiesel de soja, fortificada com 2 mg Kg⁻¹ de Na, K, Ca e Mg, mostraram recuperações sempre próximas de 100%. Análises de amostras de diferentes origens, realizadas concomitantemente com os dois sistemas, apresentaram resultados concordantes, tal como mostrado na tabela 2.

Tabela 2 – Concentrações de Na, K, Mg e Ca (mg Kg⁻¹), em amostras de biodiesel de diferentes origens, obtidas por HR-CS F AAS e LS F AAS.

	HR-CS F AAS		LS F AAS	
	Soja	Mamona	Soja	Mamona
Na	0,54 ± 0,01	0,93 ± 0,04	0,59 ± 0,01	0,98 ± 0,06
K	-	9,17 ± 0,57	-	10,03 ± 0,28
Ca	0,59 ± 0,08		0,47 ± 0,03	
Mg	-	2,11 ± 0,02	-	2,09 ± 0,01

Conclusões

O uso da HR-CS F AAS para a determinação de Na, K, Ca e Mg pela Norma NBR 15556 levou a maiores sensibilidades e melhores limites de detecção. O tempo de análise no HR-CS F AAS foi reduzido em cerca de 5 vezes, dada a capacidade de determinação sequencial do equipamento.

Agradecimentos

PETROBRAS.

¹ABNT NBR 15556:2008 (Produtos derivados de óleos e gorduras – Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos – Determinação de sódio, potássio, magnésio e cálcio por espectrometria de absorção atômica).