

Procedimento Voltamétrico para Determinação Simultânea de metais-traço em Biodiesel, sem Pré-tratamento da Amostra.

Érica Vanêssa S. Pereira¹(PG*), Jethânia G. C. Furtado¹(PG), Glene H. R. Cavalcante¹(PQ), Wendell M. Costa¹(IC), Aldaléa L. B. Marques¹(PQ), Nelson R. Stradiotto² (PQ) e Edmar P. Marques¹(PQ).
aldalea@quimica.ufma.br, vanessa@quimica.ufma.br

¹ Universidade Federal do Maranhão. ² Instituto de Química de Araraquara, IQ – UNESP

Palavras Chave: Biodiesel; metais-traço; determinação simultânea; estabilidade e armazenamento.

Introdução

A determinação de metais em biodiesel passou a ter maior importância, principalmente, em países tropicais onde a umidade pode influenciar na sua oxidação. A introdução de metais pode ocorrer também a partir do material dos tanques e containers durante o período de armazenamento. Metais de transição têm habilidade de catalizar a oxidação do biodiesel e a análise destes elementos é, portanto, um aspecto relevante nos estudos sobre a estabilidade do biodiesel. Neste trabalho, propõe-se um procedimento eletroanalítico simples (Voltametria de Redissolução Anódica (VRA), no modo Diferencial de Pulso), e sem decomposição ácida da amostra. Usou-se apenas um eletrólito suporte, em cujo meio uma alíquota de biodiesel foi adicionada. Foi usado um eletrodo de filme de mercúrio (EFM), preparado *ex situ*, pela deposição eletroquímica de mercúrio na superfície do eletrodo de carbono vítreo, em solução de LiCl $1,0 \times 10^{-2}$ mol L⁻¹, na presença de Hg (II) 1000 mg L⁻¹. Após formação do filme, o eletrodo foi transferido e usado em outra célula, na determinação simultânea dos metais, pelo método de adição padrão.

Resultados e Discussão

Inicialmente, como eletrólito suporte foi escolhido entre vários, uma solução (10 mL) de ácido acético 2% em metanol¹, pH 4,5 ajustado com sol. de NaOH ($1,0$ mol L⁻¹), por apresentar boa capacidade de solubilidade para o biodiesel. Depois, vários experimentos voltamétricos, na ausência e presença de crescentes alíquotas de biodiesel puro, definiram as seguintes principais condições ideais do procedimento voltamétrico para a determinação simultânea dos metais Cd⁺, Pb⁺² e Cu²⁺: Ei: -1,0V; tpre: 180 s; v: 20 mV s⁻¹. A Figura 1 mostra os voltamogramas característicos para uma das amostras analisadas, com a adição de padrões de Cd⁺, Pb⁺² e Cu²⁺ (2×10^{-5} mol L⁻¹). Apesar dos metais Cd⁺ e Pb⁺² não terem sido detectados na amostra analisada, observa-se boa resolução e sensibilidade adequada dos picos voltamétricos. O pico do cobre apresenta um ligeiro deslocamento do potencial e um alargamento para maiores concentrações, o que é esperado devido dois estados de oxidação do metal, entretanto, isto não prejudicou a linearidade da curva. O procedimento de determinação simultânea é claramente, viável², após as adições de alíquotas dos padrões destes metais. A Figura 2 mostra a respectiva curva analítica. A concentração de Cu²⁺, encontrada na amostra foi de $3,5 (\pm 2,1$ 32ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

$\times 10^{-9}) \times 10^{-8}$ mol L⁻¹ (medidas em triplicata) e a corrente de pico da amostra foi de $1,3 \times 10^{-7}$ μ A. A avaliação estatística apresentou bons resultados de exatidão (recuperação de 96%) e boa reprodutibilidade (DRP de 7%) para um nível de confiança de 95%).

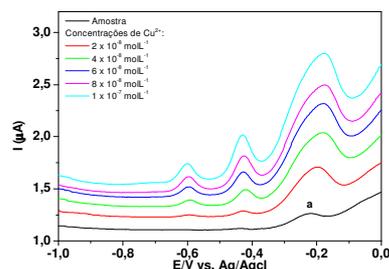


Figura 1- Resposta voltamétrica (VRA) para a determinação simultânea de Cd⁺, Pb⁺² e Cu²⁺, nas condições experimentais otimizadas. (a) pico correspondente ao cobre presente na amostra.

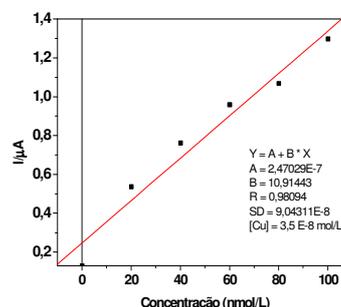


Figura 2. Curva analítica de adição de padrão para a determinação de Cu²⁺, referente à Figura 1.

Conclusões

Os resultados voltamétricos e a avaliação estatística indicam que o procedimento estudado pode ser uma boa alternativa para a determinação simultânea dos metais Cd⁺, Pb⁺² e Cu²⁺, a nível de traços (10^{-8} mol L⁻¹). Na amostra analisada foi encontrada uma concentração de cobre de $3,5 \times 10^{-8}$ mol/L.

Agradecimentos

UFMA e CNPQ

¹ Martins, D. M. S.; *Tese de Doutorado*. Araraquara: [s.n], 2008

² Oliveira, M. F.; Saczk, A. A.; Okumura, L. L.; Fernandes, A. P.; Moraes, M.; Stradiotto, N. R.; *Anal Bioanal Chem* 2004, 380:135–14