

## Otimização de metodologia analítica para determinação simultânea de Al, Ca, Cd, Fe, Mg, Mn, Na e Pb em amostras de biodiesel por ICP-MS

Ana Carolina Guimarães Costa\* (IC), Roseli Martins de Souza (PQ), Tatiana Dillenburg Saint'Pierre (PQ)

Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), Rio de Janeiro, RJ 22451-900

\*E-mail: carolzinha192@yahoo.com.br

Palavras Chave: biodiesel, otimização, ICP-MS, emulsão.

### Introdução

A presença de espécies metálicas pode ser crítica em biodiesel, pois mesmo em baixas concentrações, pode afetar o desempenho de motores, diminuir a estabilidade oxidativa do biodiesel, causar problemas de corrosão, de envenenamento de catalisadores e indicar possíveis contaminações por transporte ou estocagem<sup>1</sup>. Logo, o monitoramento quantitativo desses elementos pode indicar a necessidade de procedimentos para garantir a qualidade do combustível e, também, revelar potencial contaminação. Devido à sua capacidade de detecção multielementar e aos baixos limites de detecção atingidos, ICP-MS é uma técnica atrativa para determinação de elementos-traço em amostras orgânicas como biodiesel, quando a introdução desse tipo de amostra no plasma é viabilizada. O objetivo desse trabalho foi desenvolver metodologia sensível, prática e precisa para a determinação simultânea de Al, Ca, Cd, Fe, Mg, Mn, Na e Pb em diferentes amostras de biodiesel.

### Resultados e Discussão

As amostras foram preparadas em forma de emulsões com composição cuidadosamente otimizada: Biodiesel - HNO<sub>3</sub> - Triton X-100 - água, na proporção: 20/1,5/6/72,5 (% m/m). A quantificação foi feita por meio de calibração externa com padrões aquosos e padronização interna com Y. O método foi validado usando-se amostras de biodiesel fortificadas com padrão organometálico Conostan S-21 e comparado ao método da diluição direta com xileno, ambos com o uso de Espectrômetro de Massa Elan 6000 (Perkin Elmer-Sciex). As medições foram realizadas com a potência de compromisso otimizada (1250 W) e tempo de integração de 55 ms. O sistema de introdução de amostra consistiu em um nebulizador concêntrico Meinhard K3 alimentado com bomba peristáltica (taxa de aspiração de 1,0 mL min<sup>-1</sup>) acoplado a uma câmara de nebulização ciclônica. As vazões de Ar principal, auxiliar e nebulizador

foram 15,0; 1,0 e 0,9 L min<sup>-1</sup>, respectivamente. Foram medidas 5 replicatas e 1 varredura por leitura. Os isótopos monitorados foram: <sup>27</sup>Al, <sup>44</sup>Ca, <sup>111</sup>Cd, <sup>57</sup>Fe, <sup>25</sup>Mg, <sup>55</sup>Mn, <sup>23</sup>Na e <sup>208</sup>Pb.

**Tabela I.** Concentração determinada na amostra original e Recuperação (R) para as amostras de biodiesel emulsificadas em Triton X-100, (n = 5; p = 95%, t-Student).

Elemento	Biodiesel	Conc. (µg g <sup>-1</sup> )	R (%)
Al	Andiroba	0,064	94
Ca	Mamona	0,004	92
Cd	Sebo	1,3	96
Fe	Girassol	0,007	85
Mg	Soja	< LD	94
Mn	Soja	0,14	96
Na	Algodão	< LD	91
Pb	Soja	2,8	109

Os LD's (em µg g<sup>-1</sup>), para as amostras diluídas 5 X foram para Al, Ca, Cd, Fe, Mg, Mn, Na e Pb: 0,003; 0,004; 0,008; 0,003; 0,001; 0,0005; 0,01 e 0,001, respectivamente.

### Conclusões

O método desenvolvido se mostrou adequado para análise rotineira de biodiesel e o monitoramento confiável e de baixo custo dos elementos até agora estudados.

### Agradecimentos

CNPq, CNPqCTPetro e CTPetro/PIBIC.

<sup>1</sup>Woods, G. D. e Fryer, F. I. *Anal. Bioanal. Chem.* **2007**, 389, 753.