UM MÉTODO SIMPLES E RÁPIDO PARA DETERMINAÇÃO DE Na E K EM BIODIESEL POR FOTOMETRIA DE CHAMA

Ariane I. Barros¹ (IC)*, Marcia R. L. Magalhães¹ (IC), Adriana P. de Oliveira^{2,3} (PQ), Ricardo D. Villa¹ (PQ).

Palavras Chave: Biodiesel, Fotometria de chama, Sódio, Potássio, Álcool etílico.

Introdução

Concentrações elevadas de elementos metálicos em biodiesel podem acelerar a corrosão de peças dos motores, desativar catalisadores e conseqüentemente causar danos ambientais¹. A determinação de metais em combustíveis geralmente é difícil, onerosa e exige cuidados especiais no preparo de amostra, devido à alta complexidade da matriz. Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um método simples e de baixo custo para determinação de Na e K em biodiesel por fotometria de chama utilizando etanol no procedimento de preparo de amostras.

Materiais e Métodos

O procedimento de preparo de amostras consistiu basicamente na dissolução de amostras de biodiesel de soja em etanol na proporção [1:20; m:v]. Para ajustar a viscosidade das soluções padrão foram utilizadas amostras de biodiesel lavado com solução de HNO₃ 1,0 % (v/v) a 70°C. O biodiesel lavado teve função similar à do óleo de base utilizado no método proposto pela *Associação Brasileira de Normas Técnicas* (ABNT).

Resultados e Discussão

Para avaliar a linearidade e os limites de detecção (LD) e de quantificação (LQ) do equipamento foram construídas curvas analíticas com misturas de biodiesel de soja lavado:etanol [1:20; m:v] com concentrações de Na e K no intervalo de 0,00 - 1,60 mg L⁻¹ (Figura 1).

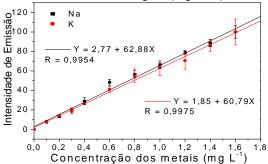


Figura 1 - Curvas analíticas feitas com a mistura biodiesel de soja lavado:etanol [1:20; (m/v)].

O intervalo de trabalho avaliado apresentou uma excelente correlação linear com o sinal analítico (R>0,99), atendendo as recomendações da

ANVISA (R = 0,99). O LD e o LQ foi de 0,08 e 0,24 para o Na e de 0,07 e 0,21 mg L⁻¹ para o K, respectivamente. Estes limites estão abaixo do máximo permitido pela resolução ANP n° 07/2008, que é de 5,0 mg (Na+K) kg⁻¹ de biodiesel. A exatidão do método foi avaliada através de testes de adição e recuperação em diferentes níveis de fortificação (Tabela 1).

Tabela 1- Porcentagens de recuperação obtidas pelo método proposto para determinação de Na e K.

Níveis de Fortificação	Recuperação ± CV (%)	
(mg kg ⁻¹)*	Na	K
2,0	92,94 ± 8,00	94,53 ± 2,00
4,0	103,44 ± 3,00	98,45 ± 8,00
5,0	90,83 ± 12,00	$94,28 \pm 9,00$
6,0	107,46 ± 8,00	103,01 ± 11,00
8,0	108,33 ± 10,00	96,07 ± 8,00
10	93,27 ± 11,00	96,34 ± 5,00

*Os testes de adição e recuperação foram feitos em nonoplicatas (n=9).

Para todos os níveis de concentração avaliados as porcentagens de recuperação variaram de 90,83 a 108,33% para o Na e de 94,28 a 103,01% para o K. A Association of Official Analytical Chemists (AOAC)² estabelece valores de recuperação no intervalo de 80 a 110% para concentrações na ordem de mg kg¹¹. O coeficiente de variação (CV) obtido nos ensaio de recuperação variaram de 3,00 a 12,00% para o Na e de 2 a 11% para o K. Segundo WOOD (1999)³ para concentrações da ordem de mg kg¹¹ são aceitáveis CV de até 16%.

Conclusões

A fotometria de chama pode ser uma alternativa instrumental de baixo custo para determinação de Na e K em biodiesel. Além disso, o fato do método proposto utilizar o etanol como único reagente no preparo de amostra também contribui para a diminuição dos custos de análise. Estes aspectos são de extrema importância para pequenos produtores de biodiesel.

Agradecimentos

Ao IFMT, Campus Cuiabá pela disponibilização do fotômetro de chama e à Central Analítica de Combustíveis da UFMT pelo fornecimento das amostras de biodiesel

¹ Universidade Federal de Mato Grosso (UFMT) - Departamento de Química; ² Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Mato Grosso (IFMT) - Campus São Vicente; ³ Universidade de Cuiabá(UNIC)-Faculdade de Farmácia. *nane_isis@hotmail.com

¹Knothe G, Gerpen J.V., Krahl J. The biodiesel handbook, 1st ed. Champaign: AOCS Press; **2005**.

²AOAC. Association of Official Analytical Chemists. Official method of analysisof AOAC international. 16th ed. Arlington, **1998**. v.1.

³WOOD, R. How to validate analytical methods. Trends Anal. Chem., v. 18, p. 624-632, **1999**.