

Determinação de Cu, Fe e Mn em amostras de diesel B5 por HR-CS ET AAS com diluição direta em n-propanol

Francini K. Silveira* (IC), Daiane P.C. de Quadros (PG), Adilson J. Curtius (PQ), Daniel L. G. Borges (PQ) *francinikeri@hotmail.com*

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), 88040-970, Florianópolis, SC.

Palavras Chave: Diesel B5; Elementos traço; ET AAS.

Introdução

A energia consumida no mundo, em sua grande parte, origina-se do petróleo e do carvão. O diesel é constituído basicamente por hidrocarbonetos parafínicos, olefínicos e aromáticos e, em menor quantidade, por substâncias cuja estrutura química contém átomos de enxofre, nitrogênio, metais e oxigênio, entre outros. A combustão do óleo diesel resulta na liberação de grande quantidade de gases poluentes na atmosfera, que estão divididos entre a fase gasosa e o material particulado. Diante desta perspectiva, busca-se o uso de biocombustíveis como alternativa para minimizar os danos ao meio ambiente e à população. Uma interessante alternativa é o biodiesel, que já é utilizado em motores a diesel em pequenas misturas sem a necessidade de modificações consideráveis no motor. No Brasil, é obrigatório o uso de diesel com 5% de biodiesel, o diesel B5. Uma importante questão na utilização de um combustível é a avaliação qualitativa e quantitativa de metais em sua composição.¹ A espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica (ET AAS) é uma das técnicas mais adequadas para a determinação de elementos traço, devido à sua alta sensibilidade e tolerância a solventes orgânicos.

Resultados e Discussão

Foram analisadas quatro amostras de diesel B5 (D1, D2, D3 e D4) comercializadas em postos de gasolina de Florianópolis, para determinação de Cu, Fe e Mn. As amostras foram preparadas com diluição direta em n-propanol, na proporção de até 20% (v/v), e acidificadas com 0,14 mol L⁻¹ de HNO₃. Os procedimentos de preparo e os testes de recuperação foram realizados em triplicata, e as determinações foram realizadas com calibração com padrões aquosos para Cu, Fe e Mn. As temperaturas de compromisso otimizadas para pirólise e atomização foram de 1000 e 2300 °C respectivamente, para Cu, Fe e Mn. A determinação de Mn foi realizada utilizando 480 µg de Zr como modificador químico, reduzindo o efeito de memória a níveis aceitáveis. O limite de detecção (LOD) foi de 3, 2, 1 ng g⁻¹ para Cu, Fe e Mn respectivamente, e o limite de quantificação (LOQ) é 3,3 vezes o valor do LOD. Para realizar a avaliação da exatidão e precisão do método

proposto para todos os analitos, foram realizados testes de adição e recuperação nas amostras de diesel. Os valores de recuperação obtidos para Cu, Fe e Mn nas amostras de diesel permaneceram entre 95-106%, 103-112% e 100-109%, respectivamente. Os valores determinados para Cu, Fe e Mn em diesel B5 são apresentados na Tabela 1. Apenas nas amostras D2 e D4 a concentração de Mn foram inferiores ao LOQ do método. A faixa de calibração utilizada para Cu e Fe foi entre 5-40 µg L⁻¹ e para Mn entre 2-10 µg L⁻¹.

Tabela 1. Resultados obtidos para Cu, Fe e Mn em amostras de diesel B5 comercial (µg g⁻¹).

	Cu	Fe	Mn
D1	0,097 ± 0,003	1,403 ± 0,052	0,013 ± 0,0002
D2	0,337 ± 0,022	0,271 ± 0,024	< 0,003
D3	0,448 ± 0,010	4,192 ± 0,126	0,014 ± 0,002
D4	0,110 ± 0,001	0,148 ± 0,020	< 0,003

Conclusões

A metodologia proposta demonstrou ser um procedimento simples, rápido, preciso e exato, permitindo a determinação dos metais na maioria das amostras de diesel. O procedimento de preparo das amostras demonstrou ser eficiente, exigindo apenas a diluição da amostra de diesel B5 com n-propanol, à temperatura ambiente. O uso de Zr como modificador permanente mostrou-se necessário apenas na determinação de Mn, permitindo melhor repetibilidade e redução de efeitos de memória. Baixos limites de quantificação e a boa recuperação dos analitos demonstraram que o método desenvolvido é válido e certamente pode ser aplicado para a determinação de outros elementos em matrizes orgânicas.

Agradecimentos

Ao INCT, CAPES, CNPq, PIBIC-UFSC

¹ E. S. Chaves, F. G. Lepri, J.S.A. Silva, D.P.C. Quadros, T.D. Saint'Pierre, A.J. Curtius, Determination of Co, Cu, Fe, Mn, Ni and V in diesel and biodiesel samples by ETV-ICP-MS. *Journal of Environmental Monitoring*, 10, 2008, p. 1211-1216.