

USO DA MONOETANOLAMINA NO PREPARO DE AMOSTRAS PARA A DETERMINAÇÃO DE METAIS EM BIODIESEL

Ariane I. Barros¹(PG)*, Adriana dos S. Silva¹(IC), Adriana P. de Oliveira²(PQ), Ricardo D. Villa¹(PQ).

¹Universidade Federal de Mato Grosso (UFMT) – Programa de Pós Graduação em Química (PPGQ); ²Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Mato Grosso (IFMT) - Campus Cuiabá – Bela Vista.

*e-mail: nane_isis@hotmail.com

Palavras Chave: Biocombustíveis, Fotometria de chama, Metais, Suspensão.

Introdução

A determinação de metais em combustíveis geralmente é complexa e exige cuidados especiais no preparo de amostras¹. O método recomendado pela ANP consiste na dissolução do biodiesel em solventes orgânicos como xileno e hexano². Este método tem como inconvenientes a utilização de solventes tóxicos e caros e a formação de resíduos carbonáceos que pode comprometer a exatidão e precisão dos resultados. Frente ao exposto, este trabalho teve como objetivo avaliar a monoetanolamina (MEA), um reagente de baixo custo e toxicidade, como emulsificante no preparo de amostras para determinação de Na⁺ e K⁺ em biodiesel por espectrometria de emissão atômica em chama (FAES).

Materiais e Métodos

O preparo de amostras consistiu na formação de uma suspensão aquosa de biodiesel e MEA. Para isso, 1,00 g de biodiesel de soja:algodão (95:5; v:v) e 1,00 g de MEA foram adicionados em um balão volumétrico de 10,00 mL que teve seu volume completo com água deionizada. A formação da suspensão foi auxiliada por banho de ultrassom (42 Hz) por 10 minutos. A avaliação dos parâmetros instrumentais foi feita por meio de curvas analíticas, com intervalo de 0,00 – 1,60 mg L⁻¹, para ambos analitos. Nesta avaliação foi utilizado o método da adição padrão (AP) e o método da padronização externa (PE) com padrões em solução aquosa de HNO₃ 1,0% (v:v). As leituras de emissão foram feitas em um fotômetro de chama Analyser[®] 910, com chama ar/GLP e taxa de aspiração de 2,0 ± 0,3 mL min⁻¹. Todas as leituras foram feitas em triplicatas e acompanhadas de um branco analítico.

Resultados e Discussão

A suspensão obtida com MEA manteve-se estável por aproximadamente 25 minutos, tempo suficiente para efetuar as leituras de emissão que duram em média 50 segundos. Mesmo após a separação das fases, uma agitação manual por 30 segundos foi suficiente para refazer a suspensão. Não foi observada perda do sinal analítico em medidas feitas 24 horas após o preparo das suspensões.

Curvas analíticas obtidas com a suspensão (S) MEA/Biodiesel/Água, apresentaram coeficientes angulares semelhantes aos obtidos em solução aquosa de HNO₃, sugerindo que a matriz tem pouca influência sobre o sinal analítico (Tabela 1).

Tabela 1. Parâmetros instrumentais obtidos com a suspensão S e com solução aquosa de HNO₃ 1,0% (v:v).

Metais	Meio	Curva analítica	r
Na ⁺	S	$I_{Na} = 0,183 + 1,22[Na^+, mg L^{-1}]$	0,9924
	HNO ₃	$I_{Na} = 0,049 + 1,16[Na^+, mg L^{-1}]$	0,9979
K ⁺	S	$I_K = -0,058 + 0,99[K^+, mg L^{-1}]$	0,9944
	HNO ₃	$I_K = -0,030 + 0,98[K^+, mg L^{-1}]$	0,9978

O limite de detecção (LD) instrumental foi determinado experimentalmente por meio de diluições sucessivas de padrões analíticos. O LD encontrado para ambos analitos foi cerca de 0,15 mg L⁻¹ na suspensão S. O limite de quantificação (LQ) de cada metal em biodiesel, estimado a partir de LD, foi cerca de 4 mg kg⁻¹.

A concentração máxima de Na⁺ e K⁺ permitida pela legislação é de 5,0 mg (Na+K) kg⁻¹ de biodiesel. Embora a legislação dê um limite para o somatório das concentrações de Na⁺ e K⁺, dependendo do catalisador utilizado, a concentração de uma destas espécies geralmente predominará. Cabe ressaltar, que o procedimento de preparo de amostra proposto poderá proporcionar LQ bem menores com técnicas espectrométricas mais sensíveis que a FAES. No entanto, a FAES pode ser uma técnica bastante útil no controle de qualidade de biodiesel onde concentrações superiores a 5,0 mg kg⁻¹ são geralmente de maior interesse.

Nos testes de adição e recuperação, feitos em triplicatas, foram obtidas porcentagens de recuperação para o Na⁺ de 110% com coeficiente de variação de 2% o que evidencia a exatidão e precisão do método^{4,5}. Neste testes foi utilizado o método da adição padrão e o nível de fortificação utilizado foi de 8,0 mg (Na⁺) kg⁻¹ biodiesel. Os testes para K⁺ estão em andamento.

Conclusões

O uso da MEA proporcionou uma suspensão relativamente estável para determinações dos analitos por FAES, e poderá ser utilizada no preparo de amostras de biodiesel para outras técnicas espectrométricas.

Agradecimentos

A CAPES pela bolsa de PG e a COOPERBIO pelo fornecimento das amostras.

¹Korn, M. G. A.; Santos, D. S. S.; Welz, B.; Vale M. G. R.; Teixeira, A. P.; Lima, D. C.; Ferreira, S. L. C. *Talanta*, v. 73, p. 1–11, 2007.

²Agência Nacional de Petróleo, Gás natural e Biocombustíveis nº 07, de 2008.

³Knothe E. G., Gerpen J.V., Krahl J. *The biodiesel handbook*, 1st ed. Champaign: AOCS Press; 2005.

⁴AOAC. Association of Official Analytical Chemists. *Official method of analysis AOAC international*. 16th ed. Arlington, 1998. v.1.5

⁵Wood, R., *Trends Anal. Chem.* v. 18, p 624-632, 1999.