

Preliminary studies for development of analytical method for Ca(II) determination in biodiesel samples

Williams Raphael de S. Morais (IC)¹, Maria de Fátima C. da S. Neta (IC)¹, Josué Carinhonha C. Santos (PQ)¹, Daniela S. Anunciação (PQ)^{1,*}

¹Universidade Federal de Alagoas, Instituto de Química e Biotecnologia, Laboratório de Instrumentação e Desenvolvimento em Química Analítica, Maceió – AL, Brasil.

E-mail: williams_raphael@hotmail.com

Palavras Chave: biodiesel, cálcio, espectrofotometria.

Abstract

This work aimed to develop an analytical method for Ca(II) determination in biodiesel samples by spectrophotometry.

Introdução

A presença de Ca(II) em biodiesel tem sido associada a danos aos motores movidos a este combustível. A Agência Nacional do Petróleo (ANP) estabelece um limite máximo de 5 mg kg⁻¹ para a soma das concentrações de cálcio e magnésio no biodiesel determinados por espectrometria atômica.¹ O presente trabalho envolveu um estudo preliminar a fim de estabelecer um método alternativo para determinação de Ca(II) em amostras de biodiesel por meio da espectrofotometria de absorção molecular no UV-VIS.

Resultados e Discussão

O método proposto baseia-se na reação de complexação entre íons Ca(II) e glicoxal-bis(2-hidroxianil) (GBHA) em meio alcalino,² com posterior detecção espectrofotométrica em 510 nm.

Com vistas a verificar a estabilidade do sinal analítico em função do tempo, foram avaliados os seguintes parâmetros: composição do solvente (água, metanol, etanol, propanol e butanol) puro e em proporções percentuais 30:70, 50:50 e 70:30; efeito da base no ajuste do pH (NaOH e tampão borato); e, uso de surfactante brometo de cetiltrimetil amônio (CTAB). Inicialmente, em um tubo de polietileno foram adicionadas alíquotas de 1 mL de solução de Ca(II) (1 mg L⁻¹), 1 mL de solvente, 1 mL de solução alcalina (1 mol L⁻¹), 0,2 mL de solução metanólica de GBHA (1 g L⁻¹) e 1,8 mL de água, perfazendo um volume total de 5 mL. Após otimização das condições reacionais, a curva analítica foi estabelecida na faixa de 0,15 a 6 mg L⁻¹ de Ca(II) para diferentes tempos de reação. LOD e LOQ foram, respectivamente igual a 0,04 e 0,15 mg L⁻¹. De acordo com a avaliação do efeito do pH verificou-se que em tampão borato (pH = 12,5) houve melhor estabilização do sinal. No que tange à composição do solvente, os resultados mais expressivos estão apresentados na Figura 1 e evidenciam melhor estabilidade para a mistura etanol:metanol numa proporção 70:30 (v/v) e em diferentes concentrações de cálcio (Figura 2).

O uso de surfactante não promoveu alterações expressivas na intensidade e estabilidade do sinal analítico, de modo que optou-se por não utilizar nos ensaios seguintes.

Figura 1. Efeito da composição do solvente no sinal analítico do complexo formado entre Ca(II) e GBHA.

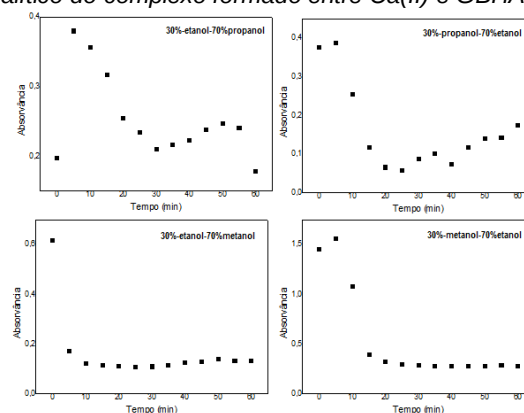
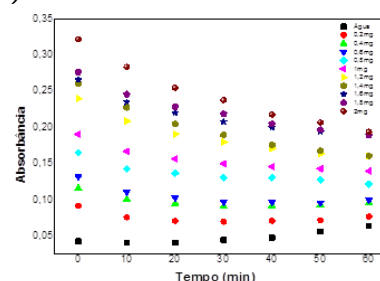


Figura 2. Variação do sinal analítico na faixa de 0 a 2 mg L⁻¹ de Ca(II) no intervalo de 60 min.



O método foi aplicado a uma amostra de biodiesel de soja em triplicata, submetida previamente a uma extração líquido-líquido e cuja concentração de Ca(II) foi 1,1 ± 0,11 mg L⁻¹.

Conclusões

O método é eficiente para determinação de Ca(II) em biodiesel. Entretanto, faz-se necessário estabelecer demais parâmetros analíticos e aplicação em amostras de biodiesel de diferentes origens que serão executados a seguir.

Agradecimentos

IQB-UFAL, LINQA.

¹Lôbo, I. P.; Ferreira, S. L. P.; Cruz, R. S. *Biodiesel: Parâmetros de Qualidade e Métodos Analíticos*. Quim. Nova, **2009**, V. 32, 1596-1608 / ²Lindstrom, F.; Milligan, C. W. *Derivatives of Glyoxal Bis(2-hydroxyanil) as Direct Calcium Reagents*. Analytical Chem. **1964**, V. 36, 1334-1338.