

## Determinação de ferro e cobre em biodiesel por espectrometria de absorção atômica com chama utilizando microemulsão como preparo de amostra

Antunes, G.A. (UFRGS) ; Leite, C.C. (UFRGS) ; Jesus, A. (UFRGS) ; Silva, M.M. (UFRGS) ; Silva, Y.P. (UFRGS) ; Piatnicki, C.M.S. (UFRGS)

### RESUMO

Submetido ao II SJPB Este trabalho propõe um método para a determinação de Fe e Cu em biodiesel por F AAS utilizando microemulsão (ME) como preparo de amostra. A condição otimizada para a formação da ME foi de 1,72 g de biodiesel acrescido de 250 µL de HNO<sub>3</sub> 1% e 850 µL de H<sub>2</sub>O e o volume completado com propan-1-ol até 10 mL e agitação manual. Os parâmetros instrumentais foram: taxa de aspiração de 3,0 e 2,2 mL min<sup>-1</sup> para FE e Cu e a composição de chama (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/ar) 0,1 e 0,08. Para fins de comparação, a determinação de Fe e Cu foram também efetuados de acordo com a norma brasileira (ABNT NBR 15556). Essa norma é aplicada para a determinação de NA e K de ácidos graxos em amostras de ésteres metílicos e etílicos e consiste na diluição da amostra com solvente orgânico e determinação por F AAS.

### PALAVRAS CHAVES

*Biodiesel; microemulsão; absorção atômica*

### INTRODUÇÃO

O controle e monitoramento da corrosão em tanques de armazenamento e transporte de biodiesel são de grande importância para manter a qualidade do biocombustível. A presença de metais como ferro e cobre pode causar algumas alterações comprometendo sua composição ou introduzir a formação de depósitos que danificam a injeção dos motores. Conforme a norma nacional (ABNT NBR 15556) a determinação de metais em biodiesel é realizada diluindo-se as amostras em solventes orgânicos e a determinação por espectrometria de absorção atômica com chama (F AAS). As desvantagens deste método de diluição afeta de forma geral qualquer técnica utilizada na detecção devido a baixa estabilidade dos analitos nos padrões orgânicos para a calibração, custo elevado dos padrões orgânicos e o uso de solventes com ação carcinogênica. Recentemente têm sido propostos novos métodos para determinação de metais em biodiesel usando emulsões ou microemulsões como preparo de amostras. Essa técnica tem sido aplicada com sucesso para preparação de amostras de combustíveis porque a dispersão homogênea e a estabilização das microgotas de óleo na fase aquosa, torna a viscosidade próxima a da solução aquosa e diminui a quantidade de solvente orgânico no atomizador. O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de método analítico simples, rápido, confiável e de baixo custo, utilizando microemulsão como preparo de amostra e determinação por F AAS. Foram realizados estudos sobre a composição da microemulsão, estabilidade da microemulsão e dos analitos nas mesmas, otimização dos parâmetros experimentais e testes de recuperação.

### MATERIAL E MÉTODOS

Para determinação de ferro e cobre foi utilizado um espectrômetro de absorção atômica com chama (Analytik Jena AG, Alemanha) e como fonte de radiação foram utilizadas lâmpadas de cátodo oco (HCL) de ferro e cobre (Photron, Australia) com os seguintes parâmetros: comprimentos de onda de 248,3 e 324,8 nm, corrente de 6,0 e 3,0 mA e fenda espectral de 0,2 e 1,2 nm para ferro e cobre, respectivamente. Os parâmetros instrumentais otimizados para as microemulsões (ME) foram: taxa de aspiração de 3,0 e 2,2 mL min<sup>-1</sup> e composição da chama (razão C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/ar) de 0,10 e 0,08. Nos estudos para obtenção da microemulsão foram investigadas diversas composições. As proporções adotadas foram: 1,72 g de biodiesel, 250 µL HNO<sub>3</sub> 1%, 850 µL H<sub>2</sub>O e o volume completado com propan-1-ol até 10 mL. Foram realizados estudos sobre a composição da ME e sua estabilidade, assim como dos analitos nas MEs de amostras e padrões e realizado teste de recuperação. O

desempenho e a exatidão do método foram avaliados comparando os resultados obtidos com o método utilizado pela norma nacional para determinação destes metais em biodiesel.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Foi realizado um estudo de estabilidade dos analitos nas MEs, monitorando o sinal analítico de ferro e cobre para as amostras e para os padrões inorgânicos. Não houve diminuição significativa do sinal analítico tanto para amostra quanto para o padrão num período de 96 horas para os dois elementos. Os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) foram obtidos, respectivamente, através de 3 e 10 vezes o desvio padrão de dez medidas do branco dividido pela sensibilidade da curva analítica e obteve-se um LD de 0,4 mg kg<sup>-1</sup> para o ferro 0,3 mg kg<sup>-1</sup> para o cobre e os valores de LQ foram de 1,3 mg kg<sup>-1</sup> e 1,1 mg kg<sup>-1</sup> para ferro e cobre, respectivamente. A precisão obtida para o método proposto foi em torno de 1,1% para o ferro e 2,3 % para o cobre. A concentração característica obtida foi de 0,1 mg L<sup>-1</sup> para ferro e 0,07 mg L<sup>-1</sup> para cobre. Foram feitos testes de recuperação adicionando-se padrões inorgânicos as amostras de biodiesel, os valores obtidos foram de 98,2 e 96,3% para ferro e cobre. Esses resultados mostram que não houve interferência da matriz nos padrões adicionados. O desempenho e a exatidão do método proposto estão sendo avaliados através da comparação dos resultados com os obtidos pela norma nacional brasileira (ABNT NBR 15556)<sup>1</sup> para determinação de metais em biodiesel.

## **CONCLUSÕES**

O método proposto apresentou bons resultados e têm as vantagens de evitar o uso de solventes orgânicos carcinogênicos como determina a norma brasileira, maior estabilidade dos analitos na ME e a possibilidade de utilização de padrões inorgânicos evitando assim a utilização de padrões orgânicos instáveis e de alto custo.

## **AGRADECIMENTOS**

Cecom, UFRGS, CNPq, Capes, Finep, Fapergs

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICA**

1 ABNT NBR 15556 - Produtos derivados de óleos e gorduras - Ésteres metílicos-etílicos de ácidos graxos - Determinação do teor de sódio, potássio, magnésio e cálcio por espectrometria de absorção atômica com chama.