

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho, duas abordagens diferentes para análises de amostras de biodiesel foram estudadas visando o desenvolvimento de métodos analíticos baseados em técnicas de espectrometria atômica. A primeira abordagem tratou da análise de amostras de biodiesel de diferentes matérias-primas (palma, mamona, girassol, soja, amendoim, canola, algodão e babaçu) propondo a diluição da amostra com xileno seguido da determinação de Na, K, Mg, Ca e Si por F AAS, enquanto na segunda abordagem as amostras de biodiesel e óleo vegetal foram preparadas como solução de três componentes (microemulsão) óleo em água (O/W).

Sódio, potássio, magnésio e cálcio foram determinados com limites de detecção adequados para a caracterização do biodiesel de acordo com a Resolução ANP número 7. A solução de 120 g L⁻¹ de óleo mineral em xileno, promove um adequado meio para a preparação das soluções de calibração, devido à aproximação entre as viscosidades das soluções de calibração e das amostras. Em comparação com a determinação destes metais em meio aquoso, devem ser usadas taxas de aspiração muito menores, caso contrário, a chama se torna muito redutora e ocorrem efeitos multiplicativos de matriz. Concentrações de Ca e Mg encontradas em amostras de biodiesel de diferentes origens, pelo procedimento estudado, ou seja, por F AAS, foram equivalentes às encontradas por ICP OES seguindo a norma EN 14538.

O uso da técnica de HR-CS F AAS proporcionou maior sensibilidade e melhores limites de detecção. No entanto, a maior vantagem foi em relação ao tempo de análise, que foi reduzido em 5 vezes, devido à capacidade de determinação sequencial do instrumento.

Os resultados obtidos indicaram também que é possível realizar a determinação de Si em amostras de óleo vegetal e de biodiesel usando a técnica de HR-CS F AAS, após uma simples diluição da amostra com xileno, utilizando-se calibração externa com soluções de calibração preparadas com solução de padrões organometálicos em óleo base diluídos em xileno, com ajuste de viscosidade entre soluções de calibração e de amostra. O procedimento é rápido e simples, resultando em boa precisão e exatidão. O limite de detecção (LD) na amostra original foi de 1,0 mg kg⁻¹. Esse valor é suficiente para atender as especificações brasileiras (ainda em discussão), que indicam a possibilidade de um limite máximo admissível de 5 mg kg⁻¹.

O método proposto para a determinação de As em amostras de óleo vegetal e biodiesel por GF AAS é simples, rápido, preciso e adequado para os limites esperados da legislação brasileira. As amostras preparadas como uma solução de três componentes com solução de ácido nítrico e propanol-1 mostraram boa estabilidade, permitindo o uso de amostradores automáticos em toda sua capacidade. Solventes de baixa volatilidade e de baixa toxicidade foram utilizados, com baixo risco para o operador e o meio ambiente. As determinações puderam ser realizadas utilizando calibração externa com soluções padrão de As inorgânico ou organometálico. O método pode ser utilizado com exatidão, precisão e limites de detecção adequados.