



**INSTITUTO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE LISBOA**  
**Área Departamental de Engenharia Química**

**ISEL**

## **Implementação e Validação do Método de Determinação de Metais e Fósforo por ICP-OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry) em Biodiesel**

**Ana Catarina Parreira Ministro**

Trabalho Final de Mestrado para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química

### **Resumo:**

O objectivo do presente trabalho foi desenvolver, implementar e validar métodos de determinação de teor de cálcio (Ca), magnésio (Mg), sódio (Na), potássio (K) e fósforo (P) em biodiesel, por ICP-OES. Este método permitiu efectuar o controlo de qualidade do biodiesel, com a vantagem de proporcionar uma análise multi-elementar, reflectindo-se numa diminuição do tempo de análise. Uma vez que o biodiesel é uma das principais fontes de energia renovável e alternativa ao diesel convencional, este tipo de análises revela-se extremamente útil para a sua caracterização.

De acordo com a análise quantitativa e qualitativa e após a validação dos respectivos ensaios, apresentam-se, na Tabela 1 as condições optimizadas para cada elemento em estudo.

**Tabela 1 - Condições optimizadas por elemento analisado**

Comprimento de onda (nm)	Plasma (L/min)	Gás Auxiliar (L/min)	Gás de Nebulizador (L/min)	Energia (Watts)	Distância de vista (mm)	Vista do Plasma	Tempo de Estabilização (s)	Caudal amostra (ml/min)	BGC1	BGC2	Tempo Min (s)	Tempo Max (s)
Mg 279,553	15	1	0,6	1450	15,0	Radial	15	0,8	-0,059	0,059	0,1	5,0
Ca 396,847	15	1	0,6	1450	15,0	Attn Radial	15	0,8	-0,084	0,084	0,1	5,0
K 766,490	15	2	1,0	1350	15,0	Radial	15	0,8	-0,079	0,127	0,1	5,0
Na 589,592	15	1	0,6	1350	15,0	Radial	15	0,8	-0,136	-0,136	0,1	5,0
P 213,62	15	1	0,6	1450	15,0	Radial	15	0,6	-0,045	0,045	1,0	5,0

As condições de trabalho do ICP-OES foram escolhidas tendo em conta as características do elemento em estudo, o tipo de equipamento utilizado para a sua análise, e de modo a obter a melhor razão sinal/intensidade de fundo.

Para a validação dos ensaios foram efectuados ensaios de recuperação, determinados limites de detecção e quantificação, ensaios de repetibilidade e reprodutibilidade, e verificação das curvas de calibração.

Na tabela 2 apresentam-se os comprimentos de onda escolhidos (livres de interferências) e respectivos limites de detecção e quantificação dos elementos analisados por ICP-OES, na posição radial e radial atenuado:

**Tabela 2** - Limites de detecção e quantificação obtidos por elemento analisado

Elementos	Comprimentos de Onda	Limite de Detecção	Limite de Quantificação
Sódio (Na)	589,592 nm	0,12 mg/Kg	0,41 mg/Kg
Potássio (K)	766,490 nm	0,10 mg/Kg	0,34 mg/Kg
Magnésio (Mg)	279,553 nm	0,10 mg/Kg	0,34 mg/Kg
Cálcio (Ca)	396,847 nm	0,11 mg/Kg	0,36 mg/kg
Fósforo (P)	213,62 nm	0,03 mg/Kg	0,10 mg/Kg

**Palavras-Chave** – Biodiesel, ICP-OES, Qualitativa, Quantitativa, Condições, Comprimento de onda.

**Dezembro de 2009**