



PREPARO DE AMOSTRAS DE BIODIESEL

Everton Francisco da Silva¹
Nataly de Moura Schinvelski²
Manoela Lorentzen Harms³
Marlei Veiga dos Santos⁴

Resumo: O preparo de amostras para a determinação de metais é uma etapa crítica de qualquer análise, que exige precisão e considerável tempo de execução. No presente trabalho, foram empregadas duas metodologias distintas de preparo de amostras de biodiesel: digestão por via úmida, e via seca. Ambas as técnicas apresentaram dificuldades específicas que impactaram diretamente na eficiência do processo e podem influenciar na confiabilidade dos resultados analíticos. Na digestão por via úmida, foi utilizada a massa de aproximadamente 1,3 g de amostra, combinada com 5 mL de ácido nítrico (HNO_3), 2 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) e 1 mL de peróxido de hidrogênio (H_2O_2). Os tubos foram levados ao bloco digestor e submetidos a rampa de temperatura partindo de 90 °C por 2 h e 120 °C por 4 h e mais 1 h em 160 °C. Durante esse processo, observou-se a necessidade de constante acompanhamento e adições sequenciais, de hora em hora, de 1 mL de H_2O_2 e 2 mL de HNO_3 . A cada adição, era perceptível o desprendimento de vapores nitrosos, indicativo da decomposição da matriz orgânica. Ao final de 7 horas de digestão, o volume final do material digerido foi de aproximadamente 2 mL. As amostras foram então transferidas para tubos Falcon e completadas para 15 mL com água destilada. Apesar da eficiente destruição da matriz, a digestão úmida mostrou-se extremamente trabalhosa. Por se tratar de um sistema aberto, foi necessário um cuidado constante com as adições, controle da temperatura e segurança no manuseio de reagentes corrosivos e voláteis. O grande volume de ácidos empregado e a liberação contínua de vapores tóxicos impuseram desafios operacionais, além de demandarem tempo e atenção redobrada. Paralelamente, foi realizado o preparo das amostras por via seca, em mufla. Para isso, 2,5 g de biodiesel foram pesados diretamente em cadinhos, e secos em estufa a 105 °C por 1 h e posteriormente foi adicionado a mufla em uma temperatura (< 200 °C) aumentando gradualmente até 550 °C para completa calcinação por 6 h. Após o

¹ Graduando do Curso de Engenharia Ambiental e Sanitária, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo, (everton.silva@estudante.uffs.edu.br)

² Estudante do curso de Engenharia Ambiental e Sanitária, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo, bolsista (FAPERGS), (mouranaty161@gmail.com)

³ Mestranda no Programa de Pós-Graduação em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus* Cerro Largo, (manoela.harms@estudante.uffs.edu.br)

⁴ Dra. em Ciências – Química Analítica (UFSM), docente UFFS *campus* Cerro Largo, (marlei.santos@uffs.edu.br)



resfriamento em dessecador, foram adicionados 5 mL de ácido nítrico diretamente nos cadinhos. O conteúdo foi então transferido para tubos Falcon e completado para 10 mL com água destilada. Essa abordagem foi mais simples e direta. Contudo, enfrentou-se uma limitação importante: a intensa liberação de fumaça durante a calcinação exigiu que a chaminé da mufla permanecesse aberta por longos períodos, o que dificultou o controle adequado da temperatura e comprometeu a uniformidade da digestão. Ambos os métodos demandaram muito tempo e atenção, sendo a via úmida caracterizada por seu processo prolongado e alto consumo de reagentes, enquanto a via seca sofreu com limitações estruturais do equipamento, especialmente em relação ao controle térmico. Até o momento, as determinações de metais ainda não foram realizadas, impossibilitando a comparação entre os resultados obtidos por cada procedimento de preparo de amostras.

Palavras-chave: via úmida; via seca; metais.

Categoria: Engenharia (pesquisa científica).