

Desenvolvimento de método para determinação de elementos-traço em biomassas lignocelulósicas por ICP-OES utilizando HNO₃ diluído

Camilla M. B. Preissler¹ (TM), Jefferson S. Gois^{1*} (PQ)

¹Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ), Rua São Francisco Xavier, 524. Maracanã - Rio de Janeiro
*jeffersonsgois@gmail.com

Palavras Chave: biomassa, micro-ondas, ICP-OES

Introdução

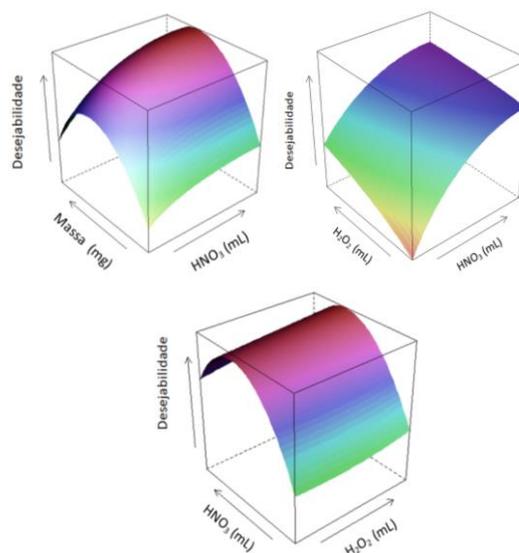
A biomassa lignocelulósica é composta principalmente por celulose, hemicelulose e lignina, podendo ser utilizada como material ecológico para a produção de combustíveis de segunda geração em substituição aos combustíveis fósseis e seus derivados, sendo imprescindível determinar a composição química dessas biomassas para sua aplicação¹. Portanto, o objetivo deste trabalho é desenvolver um método de digestão assistida por micro-ondas usando HNO₃ diluído para a determinação de elementos minoritários e traço (Ca, Cu, Fe, Mn, Mg, Na, Zn) em biomassa lignocelulósica por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).

Resultados e Discussão

Oito diferentes biomassas lignocelulósicas, previamente moídas, secas e peneiradas foram mantidas em frascos protegido da luz até o procedimento de digestão das mesmas. Para o procedimento de digestão ácida assistida por micro-ondas, os níveis dos fatores (massa da amostra, volume de HNO₃ e volume de H₂O₂) foram otimizados usando um planejamento composto central (CCD) com oito pontos fatoriais, seis pontos axiais e cinco réplicas do ponto central, totalizando 19 experimentos. Os modelos matemáticos foram criados utilizando o software R². Os resíduos dos modelos seguiram distribuição normal de acordo com o teste de Shapiro-Wilk ($p=0,05$). A função desejabilidade foi utilizada para a obtenção das condições ótimas de preparo de amostra, onde a desejabilidade global obtida foi de 0,534. A superfície de resposta da desejabilidade global, apresentada na Figura 1, foi construído utilizando a função "overall()" presente no pacote "qualityTools" e a função "wireframe()" presente no pacote "lattice" (software R). As condições ótimas de preparo de amostras foram alcançadas com 280 mg de massa de amostra, 2,0 mL de HNO₃ e 2,0 mL de H₂O₂. A exatidão do método proposto foi avaliada por meio de testes recuperação, que variaram de 80 a 109 %. Os limites de quantificação (LQ) do método foram, em $\mu\text{g g}^{-1}$, Ca (7), Cu (1), Fe (4), Mg (1), Mn (0,2), Na (17), Zn (2). A concentração dos analitos nas amostras de biomassas variaram, em $\mu\text{g g}^{-1}$, para

Ca (367 - 834), Cu (4 - 33), Fe (177 - 454), Mg (824 - 198), Mn (10 - 60), Na (19 - 2879) e Zn (19 - 23).

Figura 1. Superfície de resposta da desejabilidade global para o método digestão assistida por micro-ondas de amostras de biomassa lignocelulósica e determinação de elementos-traço por ICP-OES.



Conclusões

Através do planejamento composto central, foi possível a obtenção de um método de digestão assistida por micro-ondas para a determinação de elementos-traço por ICP-OES em biomassa lignocelulósica utilizando HNO₃ diluído. O método proposto demonstrou boa exatidão e LQs que podem ser aplicados para determinação de elementos-traço em amostras de biomassa lignocelulósica.

Agradecimentos

UERJ, FAPERJ, Capes e CNPq.

¹OKOLIE, Jude A. et al. *Waste Biomass Valor*, 2021, v.12, 2145.

² R CORE TEAM. R: A language and environment for statistical computing. Versão 3.5.3. The R Project for Statistical Computing, Vienna, Austria, 2018. Disponível em: <https://www.R-project.org/>. Acesso em 26/07/2020.