

5 Conclusão

A proposta de desenvolver e validar um método analítico para a determinação de chumbo em microemulsão (ME) de querosene e de óleo lubrificante, utilizando a técnica da voltametria por re-dissolução anódica, foi alcançada. Foram feitas as otimizações dos parâmetros experimentais e instrumentais necessárias para a obtenção do melhor sinal analítico do Pb nas MEs. Nesse caso, a escolha dos componentes foi crucial, em especial, para se atingir a estabilidade e quantidade de eletrólitos necessários para a realização da eletroanálise. Melhores resultados em termos de limite de detecção e de quantificação na cela de trabalho foram obtidos para a ME de óleo lubrificante, no entanto, quando se trata do cálculo na amostra, o resultado do querosene foi superior por causa da maior quantidade de amostra na solução de trabalho. Os resultados obtidos com a utilização do BiFE foram equivalentes ao do uso do HMDE, apenas com um ligeira piora nos parâmetros que tem relação com a renovação da superfície ativa do eletrodo (melhor reprodução da área superficial do mercúrio). A magnitude da faixa de trabalho das curvas de adição padrão ficou em uma ordem de grandeza, provavelmente a complexidade do meio (interação do meio com a superfície ativa do eletrodo) impediu a observação de uma faixa linear mais extensa. Em todos os casos, os coeficientes de correlação (r) estiveram próximos ao estabelecido pelo critério adotado para um modelo de resposta linear ($>0,99$). Nos estudos de reprodutibilidade viu-se que o fator mais relevante para uma variação maior de sinal foi com a troca de ME, enquanto que para a troca de analista, os resultados obtidos foram insignificantes em termos de reprodução dos resultados.

Para as recuperações usando NIST 1085a (óleo lubrificante) e para amostras de querosene fortificadas com o analito, as recuperações foram próximas de 100%. Estudos com fortificação com padrões de analito na forma metalo-orgânica e inorgânica indicaram a ação do ácido nítrico como responsável pela isoformação de espécies químicas nas MEs. Essas recuperações foram confirmadas com método alternativo (ETAAS). Baseado nesses resultados pode-se concluir que o método voltamétrico desenvolvido atende bem ao tipo de amostra e nível de concentração esperado para o analito

de interesse. Os estudos de estimativa de incerteza foram importantes para garantir a confiabilidade dos resultados assim como para identificar etapas do processo que contribuem para a perda de exatidão do método. Constatou-se que as etapas relativas à medição carregam uma incerteza aceitável diante do nível de concentração medido. Um grande problema ocorre quando o processo volumétrico de preparação de amostras e padrões e ainda para adição dos padrões na cela é computado. Nesse caso o grande aumento da incerteza vem da imprecisão dos equipamentos volumétricos usados. Futuramente pode-se fazer um trabalho minucioso para minimizar as fontes de incerteza substituindo as etapas que envolvem a medição de volume por medição de massa (incerteza menor para a balança).