

6 Conclusão

Os elementos As, Sb e Se são encontrados na maioria das amostras como material particulado atmosférico, sedimentos, óleo cru, combustíveis derivados do petróleo, em nível traço, o que dificulta suas quantificações por ICP OES utilizando sistemas convencionais de introdução de amostras (nebulizadores pneumáticos), os quais fornecem limites de quantificação (LOQ) na ordem de centenas de $\mu\text{g kg}^{-1}$ para estes elementos, impossibilitando assim a determinação dos mesmos.

Entretanto, o emprego da técnica HG-ICP OES, empregando HCl como pré-redutor, mostrou-se muito mais eficiente para a análise de As, Se e Sb em amostras de óleo cru e biodiesel, com LOQ de: $4,7 \mu\text{g kg}^{-1}$ para As, $4,7 \mu\text{g kg}^{-1}$ para Sb e $7,1 \mu\text{g kg}^{-1}$ para Se.

A pré-redução é um procedimento fundamental quando a geração de vapor é empregada como técnica de análise, o que a torna ainda mais importante quando se faz análise multielementar. Os testes realizados para avaliar potenciais pré-redutores indicaram que o HCl e tiouréia poderiam ser mais explorados para as determinações desejadas neste trabalho, sendo assim, as concentrações destes pré-redutores, assim como parâmetros operacionais do equipamento e da geração de vapor foram avaliados em otimizações multivariadas.

Para avaliar o método proposto e garantir a confiabilidade dos resultados analíticos foram determinados alguns parâmetros de mérito: linearidade, sensibilidade, limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ), precisão, exatidão, análise de materiais de referência certificados (MRC) e recuperações dos analitos adicionados.

Com a pré-redução utilizando tiouréia, analisou-se o material certificado de óleo (NIST 1634c) e obteve-se recuperações satisfatórias apenas para Sb (104%), o que não foi verificado para As e Se (57% e 29%). Isto revela que a tiouréia é um pré-redutor bastante eficiente quando se deseja determinar Sb por geração de vapor, entretanto, em uma análise multielementar de As, Sb e Se, tal

procedimento não se mostra adequado, mesmo gerando boa sensibilidade para As e Se.

Entretanto, a pré-redução com HCl gerou ótimas recuperações para todos os analitos investigados neste mesmo material, na faixa de 90-99%. Portanto, esta última foi utilizada para a análise das amostras certificadas de biodiesel (NIST 2772 e 2773), com recuperações entre 109-114% para As e Se e 72-80% para Sb, assim como as análises das amostras de óleo cru e biodiesel.

Antes que as amostras de óleo cru e biodiesel fossem analisadas, um estudo foi realizado para verificar a influência causada pelo interferente Ni. Como o HCl vem sendo utilizado para minimizar as interferências causadas por este elemento e o meio empregado nas amostras era justamente HCl 8 mol L⁻¹, os testes foram feitos para esta mesma concentração de HCl anteriormente otimizada para a geração de vapor. Os resultados mostraram que o Ni, na relação 800x acima das concentrações dos analitos As, Sb e Se, não afetou significativamente os sinais analíticos. O que confirma o emprego do HCl em maiores concentrações na minimização dos efeitos causados pelo interferente Ni em análises de As, Se e Sb por HG-ICP OES.

Não foi detectada a presença de As, Sb e Se nas amostras de biodiesel, o que indica que a detecção destes elementos se dá quando uma possível contaminação ocorre com este combustível. Em contrapartida, o óleo cru apresentou concentrações a níveis de $\mu\text{g kg}^{-1}$, o que já era esperado, pois As e Se são elementos presentes neste tipo de amostra, indicando que podem ser utilizados em um estudo mais aprofundado de caracterização do óleo cru.

Os resultados obtidos para as recuperações de Sb tanto das amostras de biodiesel quanto as amostras de óleo cru comprovaram que o método proposto não é o mais eficiente para as quantificações de Sb, embora permita verificar as concentrações aproximadas deste elemento em uma análise multielementar.

Como não foi detectada a presença de As, Sb e Se nas amostras de biodiesel, reforça-se a vantagem do uso de biodiesel sobre os combustíveis derivados de petróleo, por ser uma alternativa mais limpa.