

4 Conclusões

Observando os estudos de estabilidade de As e Mn nos derivados de petróleo, pode-se verificar que a atenção à sua estabilização para uma determinação exata é mandatória. Na literatura existem trabalhos que apresentam a instabilidade de alguns elementos traço nessas e em outras matrizes orgânicas [37,38,40,42,43], o que sugere que a estabilização é necessária para todas as determinações de elementos traço nos mais diversos meios orgânicos.

Verificou-se que a formação de microemulsões preparadas com propan-1-ol e solução aquosa de HNO_3 para estabilização destas amostras é satisfatória por sua eficiência, simplicidade, rapidez e a adequação às tomadas em campo e às técnicas espectrométricas, podendo ser utilizadas de forma universal. Deve-se frizar que as amostras precisam ser estabilizadas no imediato momento da amostragem para que a quantificação seja exata e precisa.

Foi necessário o uso de métodos comparativos para avaliar a exatidão dos procedimentos desenvolvidos devido à ausência de materiais certificados de referência (CRMs) adequados. Tanto para o As quanto para o Mn, através de uma ferramenta estatística, ANOVA, pode-se verificar que as determinações realizadas pelo procedimento desenvolvido não apresentaram diferença estatisticamente significativa em relação às realizadas pelos métodos comparativos, indicando-se assim, a exatidão dos procedimentos desenvolvidos.

As principais vantagens dos procedimentos propostos para a determinação de As e Mn em diesel, gasolina e nafta são: pequenos fatores de diluição, não comprometendo os limites de detecção; a microemulsão é formada facilmente e estabiliza eficientemente as amostras; o uso de padrões orgânicos não é necessário, permitindo a calibração com padrões aquosos menos dispendiosos e mais disponíveis; e o uso de reagentes agressivos é evitado.

Assim, procedimentos analíticos exatos, precisos, simples, sensíveis e diretos para a determinação de As e Mn em diesel, gasolina e nafta por GF AAS, através da estabilização da amostra como microemulsão, foram desenvolvidos.

Em relação à determinação de Ni, Cu, Fe e V em petróleo através de sua introdução direta no forno de grafite, pela utilização de amostrador de sólidos, e detecção por espectrometria de absorção atômica, os procedimentos desenvolvidos mostraram-se possíveis e muito viáveis.

A boa repetitividade observada mesmo utilizando pequenas massas de amostra indica suficiente homogeneização das amostras após apenas agitação manual.

Vale lembrar que a preparação do modificador em meio de Triton X-100 é imprescindível para uma boa repetitividade.

A exatidão dos procedimentos propostos foi verificada pela determinação de Ni, Cu, Fe e V em materiais certificados (NIST 1634c e NIST 1085a) e óleos crus de referência (ASTM CO 0403, CO 0311 and CO 0504), nos quais os valores encontrados foram concordantes (ANOVA) com os de referência. Além disso, o procedimento proposto foi comparado com métodos independentes através de determinações dos elementos em amostras reais. Os resultados indicaram que não há diferença significativa (ANOVA) entre os valores obtidos pelo procedimento desenvolvido e pelos comparativos. Indicando-se, assim, boa exatidão do procedimento desenvolvido.

Este método pode ser estendido para outros analitos e outras matrizes altamente viscosas, podendo ser melhorados os LD's, quando necessário, pela utilização da linha de absorvância principal e de uma maior intensidade do campo magnético.

As principais vantagens deste procedimento desenvolvido para a determinação de Ni, Cu, Fe e V em petróleo são: dispensa qualquer tipo de pré-tratamento da amostra, como digestão, diluição por solvente orgânico e formação de emulsão, diminuindo assim riscos de perda e contaminação do analito; evita o uso de reagentes agressivos a saúde do homem e do meio ambiente, contribuindo com a “Química Verde”; permite calibração por curva de calibração aquosa com padrão inorgânico; é um método sensível, simples, rápido e de baixo custo.

Em anexo apresento os artigos publicados e um submetido referentes a esta tese.