

## 5 Conclusão

O emprego de micronebulizadores para análise elementar em amostras orgânicas através da técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado foi considerado satisfatório. O micronebulizador PFA-100 apresentou um desempenho analítico similar ao micronebulizador de fluxo paralelo Miramist. Porém o mesmo possui um maior risco de entupimento devido ao seu design, sendo as características da amostra, como teor de sólidos suspensos, o fator determinante para o emprego de um ou outro nebulizador na análise. A adição de oxigênio, proporcionou um ganho em relação à razão sinal / ruído para os elementos Ag, Al, B, Ba, Ca, Cr, Cu, Fe, Mn, Si, Ti, V devido à redução da radiação de fundo nas linhas de emissão desses elementos, enquanto os elementos P, Pb, Ni foram prejudicados possivelmente devido à incidência de bandas de emissão nas linhas desses analitos. Porém, a concordância percentual desses elementos para os valores do MRC NIST 1085b foram de 102; 93 e 98% respectivamente, o que indica que amostras que apresentem características semelhantes a este material de referência, podem ser analisadas pela metodologia proposta, fato que também é corroborado pelo teste t de *student*. A análise de óleos lubrificantes se mostrou promissora para avaliação da depreciação de equipamentos onde este é empregado, seja pelo desgaste dos componentes mecânicos do mesmo, ou pela precipitação de elementos presentes nos óleos lubrificantes na forma de fosfatos ou compostos refratários, sendo uma ferramenta promissora para a tomada de decisão em relação à manutenção dos equipamentos onde o mesmo é utilizado.

A metodologia proposta pela técnica de espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado e célula de reação dinâmica, tendo como gás de reação o metano, foi considerada satisfatória para análise de isótopos como  $^{52}\text{Cr}$  e  $^{56}\text{Fe}$ . Esses isótopos configuram um desafio interessante para a técnica de espectrometria de massas, uma vez que os mesmos sofrem sérias interferências de espécies como  $\text{ArC}^+$ ,  $\text{ArO}^+$ ,  $\text{CaO}^+$ , entre outras, o que frequentemente impossibilita o uso desta técnica para determinação desses elementos utilizando seus isótopos mais abundantes. Porém, elementos como Ca e Mg não apresentaram bons resultados pela análise do MRC NIST 1085b, estando

aproximadamente 20% acima do valor certificado. Para estes elementos, provavelmente uma otimização das condições operacionais da célula de reação dinâmica específica para a amostra, e não em uma solução de calibração, como feito neste trabalho, deva ser adotada, tendo em vista que a composição elementar pode ser diferente em cada amostra. Dessa forma, uma condição única dos parâmetros operacionais da célula para todas as amostras não deve ser adotada.

Os métodos propostos para análise elementar em amostras orgânicas por ICP OES e DRC-ICP-MS além de rápidos, foram exatos e precisos para os elementos Al, Ba, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb e V para ambas as técnicas e Ag, Ca, Mg, P, Si, Ti e Zn para a técnicas de ICP OES. Devido à facilidade de execução, os mesmos podem ser empregados em laboratórios que realizem análises elementares nessas matrizes em suas rotinas de trabalho.

A metodologia proposta pela técnica de DRC-ICP-MS possibilitou a determinação elementar em amostras de biodiesel para um número maior de elementos, em comparação ao método proposto por ICP OES, principalmente devido aos menores limites de detecção encontrados. Dessa forma, para uma avaliação da presença de elementos que não são contemplados pela legislação brasileira em amostras de biodiesel, essa metodologia é indicada, visto que a mesma é capaz de detectar a presença de elementos ao nível de traços, e mesmo que presente em baixas concentrações, o mapeamento desses elementos é importante devido a projeção de elevação do uso desse biocombustível.