

Desenvolvimento e validação de método voltamétrico para a determinação de chumbo em QAV microemulsionado.

Eliane Monsores Miguel^{1*} (PG), Wagner F. Pacheco² (PQ), Alessandra Licursi M. C. da Cunha¹ (PQ), Pécio M. Farias¹ (PQ), Ricardo Q. Aucélio¹ (PQ). *elianemonsores@gmail.com

¹ Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro- PUC-Rio – Rua Marquês de São Vicente, 225 - Gávea

² Universidade Federal Fluminense – UFF – Rua Miguel de Frias, 9, Icaraí - Niterói

Palavras Chave: Voltametria, QAV, chumbo e incerteza de medição.

Introdução

O chumbo é concentrado nas frações pesadas e nos resíduos durante a destilação do óleo bruto [1,2], apesar disso a sua presença tem sido detectada em várias frações mais leves, cujas fontes são a contaminação ou a inclusão proposital como aditivo. Vários aditivos são adicionados ao querosene de aviação (QAV), inclusive alquil-chumbos, para garantir as características de desempenho que visam inibir a formação de gomas, dissipar carga estática, servir como anti-detonantes, inibir corrosão, melhorar a lubrificidade e inibir a formação de gelo. Uma metodologia analítica foi desenvolvida visando determinar chumbo em QAV por voltametria de redissolução anódica com o eletrodo de filme de bismuto (BiFE). A metodologia foi otimizada visando medir o sinal do analito nas amostras de QAV em meio microemulsionado.

Resultados e Discussão

Os parâmetros experimentais foram ajustados de modo univariado, e o método validado por meio da obtenção dos parâmetros analíticos de mérito e por testes de recuperação. O limite de detecção (3sb/a) estimado encontrou-se na ordem de nmol L⁻¹. Os testes de recuperação em amostras fortificadas com Pb (tanto na forma inorgânica quanto na metalo-orgânica) indicaram valores recuperados entre 98 e 100%. Um estudo foi realizado para avaliar a magnitude das fontes de incerteza de medição voltamétrica de chumbo e o impacto de cada uma dessas fontes na incerteza combinada. Verificou-se que a contribuição relacionada com as soluções (padrões e amostras) foi a mais relevante, indicando a necessidade de se traçar novas estratégias de preparação de soluções e de adição das mesmas na cela eletroquímica (Tabela 1).

Tabela 1. Resumo das incertezas

Incerteza	Valor (mol L ⁻¹)
Repetitividade (u _r)	$1,43 \times 10^{-8}$
Reprodutibilidade (u _R)	$2,14 \times 10^{-8}$
Soluções críticas (u _s)	$4,33 \times 10^{-7}$
Curva de calibração (u _{curva})	$4,99 \times 10^{-8}$
Combinada (u _c)	$4,37 \times 10^{-7}$
Expandida (U) (K=2,95%)	$8,74 \times 10^{-7}$

Conclusões

Nos estudos de reprodutibilidade viu-se que o fator mais relevante para uma avaliação maior de sinal foi com a troca de microemulsão, enquanto que para a troca de analista, os resultados obtidos foram insignificantes em termos de reprodução dos resultados. 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 microemulsões. Essas recuperações foram confirmadas com método alternativo (ETAAS). 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.

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa concedida. A FINEP, FAPERJ E MCT.

¹ Sychra, V.; Lang, I.; Sebor, G. Analysis of petroleum products by atomic absorption spectroscopy and related techniques, Progress in analytical Atomic Spectrometry, **1981**, 342-402.

² Reyes, M. N. M., Estudos para a determinação de Ni e Pb em líquidos orgânicos estabilizados na forma de microemulsões por espectrometria de absorção atômica com forno de grafite. Dissertação de Mestrado. Puc-Rio, Rio de Janeiro, **2003**.