

Determinação de Chumbo e Ferro Total em Querosene de Aviação por Espectrometria de Absorção Atômica com Forno de Grafite e Injeção de Emulsão

Daniel M. Brum (PG)², Claudio F. Lima (PQ)², Teresa Cristina O. Fonseca (PQ)³, Ricardo J. Cassella (PQ)¹ (cassella@vm.uff.br)

1. Departamento de Química Analítica, Universidade Federal Fluminense, Niterói/RJ, 24020-141.

2. Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa/MG

3. CENPES, PETROBRAS

Palavras Chave: *metais, GFAAS, querosene de aviação, emulsão.*

Introdução

Nas determinações de metais em líquidos orgânicos, como o petróleo e seus derivados, as técnicas espectrométricas de absorção atômica com atomização eletrotérmica ET AAS são as mais exploradas, em especial a GF AAS, devido às suas altas seletividade e precisão. Além disso, são relativamente mais baratas quando comparadas com as técnicas de espectrometria de fluorescência, de massa e de ICP OES. Além dessas vantagens, a GFAAS é uma técnica muito sensível e consegue atingir limites de detecção comparáveis aos das técnicas mais sofisticadas. Esta última característica é fundamental para a determinação de metais em combustíveis e outros derivados de petróleo, visto que as concentrações de metais nessas matrizes podem atingir níveis de $\mu\text{g L}^{-1}$ ou ainda menores.

Este trabalho apresenta o desenvolvimento de uma metodologia para determinação de chumbo e ferro total em amostras de querosene da aviação, utilizando a técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Forno de Grafite, explorando a possibilidade de injeção das amostras sob a forma de emulsões contendo surfactante.

Resultados e Discussão

Um espectrômetro Varian modelo AA 240Z equipado com um forno de grafite Varian GTA 120 com correção de fundo por efeito Zeeman foi empregado em todos os experimentos. Foram avaliados três diferentes tubos de grafite: um tubo apenas com revestimento de grafite pirolítico, outro tubo particionado (a amostra fica confinada apenas na parte central do tubo) e o terceiro foi um tubo com plataforma de L'vov. Para a determinação de chumbo, paládio na concentração de 1000 mg L^{-1} foi empregado como modificador químico.

Todas as emulsões foram preparadas na proporção de 4 mL de QAv para 1 mL de solução contendo HNO_3 e Triton X-100. As estas emulsões foram adicionados 20 $\mu\text{g/L}$ de chumbo e ferro, preparados em hexano a partir de padrões organometálicos de cada um dos metais (Conostan). A estabilidade da

emulsão foi avaliada com a variação das concentrações de Triton X-100 e de HNO_3 . De acordo com os resultados obtidos pode verificar que a emulsão manteve-se estável durante todo o tempo de trabalho que foi de aproximadamente 6 horas. O Triton X-100 foi avaliado em diferentes concentrações (1,0; 3,0; 5,0 e 7,0% m/v). A solução contendo 7% m/v apresentou melhor sensibilidade analítica, e melhor repetibilidade.

A influência da concentração de HNO_3 também foi avaliada, entre 0 e 10% v/v, sendo observado um aumento da sensibilidade com o aumento da concentração de ácido. Sinais máximos foram obtidos para concentrações de 10% v/v. Em seguida os parâmetros relacionados ao programa de temperatura foram estudados. Uma temperatura de 250 °C foi usada na etapa de secagem da amostra, sendo que maiores sinais foram obtidos com rampas de aquecimento mais lentas.

Para determinação de chumbo foram testados como modificadores químicos paládio (1000 mg L^{-1}), irídio (modificador permanente) e foi realizado a determinação sem modificador. Os valores de absorção de fundo encontrados sempre estiveram dentro da faixa de trabalho do equipamento, e puderam ser perfeitamente corrigidos. Seis amostras reais de QAv foram analisadas pelo procedimento desenvolvido, apresentando recuperações que variaram entre 90 e 105%.

Conclusões

A metodologia desenvolvida apresentou sensibilidade adequada para a determinação de chumbo e ferro total em amostras de QAv empregando a técnica de injeção de emulsão.

Agradecimentos

FINEP/Petrobras, CAPES, CNPq, FAPEMIG