

# EXTRAÇÃO INDUZIDA POR QUEBRA DE EMULSÃO: UM ESTUDO SOBRE SUA EFICIÊNCIA PARA A EXTRAÇÃO DE METAIS EM ÓLEOS.

Daniel M. Brum (PG)<sup>2</sup>, Claudio F. Lima (PQ)<sup>2</sup>, Luis Fernando Silva Caldas (PG)<sup>1</sup>, Carlos Eduardo Rodrigues de Paula (PG)<sup>1</sup>, Ricardo J. Cassella (PQ)<sup>1</sup> ([cassella@vm.uff.br](mailto: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

Palavras Chave: *metais, GFAAS, líquidos orgânicos, emulsão.*

## Introdução

A determinação de metais em líquidos orgânicos não é tarefa das mais fáceis, e dentre as metodologias encontradas na literatura, muitas apresentam algumas limitações como, por exemplo, a necessidade de diluição das amostras e as interferências devido à matriz. Assim, fica claro que existe a necessidade de desenvolvimento de ferramentas analíticas adequadas para o controle de qualidade de líquidos orgânicos no que diz respeito à concentração de metais traço e ultra-traço.<sup>1</sup> O objetivo geral deste trabalho foi avaliar diferentes surfactantes (Triton X-100, Triton X-114, CTAB, CPC, SDS e Tween) e ácidos (HNO<sub>3</sub> e HCl) para a determinação de As, Cr, Cu, Mn, Pb e V em amostras de óleo após sua extração empregando uma nova técnica de separação/pré-concentração.

## 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. Para a determinação de chumbo e arsênio, paládio na concentração de 1000 mg L<sup>-1</sup> foi empregado como modificador químico. Para o desenvolvimento da metodologia foram adicionados ao óleo base mineral 50 µg L<sup>-1</sup> de As, Cr, Cu, Mn, Pb e V preparados em hexano a partir de padrões organometálico de cada um dos metais (Conostan). O processo a ser explorado é simples. Em um primeira etapa houve a formação da emulsão, que foi obtida pela agitação vigorosa da amostra (5 mL) com uma solução aquosa (1 mL) contendo o surfactante e o ácido. A emulsão formada é estável e permite a perfeita mistura da fase aquosa ácida com a fase orgânica (óleo mineral base). Neste estágio, ocorre a extração dos metais presentes no óleo, possivelmente devido à ação do ácido. Posteriormente, depois de decorridos alguns minutos, a emulsão obtida foi aquecida a uma temperatura de 90 °C, até que fosse quebrada, com a formação de duas fases distintas. Uma fase orgânica estável, contendo somente o óleo e uma fase aquosa ácida contendo os metais extraídos. Os surfactantes catiônicos escolhidos (CTAB e CPC) para o estudo não formaram emulsões

estáveis nas concentrações testadas. O Tween foi o surfactante que necessitou de um maior tempo para formação da emulsão (30 minutos em média) independentemente do ácido avaliado. Como era esperado, as emulsões com maiores concentrações de surfactantes foram sempre formadas em um menor tempo e, conseqüentemente, foi necessário um maior tempo para a quebra. Já com relação à concentração dos ácidos, as maiores concentrações avaliadas apresentaram menor tempo para a quebra das emulsões, exceto para o SDS onde foi observado o contrário. Independente do surfactante avaliado as emulsões formadas com HNO<sub>3</sub> apresentaram menor tempo de quebra em relação às emulsões formadas com HCl.

A extração não se mostrou eficiente para As apresentando baixos percentuais de extração tanto para HCl (< 40%) quanto para HNO<sub>3</sub> (< 60%). O SDS foi o que apresentou os menores percentuais de extração exceto para o Cr onde a solução do surfactante já apresentava sinal analítico para o mesmo. Na avaliação da natureza do surfactante o Triton X-100 e o Triton X-114 foram os mais eficientes. Durante a avaliação da natureza do ácido verificou-se que a extração do Cu, Cr e V com HNO<sub>3</sub> foi mais eficiente. Já em relação aos outros metais (Mn e Pb) a eficiência tanto do HCl como HNO<sub>3</sub> foram semelhantes. A variação da concentração do ácido na faixa estudada não apresentou diferença significativa nos percentuais de extração.

## Conclusões

Com exceção do As todos os analitos apresentaram bons percentuais de extração independentemente do ácido e do surfactante (exceto SDS) utilizado. A grande vantagem do procedimento proposto é o fato das medições serem feitas em meio aquoso, diminuindo as interferências de fundo observadas na aplicação da técnica de GFAAS para quantificação. Adicionalmente, possibilita a pré-concentração dos analitos, melhorando os limites de detecção e quantificação.

## Agradecimentos

FINEP/Petrobras, CAPES, CNPq, FAPEMIG.

<sup>1</sup> Cassella, R.J. ; Brum, D. M. ; de Paula, C. E. R. ; Lima, C. F. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, v. 25, p. 1704-1711, 2010.