

## 5 Conclusões

No presente trabalho foi desenvolvido um procedimento para a determinação de Ni e Pb em líquidos orgânicos por absorção atômica no forno de grafite a partir da formação de um sistema de três componentes (microemulsão).

As dificuldades na determinação de Ni e Pb a nível de  $\text{ng.mL}^{-1}$  em líquidos orgânicos são notórias. Perdas evidentes nos hidrocarbonetos que se encontram na faixa  $\text{C}_6 - \text{C}_{16}$  foram observadas inclusive na presença de substâncias contendo átomos de O, S e Br. Estas perdas estão relacionadas à adsorção dos analitos nas paredes dos recipientes usados para a análise conforme escrito em estudos anteriores<sup>59</sup>. No entanto, é possível que este efeito não seja observado, porém, possíveis erros sistemáticos poderiam ser observados nas determinações. Visando contornar estas dificuldades, surge a possibilidade da estabilização de metais traços através da formação de um sistema de três componentes (microemulsões).

A microemulsão de soluções orgânicas com o meio aquoso acidificado parece evitar o problema de adsorção. Possivelmente porque o  $\text{H}^+$  é preferencialmente adsorvido nas paredes do recipiente, fazendo que o metal permaneça em solução. Uma excelente estabilidade de pelo menos 10 dias foi observada para os diferentes meios orgânicos estudados na presença de microemulsões.

Curvas de pirólise e atomização foram construídas visando encontrar as temperaturas ótimas de pirólise e atomização com a variação da forma adicionada dos analitos estudados ( $\text{Ni}_{\text{aq}}$ ,  $\text{Ni}_{\text{Conostan}}$ ,  $\text{Pb}_{\text{aq}}$ ,  $\text{Pb}_{\text{Conostan}}$ ,  $\text{Pb}_{\text{CHB}}$ ) assim como, o uso de modificadores químicos (sem modificador,  $\text{Pd/Mg}(\text{NO}_3)_2$  e Ir). Para o Ni, uma pequena diferença de sensibilidade entre as formas orgânica e aquosa do metal sem o uso de modificador foi observada nas temperaturas ótimas de pirólise e atomização. Na presença do modificador ( $\text{Pd}+\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ ) houve um acréscimo ( $200^\circ\text{C}$ ) mas com o Ir como modificador permanente este

incremento é mais considerável (700°C) com relação a ausência de modificador. Já as temperaturas ótimas de atomização mostraram pequenas variações com o uso dos modificadores.

Com relação à calibração, as curvas analíticas aquosas de Ni e Pb mostraram-se muito diferentes daquelas feitas em meio orgânico e com formação de microemulsão. Para o Ni, não houve uma relação de proporcionalidade entre o tamanho da cadeia carbônica do líquido orgânico usado como meio e a sensibilidade relativa do sistema. A otimização da rampa de pirólise mostrou influência na sensibilidade de cada meio estudado. Com a rampa mais lenta obteve-se menor variação (65 – 70%) que com uma rampa mais rápida (64 – 89%). Já para o Pb apresentaram-se algumas pequenas diferenças em relação a uso de modificadores assim como à forma adicionada do metal. No conjunto dos sistemas estudados, as sensibilidades relativas à solução aquosa variaram de 74 a 89%, embora tenha ficado claro que a forma do analito exerce um papel significativamente maior sobre a variabilidade da sensibilidade do que a composição da solução orgânica.

Considerando os níveis de metais em amostras derivadas de petróleo ( $\text{ng.mL}^{-1}$ ), perdas por adsorção imediatas dificultam a determinação destes analitos, porém a quantificação exata deste tipo de amostra é difícil de ser realizada. Neste contexto, surgem as microemulsões, com a estabilização de amostras derivadas de petróleo e sua quantificação no forno de grafite, como um procedimento alternativo visando contornar as dificuldades já citadas. Com os resultados obtidos no presente trabalho, é possível aplicar a mesma metodologia para outras frações e elementos, visto que é um procedimento com grande sensibilidade e rápido.