

Desenvolvimento de Metodologia para digestão de amostras de óleo lubrificante assistido por radiação micro-ondas para determinação de metais por FAAS.

Beatriz Souza Bernardo
 Letícia Malta Costa

A utilização de óleos lubrificantes em partes mecânicas tem como objetivo principal a redução do atrito e diminuição do desgaste das peças. A maior parte dos óleos lubrificantes comerciais é derivada do petróleo, e contém hidrocarbonetos, oxigênio, nitrogênio, enxofre e metais em sua composição. O controle de qualidade dessa matriz é estratégico, tanto economicamente quanto ambientalmente¹.

Os procedimentos normatizados para análise de metais em óleos lubrificantes são baseados na determinação por espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado indutivamente (ICP AES), segundo as normas ASTM D4951 e ASTM D5185². O objetivo desse trabalho foi desenvolver uma metodologia analítica para a digestão de óleos lubrificantes assistido por radiação micro-ondas empregando ácido nítrico diluído para determinação de Ca, Mg e Zn por FAAS, para posterior comparação com os procedimentos normatizados.

Foi desenvolvido um planejamento fatorial fracionário 2^{4-1} com ponto central, para as digestões por micro-ondas, avaliando-se os seguintes parâmetros: concentração da mistura ácida, massa da amostra, tempo de pré-reação e tempo de programa no forno micro-ondas.

Pela análise dos gráficos de Pareto para cada elemento isoladamente, percebeu-se que para Magnésio as melhores condições foram obtidas para a maior concentração de mistura ácida e menor massa. Para Zinco, a menor massa foi significativa. Já para Cálcio, nenhuma variável analisada apresentou significância. Como resposta global das interações entre as variáveis, de acordo com a Figura 1, conclui-se que a única variável significativa para o método foi a massa, sendo essa o seu menor valor (0,100g).

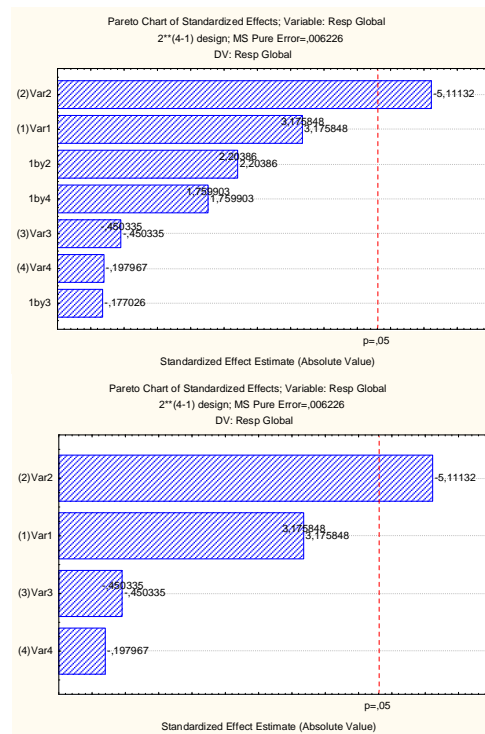


Figura 1: Gráficos de Pareto obtidos para resposta global.

Aplicou-se o método otimizado em uma amostra de lubrificante automotivo a fim de se comparar o resultado com o valor obtido usando-se a norma ASTM D4951.

	Ca/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Mg/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Zn/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
Norma	2050,6	10,2	997,8
Método	2142,7	12,9	1258,6

Tabela 1: Concentrações de Ca, Mg e Zn obtidos pelo método proposto e pela norma.

Os valores obtidos mostram que a metodologia proposta foi eficiente para a determinação de Ca, Mg e Zn na amostra de óleo lubrificante comercial. O método será aplicado em mais amostras a fim de se obter mais resultados comparativos.

¹Aucélio; R.Q. *et al.* Spectrochimica Acta Parte B 62 (2007), 952-961.

² <http://www.anp.gov.br>