

Análise cromatográfica (HPLC/IR) de complexo Pb-EDTA na avaliação de descontaminação de óleo isolante

Raíssa Pâmela Almeida¹ (IC), Flavio Soares Silva (PQ)¹

¹Universidade Federal de Itajubá. (UNIFEI)

Palavras-chave: Otimização, Cromatografia, Chumbo-EDTA. Óleo Mineral Isolante.

Introdução

O óleo mineral é frequentemente usado como isolante elétrico e tem a função de refrigeração em transformadores elétricos¹. Ele desempenha um papel crucial na operação desses dispositivos, garantindo que a eletricidade seja transmitida de forma segura e eficiente. Com o aquecimento, presença de oxigênio e água, os dispositivos metálicos podem ser oxidados e migrar para o óleo prejudicando sua função de isolamento elétrico, podendo causar explosão do equipamento causando enorme prejuízo (Figura 1)¹.



Figura 1 : Explosão de um transformador elétrico. Fonte: www.transproco.com

Com a oxidação de dispositivos metálicos presentes no transformador elétrico se faz necessário implantar métodos de análise destes contaminantes. O objetivo desta pesquisa foi implantar um método envolvendo cromatografia líquida de alta eficiência com detector de índice de refração para a detecção de chumbo utilizando solução complexante de EDTA como solução extratora em óleo isolante elétrico.

Metodologia

Primeiramente as amostras de óleo isolante novo (Nynas 4000A) foram colocadas em um balão de 100,00 mL. Em seguida, foram fortificadas com solução de chumbo em isopropanol na concentração de 10 mg L⁻¹. Amostras de óleo isolante novo foram utilizadas no estudo da seletividade do método analítico. Os ensaios utilizando cromatografia líquida de alta eficiência com detector de índice de refração (HPLC/IR) foram realizados nas

seguintes condições cromatográficas²:

Parâmetro	Valor
Volume de injeção (μL)	20,0
Coluna cromatográfica	C8 Zorbax, 75 x 4,6 mm x 3,5 μm
Vazão	0,5 ml min ⁻¹
Fase móvel	60% Acetonitrina: 40% H ₂ O
Temperatura	25 °C
Pressão	80 bar
Índice de Refração	Polaridade positiva

Resultados e discussão

Os resultados de seletividade utilizando o óleo isento de chumbo se mostraram adequados pois não houveram picos cromatográficos nos tempos de retenção dos analitos de interesse (Figura 2).

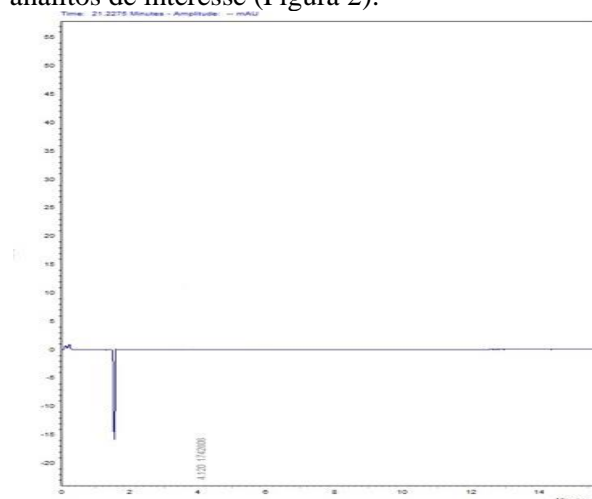


Figura 2 – Cromatograma obtido utilizando óleo isento de contaminação.

A injeção cromatográfica do padrão de chumbo alterou o índice de refração do detector gerando sinal analítico em 1,83 min e ótima simetria de pico 1,05³. O cromatograma

é apresentado na Figura 3

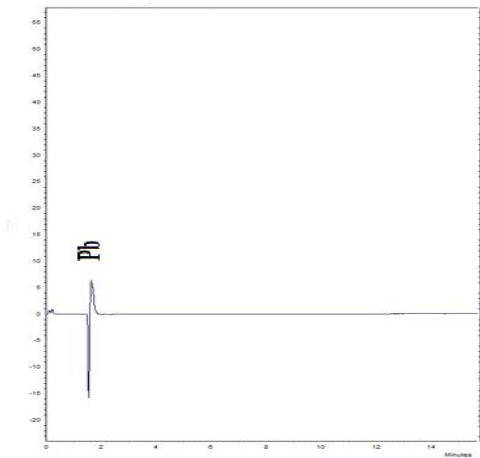


Figura 3 – Cromatograma no analito chumbo em HPLC/IR.

A molécula do complexante ácido etilenodiamintetracético apresentou tempo de retenção em 4,02 min e também adequada simetria de pico (1,02)³, apresentada na Figura 4.

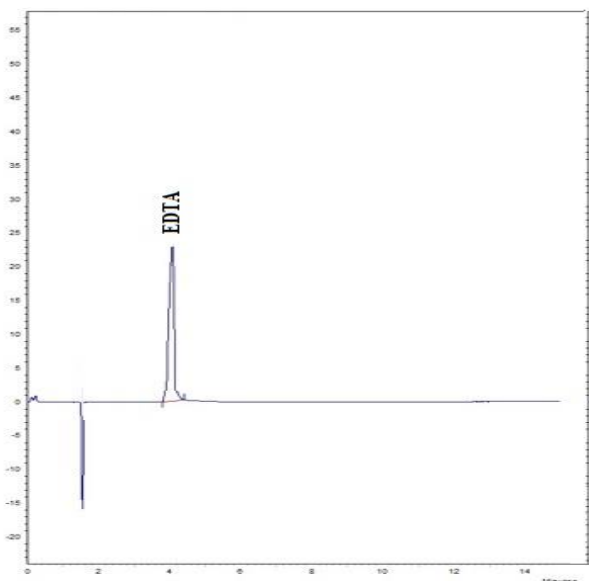


Figura 4 – Cromatograma de injeção do ácido etilenodiamintetracético (EDTA) em HPLC/IR.

O complexo de EDTA-Pb apresentou-se com excelente resposta analítica em concentrações de trabalho de 10 mg/L apresentando-se tempo de retenção de 9,86 min e boa simetria de pico 1,09 (Figura 5). Os sinais referentes aos íons chumbo e as moléculas de EDTA apresentaram respostas, devido ao equilíbrio de complexação que ocorre:

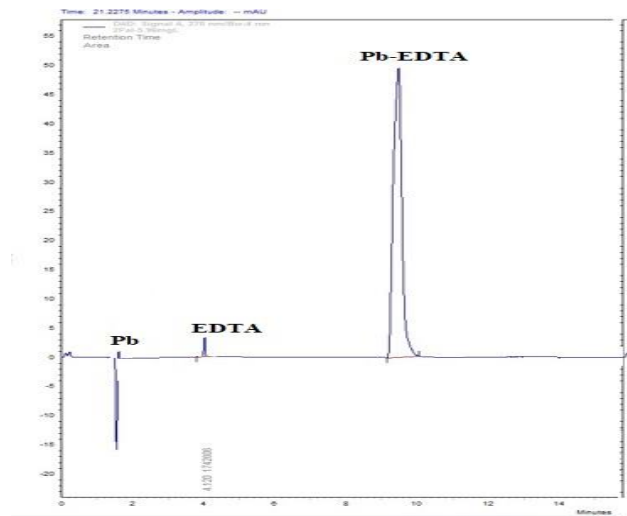


Figura 5 – Cromatograma referente ao equilíbrio de complexação entre chumbo e EDTA.

Os ensaios cromatográficos indicaram precisão (<7%) e exatidão (92-97%) adequadas para a utilização deste método para o monitoramento deste contaminante.

Conclusões

Conclui-se que o agente complexante EDTA é adequado para a complexação de chumbo e sua detecção cromatográfica é satisfatória com simetria dos picos, precisão e exatidão analítica.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao programa PIBIC da Universidade Federal de Itajubá pela bolsa de iniciação científica que possibilitou a realização desta pesquisa.

Referências

- 1- Disponível em <https://pefil.com.br/oleo-isolante-nynas-nytro-orion-ii/oleo-isolante-nynas-nytro-orion-ii/>. Acesso 17/09/2023.
- 2- Fang, Y.; Luo, Y.; Yu P. Determination of antioxidants in vegetable insulating oils by HPLC. J. Renewable Sustainable Energy 8, 033103 (2016).
- 3- Vrsaljko, D. Determination of phenol, m-cresol and o-cresol in transformer oil by HPLC method. Electric Power Systems Research. v. 93, p. 24-31, 2012.