

Determinação de elementos traço em óleo cru por ICP OES após dissolução ácida assistida por ultra-som

Roseli M. de Souza (PG)*, André L. Saraceno (IC), Carmem Lúcia P. da Silveira (PQ) e Ricardo Q. Aucélio (PQ)

Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), Rio de Janeiro, RJ 22453-900.

* E-mail: roselims@qui.puc-rio.br

Palavras Chave: Dissolução ácida, óleo cru, ICP OES

Introdução

A avaliação da concentração de elementos-traço presentes em óleo cru tem sido usada em interpretações geoquímicas relacionadas com maturidade térmica, correlação óleo-óleo e estudos de migração primária e secundária das jazidas. Essas informações são também importantes no que diz respeito ao refino do petróleo, ajudando a se traçar estratégias para prevenir contaminações dos derivados, corrosão de equipamentos e avaliação do potencial de contaminação ambiental. Riscos ambientais dependem diretamente da toxicidade e da concentração de cada metal no óleo cru que, na sua maior parte ocorrem na forma de compostos organometálicos. Devido à sua capacidade de detecção multielementar e aos baixos limites de detecção atingidos, ICP OES é uma técnica atrativa para determinação de elementos-traço em petróleo e derivados quando a introdução desse tipo de amostra no plasma é viabilizada. O objetivo desse trabalho foi o de desenvolver metodologia para determinar elementos-traço em óleo cru, utilizando um simples procedimento prévio de dissolução ácida assistida por ultra-som.

Resultados e Discussão

O método foi desenvolvido usando um espectrômetro de emissão atômica com fonte de ICP, Plasma P1000 da Perkin-Elmer. As medições foram realizadas com a potência de compromisso otimizada (1200 W) e tempo de integração de 100 ms. O sistema de introdução de amostra consistiu em um nebulizador concêntrico Meinhard K3 alimentado com bomba peristáltica (taxa de aspiração de 0,8 mL min⁻¹) acoplado a uma câmara de nebulização Scott Fassel. A vazão de Ar nas linhas do plasma, auxiliar e nebulizador foi 15,0; 1,0; 0,7 L min⁻¹ respectivamente. As linhas espectrais (nm) utilizadas foram Cr (267,7), Mo (202,0), Ti (337,3), V (292,4), Cd (228,8), Fe (238,2), Mn (257,6), Ni (231,6) e Zn (213,8). A preparação da amostra foi realizada por meio de uma dissolução com ácido nítrico concentrado em um banho ultrassônico USB 124(40 kHz). Esse procedimento permitiu a total dissolução do óleo em apenas alguns minutos, permitindo a

introdução da amostra no ICP e proporcionando sinais analíticos comparáveis aos obtidos com padrões aquosos.

Alguns fatores que afetam o desempenho da técnica de dissolução da amostra assistida por ultra-som (US) foram avaliados. Deste modo, um planejamento fatorial 2³ foi utilizado como estratégia multivariada para avaliação de efeitos das variáveis envolvidas no processo: tempo de aquecimento (20 min (-), 30 min (+)); tempo de exposição ao US (15 min (-), 20 min (+)) e concentração de HNO₃ (7M (-), 14 M (+)). A aplicação do planejamento fatorial mostrou que a concentração do ácido utilizado e o tempo de aquecimento são os dois fatores mais significantes para todos os analitos. A exposição ao ultra-som foi necessária para obtenção dos resultados satisfatórios, contudo, o tempo de exposição, mostrou-se insignificante.

Os limites de detecção (3Sb/m) obtidos foram: 0,005, 0,06, 0,01, 0,003, 0,03, 0,01, 0,002, 0,09, e 0,19 µg g⁻¹ e LOQs (10 Sb) de 0,01, 0,21, 0,04, 0,01, 0,1, 0,03, 0,008, 0,31 e 0,62 µg g⁻¹ calculados para Cr, Mo, Ti, V, Cd, Fe, Mn, Ni, e Zn respectivamente, para n=3. O método foi validado utilizando amostra de referência 1634c e amostras de petróleo enriquecidas com Conostan S-21. Recuperações entre 90 e 99 % foram obtidas. Precisão (RSD) variaram entre 1,7 e 9,5 % para todos elementos.

Conclusões

Sob condições otimizadas, recuperações quantitativas foram alcançadas para todos os metais e os resultados obtidos mostraram-se comparativos aos do método clássico de decomposição ácida por microondas. O método proposto mostrou-se adequado, e prático, proporcionando a obtenção, após sonicação, de soluções límpidas que puderam ser introduzidas diretamente no ICP e comparadas com padrões inorgânicos de calibração.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio do CNPq.

¹ Souza, R. M.; Silveira, C. L. P.; Aucélio, R. Q. *Anal. Sc.* **2004**, 20, 1.