

Aplicação do planejamento Box-Behnken na otimização de método para determinação de cromo em condensado de petróleo por GF AAS

Denilson Santana Sodré dos Santos (PG)*, Fábio Alan Carqueija Amorim (PG), Sérgio Luiz Costa Ferreira (PQ) e Maria das Graças Andrade Korn (PQ)* <denilson@ufba.br>

Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Grupo de Pesquisa em Química Analítica, Salvador – Bahia.

Palavras Chave: GF AAS, Determinação de cromo, condensado de petróleo.

Introdução

Técnicas multivariadas de planejamento de experimentos têm sido aplicadas na otimização de diversos métodos analíticos, inclusive naqueles baseados em espectrometria atômica. Neste trabalho o planejamento experimental tipo box-behnken envolvendo os fatores: temperatura de pirólise, tempo de pirólise e temperatura de atomização foi empregado na otimização do programa de aquecimento utilizado na determinação de cromo em condensado de petróleo utilizando micro-emulsões por GF AAS.

Resultados e Discussão

As micro-emulsões foram preparadas pela mistura de 3 mL de condensado de petróleo com 600 µL de solução de HNO₃ 0,1% e 5 mL de propanol, sendo a mistura aferida em balões volumétricos de 10 mL com este último. A mistura foi vigorosamente agitada para proporcionar a mistura dos componentes, resultando em uma solução transparente.

As temperaturas de pirólise e atomização variaram de 800 °C a 1200 °C e de 2300 °C a 2700 °C respectivamente, enquanto que o tempo de pirólise variou de 10 s a 20 s. A tabela 1 descreve os experimentos realizados, em ordem aleatória, considerando os valores reais e os codificados, e o sinal analítico para a determinação do cromo. Os dados experimentais foram processados utilizando-se o programa STATISTICA.

A equação seguinte ilustra as relações entre a temperatura de pirólise (P), temperatura de atomização (A), tempo de pirólise (PT) e sinal analítico (AS), considerando os valores codificados:

$$(AS) = 0.432 + 0.0050(P) - 0.023(P)^2 + 0.01123(PT) - 0.015(PT)^2 + 0.0552(A) - 0.030(A)^2 - 0.005((P) \times (A)) - 0.012 ((PT) \times (A))$$

A derivação dessa equação em função de (A), (P) e (PT) resulta em sistema de equação cuja resolução provê os seguintes valores críticos: 1002.34°C, 2680.33°C e 15.12 s respectivamente. Desta forma os valores ótimos de cada variável foram estabelecidos como: 15 s tempo de pirólise, 1000 °C para a temperatura de pirólise e 2680 °C

29ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

para a temperatura de atomização. O tempo e a temperatura de secagem foram otimizados experimentalmente para prover condições ótimas considerando o volume de 20 µL de amostra. O fluxo de gás e a etapa de limpeza foram estabelecidos de acordo com as recomendações do fabricante.

O método foi aplicado na determinação de cromo em amostras de condensado de petróleo coletados em diferentes navios no porto de Salvador, Ba, Brasil. Os resultados. Mostrados na forma da média de três replicatas, são mostrados na tabela 1.

A exatidão do método foi avaliada pela realização de testes de recuperação em amostras onde foram adicionadas diferentes concentrações de padrão organo-metálico de Cr. Os resultados são apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Concentração e teste de recuperação para a determinação de Cr (µg L⁻¹) em condensado de petróleo utilizando micro-emulsões.

Amostra	Concentração*	Adição (µg L ⁻¹)	Concentração total*	Recuperação (%)
Yan Shiu	3.14 ± 0.09	3.0	5.97 ± 0.11	97.2
		4.5	7.26 ± 0.16	95.0
		6.0	8.72 ± 0.08	95.4
Tosca	2.55 ± 0.01	3.0	6.07 ± 0.08	109.4
Broceceli	2.96 ± 0.01	3.0	5.57 ± 0.18	95.4
TVER	3.01 ± 0.02	3.0	6.29 ± 0.13	104.7

*média ± s.d.; n = 3.

O limite de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) obtidos foram 0,63 µg L⁻¹ e 2,09 µg L⁻¹ respectivamente. A sensibilidade, avaliada pela determinação da concentração característica baseada na respectiva curva analítica, foi de 0,20 µg L⁻¹. A precisão do método, calculada como o desvio padrão relativo de 15 medidas consecutivas de soluções contendo 3,0 e 9,0 µg L⁻¹ de cromo, foi de 4,5 e 3,1% respectivamente.

Conclusões

O método proposto é simples, sensível e eficiente podendo ser aplicado para determinação de Cr em condensado de petróleo.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

CNPq, CAPES e FINEP.