

Determinação de vanádio em derivados de petróleo usando GF AAS após estabilização das amostras como microemulsões.

Marcos de Almeida Bezerra^{1,2} (PQ), Aline Soares Freire¹ (IC), Eliane Padua Oliveira¹ (PG), Ricardo Erthal Santelli^{1*} (PQ), Maria de Fátima Batista Carvalho³ (PQ), Sérgio Mitihiro do Nascimento Maêda (IC), santelli@geoq.uff.br.

1 - Departamento de Geoquímica, Universidade Federal Fluminense, Outeiro São João Batista s/n, Centro, Niterói/RJ, 24020-150. 2 - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Rua José Moreira Sobrinho s/n, Jequiezinho, Jequié/BA, 45206-190. 3 - Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da PETROBRÁS, Avaliação e Monitoramento Ambiental, Av. Jequitibá, 950, Cidade Universitária, Rio de Janeiro/RJ, 21941-598

Palavras Chave: vanádio, microemulsões, derivados de petróleo, GF AAS.

Introdução

Metais em petróleo e derivados, mesmo em quantidades traço, catalisam reações de oxidação destes produtos comprometendo a sua qualidade final. Em relação ao vanádio, sabe-se que este metal causa envenenamento dos catalisadores e corrosão nos dutos durante o refinamento do petróleo. Além disso, os compostos de vanádio contribuem para a poluição ambiental e sua emissão durante a queima dos combustíveis deve ser avaliada devido aos seus efeitos maléficos à saúde humana¹.

No presente trabalho foi utilizado uma matriz Doehlert² no desenvolvimento de um método analítico para determinação de vanádio em derivados de petróleo (diesel, gasolina e condensado) por espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GF AAS) após preparo das amostras como microemulsões.

Resultados e Discussão

As microemulsões das amostras analisadas foram preparadas usando-se o ácido nítrico concentrado, o surfactante (Triton X100), a amostra de derivado e a água deionizada na proporção 1:1:2:6 respectivamente.

Uma matriz Doehlert para três variáveis foi usada na otimização do programa de temperatura para determinação do vanádio nas microemulsões. A superfície de resposta ajustada aos dados experimentais, mostrou que há um ponto de máximo na região estudada correspondente a temperatura de pirólise de 1100°C, temperatura de atomização de 2690°C e tempo de pirólise de 20 s.

Um estudo comparativo entre as inclinações das curvas analíticas feitas em diferentes meios (Tabela 1) mostrou que há diferenças entre as inclinações das curvas feitas em meio orgânico e aquoso. Porém não há diferença significativa entre as inclinações das curvas feitas por adição de padrão das diversas microemulsões das amostras entre si e da curva feita 30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

em ácido nítrico e surfactante. Desta forma, esta última foi escolhida para calibração.

Tabela 1. Comparação entre as inclinações das curvas analíticas para determinação de vanádio usando GF AAS

Sistema	Equação da curva analítica
Hexano (padrão orgânico)	$y = 0,00198 [V] - 0,0139$ ($R^2 = 0,9966$)
Aquoso	$y = 0,00292 [V] + 0,0034$ ($R^2 = 0,9997$)
Microemulsão de diesel	$y = 0,00139 [V] - 0,0120$ ($R^2 = 0,9987$)
Microemulsão de condensado	$y = 0,00142 [V] - 0,0085$ ($R^2 = 0,9959$)
Microemulsão de gasolina	$y = 0,00146 [V] - 0,0138$ ($R^2 = 0,9935$)
Triton X-100 e HNO ₃ (conc.)	$y = 0,00137 [V] - 0,0010$ ($R^2 = 0,9975$)

O método desenvolvido possibilita determinar vanádio com limite de detecção de 2,7 µg L⁻¹. A precisão (%RSD, n = 10) para 20 e 80 µg L⁻¹ foram respectivamente 6,4 e 2,9%. A exatidão foi avaliada por adição do metal às amostras analisadas e obtenção da recuperação. Recuperações entre 95 e 108% foram obtidas.

Conclusões

O método desenvolvido possibilita a determinação de vanádio em derivados de petróleo em concentrações traço. As microemulsões permitem o uso de padrões inorgânicos de V na etapa de calibração.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPERJ

¹ Reyes M.N.M.; Campos, R.C. Spectrochimica Acta B 60 (2006) 615.

² Ferreira SLC, dos Santos WNL, Quintella CM, Neto BB, Bosque-Sendra JM., TALANTA 63 (2004) 1067.