

## Otimização de método analítico para determinação de ferro em condensado de petróleo empregando ET AAS

Sérgio L. C. Ferreira <sup>1</sup>(PQ) \*, Marcelo Santiago Fernandes <sup>1</sup>(PG), Marcio das Virgens Rebouças<sup>2</sup>, Walter N. L. dos Santos <sup>1,3</sup>(PQ), Maria das Graças Andrade Korn<sup>1</sup>(PG) \* slcf@ufba.br

1 Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Salvador, Bahia, Brasil 40170-209.

2 Brasken, Unidade Insumos Básicos Camaçari, Bahia, Brazil 42810-000

3 Universidade Estadual da Bahia, Instituto de Química, Salvador, Bahia, Brasil 41195001.

Palavras Chave : Ferro, condensado de petróleo, Box-Behnken.

### Introdução

O condensado é uma fração do petróleo que substitui a nafta na produção de vários produtos petroquímicos. Este insumo tem um valor agregado menor, entretanto o teor de espécies metálicas é consideravelmente maior que na nafta.

Os metais em geral causam efeitos nocivos sobre os catalisadores da indústria do petróleo, notadamente, os catalisadores a base de platina ou paládio, reduzindo sua atividade e seletividade. As conseqüências associadas a esse tipo de problema estão relacionadas a uma perda muito grande tanto em produção quanto em dinheiro, devido ao grande custo envolvido na fabricação de catalisadores, e à expectativa de produção e lucratividade esperada ao adquirir este tipo de produto.

O ferro especificamente é um dos elementos responsáveis por problemas relacionados com reações oxidativas em misturas de hidrocarbonetos. Ele atua como catalisador nessas reações diminuindo a estabilidade térmica dos hidrocarbonetos e incapacitando-o para o uso como combustível.

Neste trabalho é proposto um método analítico visando à determinação de ferro em condensado de petróleo empregando a espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica (ET AAS). A determinação das condições experimentais do espectrômetro foi estabelecida usando técnicas multivariadas de planejamento experimental [1].

### Resultados e Discussão

Todos os experimentos foram feitos em espectrômetro de absorção atômica modelo Varian, Spectra AA 220Z.

A otimização das condições do método foi estabelecida em duas etapas. Primeiramente, um planejamento fatorial completo ( $2^3$ ) foi desenvolvido envolvendo as seguintes variáveis: tempo e temperatura de pirólise e temperatura de atomização. As condições experimentais para volume de amostra injetada, tempo e temperatura de secagem, fluxo de gás e etapa de limpeza foram fixadas conforme recomendação do fabricante do espectrômetro. Os

resultados deste experimento demonstraram que para os domínios experimentais estudados, o tempo de pirólise não tem efeito significativo, entretanto, as temperaturas de pirólise e de atomização têm efeitos significativos sobre o processo.

Então, um planejamento fatorial ( $3^2$ ) com os fatores temperatura de pirólise e temperatura de atomização foi realizado para a determinação das condições críticas destes fatores. Os experimentos envolveram variações de temperatura de pirólise de 800 a 1200 e de temperatura de atomização de 2000 a 2200 °C. Os resultados geraram um modelo quadrático, sem falta de ajuste, o qual exibiu uma condição de máximo sinal de absorvância para temperatura de pirólise de 1228 e 2093 °C.

Empregando as condições estabelecidas na etapa de otimização, o método apresenta uma curva de calibração para ferro em meio xileno (como microemulsão e padrão orgânico) com faixa linear de 0,05 a 50  $\mu\text{g L}^{-1}$ , e coeficiente de correlação de 0,9991. A precisão expressa como desvio padrão relativo foi 4,3 e 1,6% para concentrações de ferro de 5,0 e 50  $\mu\text{g L}^{-1}$ , respectivamente. Os limites de detecção e quantificação, calculados conforme IUPAC são 0,014 e 0,047  $\mu\text{g L}^{-1}$  e massa característica de 0.98 pg.

O método proposto foi aplicado para determinação de ferro em duas amostras de condensado. Os resultados foram  $60,31 \pm 2,80$  e  $324,10 \pm 9,44 \mu\text{g L}^{-1}$ . Testes de adição/recuperação foram desenvolvidos utilizando estas amostras. Os valores de recuperação estiveram em torno de 115%.

### Conclusões

O método proposto apresenta precisão e limite de quantificação compatíveis para a determinação de ferro em condensado de petróleo.

### Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES, CNPq, FAPESB e FINEP pelos auxílios financeiros.

[1] Ferreira, S. L. C.; Bruns, R. E.; Ferreira, H. S.; Matos, G. D.; David, J. M.; Brandão, G. C.; da Silva, E. G. P.; Portugal, L.A.; dos Reis P. S.; Souza, A. S. e dos Santos, W. N. L. *Analytica chimica Acta* **2007**, 597, 179.