

Determinação de As, Sb, Te e Pb em correntes aquosas e efluentes de refinaria de petróleo por ETV-ICP-MS

Anderson S. Ribeiro* (PQ), Cibele M. S. de Almeida (PG) e Norbert Miekeley (PQ).

*andersonsr@esp.puc-rio.br

Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Centro Técnico-Científico, Departamento de Química
Rua Marquês de São Vicente, 225 – Gávea – Rio de Janeiro, RJ, 22453-900

Palavras Chave: metais traço, refinaria de petróleo, ETV-ICP-MS.

Introdução

Durante o processamento do petróleo nas refinarias, além dos vários produtos e subprodutos que são extraídos, obtêm-se uma grande carga de efluentes líquidos aquosos que são carregados de inúmeros compostos tóxicos, como por exemplo, os metais pesados. A caracterização desses resíduos é fundamental na orientação do seu tratamento e descarte. A planta industrial de uma refinaria fornece diferentes pontos de descartes de frações líquidas, os quais podem diferenciar significativamente na sua composição entre esses pontos. Dessa forma, um monitoramento minucioso de cada ponto permite detectar os locais exatos onde as contaminações desses compostos são mais pronunciadas, auxiliando na tomada de decisões para minimizar o impacto ambiental da refinaria de petróleo.

Neste trabalho é apresentado uma metodologia para o monitoramento de As, Sb, Te e Pb em amostras de correntes aquosas e efluentes providas da refinaria de petróleo Revap de São José dos Campos (SP). Devido a complexidade da matriz e do alto teor de matéria orgânica, a técnica escolhida para as determinações foi a ETV-ICP-MS, pois a vaporização eletrotérmica permite uma análise direta da amostra, com elevada sensibilidade, sem comprometer o funcionamento do instrumento.

Resultados e Discussão

Os parâmetros operacionais do ETV-ICP-MS como potência do plasma (1300 W), gás carreador (1,3 L/min) e programa de temperatura/tempo do vaporizador eletrotérmico (pirólise: 300°C e vaporização: 2400°C) foram otimizados utilizando padrões aquosos e uma amostra real (água ácida com elevado teor de H₂S e NH₃). O Pd foi escolhido como modificador/carreador e uma massa de 2,5 µg já foi suficiente para estabilizar todos os analitos estudados.

Após a completa otimização, a metodologia desenvolvida foi avaliada pela análise de uma amostra aquosa, supostamente sendo uma das mais complexas (a mesma empregada na otimização da metodologia proposta) utilizando o método de adição e recuperação, fazendo uso da 31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

calibração convencional com padrões aquosos na faixa de 1 a 100 µg/L para todos os analitos. Os parâmetros de mérito estão apresentados na Tabela 1, onde pode ser observado que foram obtidos ótimos coeficientes de correlação linear (R) com excelentes limites de detecção (LD), adequados para as amostras que se pretende analisar. Os resultados da análise da amostra estão apresentados na Tabela 2. De um modo geral, os resultados de recuperação foram satisfatórios, exceto para adição de 10 ppb para o Pb que ficou abaixo dos 80%, sendo que as demais tiveram uma recuperação média de 105%, e o desvio padrão relativo médio foi de 11,8%.

Tabela 1. Parâmetros de mérito para a metodologia proposta.

	⁷⁵ As	¹²¹ Sb	¹³⁰ Te	²⁰⁸ Pb
Inclinação (L/µg)	2,7x10 ₃	1,2x10 ₄	5,9x10 ₃	4,0x10 ₄
R	0,9999	0,9990	0,9998	0,9993
LD (µg/L)	0,02	0,02	0,04	0,4

Tabela 2. Recuperação da adição de As, Sb, Te e Pb em uma amostra de corrente aquosa da refinaria de petróleo.

Adicionad o (µg/L)	Encontrado (µg/L)			
	As	Sb	Te	Pb
0	0,28 ± 0,05	0,17 ± 0,02	1,0 ± 0,3	1,3 ± 0,6
5	6,2 ± 0,3	5,8 ± 0,4	7,2 ± 0,4	5,4 ± 0,6
10	11,9 ± 0,1	11,4 ± 0,3	10,3 ± 0,6	8,2 ± 0,5
25	28,0 ± 0,9	26,8 ± 0,3	25,0 ± 1,5	21,2 ± 0,6

Conclusões

Ficou demonstrado que a metodologia desenvolvida permite a determinação direta de As, Sb, Te e Pb em amostras de correntes aquosas e efluentes de refinaria de petróleo por ETV-ICP-MS. Certamente, outras amostras de diferentes pontos da refinaria devem ser testadas para checar a confiabilidade do método proposto nas diferentes matrizes, além de buscar estender o estudo para outros elementos como, por exemplo, o Se.

Agradecimentos

CNPq e Petrobrás.