

OTIMIZAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DE SULFETO EM MATRIZES AQUOSAS DA INDÚSTRIA DO PETRÓLEO

*Alexandra S. Carvalho² (PG), Djane S. Jesus¹ (PQ), Paulo F. Almeida² (PQ), Rogeria C. Almeida² (PQ), Francisco José B. Duarte¹ (PG), Ivanice S. Ferreira² (IC) e Munique D. Barreto² (IC) ascvida@yahoo.com

1-Centro Federal de Educação Tecnológica da Bahia- CEFET-BA, 2-Instituto de Ciências da Saúde-Universidade Federal da Bahia-UFBA

Palavras Chave: Otimização multivariada, Sulfeto de hidrogênio, Petróleo, Biossulfetogênese

Introdução

A necessidade de determinação de sulfeto em águas utilizadas no processo de produção de petróleo vem crescendo de forma considerável, principalmente, no que se refere à saúde humana e a análise ambiental. Neste trabalho foi otimizado o método para determinação de sulfeto como azul de metileno. O método baseia-se na reação entre sulfeto de hidrogênio e N,N'-dimetil-parafenilenodiamino na presença de cloreto férrico com formação de azul de metileno. A otimização das variáveis experimentais envolvidas no processo foi executada usando-se planejamento fatorial de dois níveis e metodologia de superfície de resposta composto central. As variáveis: acidez reacional (Ar), volume de amostra (VA), volume de cloreto férrico (VFe) e temperatura (T) foram escolhidas como fatores na otimização. O sistema otimizado foi aplicado para determinação de sulfeto gerado por bactérias redutoras de sulfato (BRS) em amostras de águas utilizadas no processo de produção de petróleo.

Resultados e Discussão

Os resultados do planejamento fatorial de dois níveis 2^4 com 16 experimentos e 03 pontos centrais, foram avaliados através de Análise de Variância (ANOVA) demonstrando que todas as variáveis e suas interações Ar-VA, Ar-T, VA-T, VFe-T e VA-VFe são estatisticamente significativas. O planejamento composto central foi aplicado e encontraram-se as condições ótimas para determinação de sulfeto (Tabela 1). A robustez do método foi avaliada através de planejamento fatorial fracionário 2^{4-1} , centrados nas condições experimentais estabelecidas na otimização do método.

Os resultados demonstram que o processo é robusto para a variação de $\pm 10\%$ para as quatro variáveis otimizadas. O método proposto foi validado através de suas figuras de mérito. A figura 1 apresenta a superfície de resposta gerada na otimização do sistema.

Tabela 1. Valores críticos para otimização pelo planejamento composto central

Variáveis	Otimização
Acidez	6,0
Volume da amostra	3,0 mL
Volume de FeCl ₃	0,2 mL
Temperatura	30°C

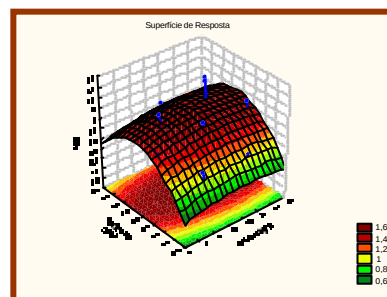


Figura 1. Superfície gerada na otimização do sistema

Conclusões

A otimização multivariada utilizando planejamento fatorial de dois níveis e matriz composto central permitiu uma otimização racional do sistema proposto, possibilitando a realização de um número menor de experimentos, economizando tempo e reagentes, além de gerar informações sobre os efeitos das variáveis e suas interações. O método proposto permitiu avaliar o teor de sulfeto em águas utilizadas no processo de produção de petróleo

Agradecimentos

CEFET-BA, IQ-UFBA, LABEM/UFBA e FAPESB.

[1] Carvalho, A.S. Dissertação (Mestrado em Química Analítica), Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, (2007).

[2] Bezerra, M.A. Dissertação (Mestrado em Química Analítica) (2003).

[3] Almeida, P.F et al. Research Signpost, 661(2005) 695.

