

Determinação de enxofre em gasolina por ICP OES após preparo das amostras como emulsões.

Aline S. Freire¹ (IC), Eliane P. Oliveira¹ (PG), Ricardo E. Santelli^{1*} (PQ), Marcos A. Bezerra^{1,2} (PQ), Joana Paula M. Carletto¹ (IC), Maria de Fátima B. de Carvalho³ (PQ). santelli@geoq.uff.br

1 - Departamento de Geoquímica, Universidade Federal Fluminense, Outeiro São João Batista s/n, Centro, Niterói/RJ, 24020-150. 2 – PETROBRAS/CENPES/CLARA, Av. Horácio Macedo, 950, Cidade Universitária, Rio de Janeiro/RJ, 21941-598. 3 - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Rua José Moreira Sobrinho s/n, Jequiezinho, Jequié/BA, 45206-190.

Palavras Chave: Enxofre, emulsões, gasolina, ICP OES, otimização multivariada.

Introdução

A quantificação de enxofre em combustíveis é de grande interesse econômico e ambiental devido à ação corrosiva de seus compostos e à formação de gases tóxicos como o SO₂ e o SO₃, durante a combustão dos produtos. Atualmente os órgãos governamentais vêm exigindo a redução do enxofre emitido na atmosfera pela queima de combustíveis fósseis. Este fato aumenta a necessidade de desenvolver métodos rápidos, exatos e com sensibilidade suficiente para análise de rotina destas amostras¹.

No presente trabalho foi utilizada metodologia multivariada no desenvolvimento de um procedimento analítico para determinação de enxofre em gasolina por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) com visão radial após preparo das amostras como emulsões.

Resultados e Discussão

As emulsões foram preparadas por adição de 0,25 mL de HNO₃ concentrado à 0,35 mL da amostra (pesada em balança analítica) e submissão ao ultrassom por 10 minutos. Após, foi adicionado 0,5 mL do surfactante (Triton X-100, 10% v/v), e a quantidade de água desionizada suficiente para completar 5 mL e novamente submissão ao banho de ultrassom por 40 min. O efeito da concentração do Triton X-100 não foi avaliado.

Para evitar depósitos de carbono na tocha decorrente da queima incompleta do material orgânico, uma corrente de O₂ com vazão de 0,035 L min⁻¹ foi introduzida no plasma, via gás auxiliar, e a potência aplicada foi de 1200 W.

Uma matriz Doehlert para três variáveis foi usada na otimização das vazões de (gás do plasma e *sheat gas*) e do oxigênio. Como resposta analítica, foi utilizada a razão sinal analítico/sinal de fundo.

Os resultados mostraram que o aumento da vazão do "sheat gas" tem o maior efeito significativo na melhoria da resposta. Foi observado também

que, no intervalo experimental estudado, a vazão do gás do plasma não apresentou nenhum efeito e a vazão do O₂ no seu menor nível já é o suficiente para diminuir o fundo e evitar o depósito de fuligem na tocha.

O método desenvolvido possibilita determinar enxofre com limite de detecção de 0,72 µg g⁻¹ e limite de quantificação de 2,4 µg g⁻¹. A precisão (%RSD, n = 10) para 20 µg mL⁻¹ foi igual a 1,3%. A exatidão foi avaliada por análise do material de referência certificado NIST 2298, Sulfur in gasoline.

Tabela 1. Determinação de enxofre em material de referência certificado de gasolina (N = 3). Valores em µg g⁻¹.

Amostra	Valor certificado	Valor encontrado*
NIST 2298	4,7 ± 1,3	5,1 ± 0,5

Conclusões

O procedimento analítico desenvolvido permite a determinação de enxofre de forma eficiente e rápida pela introdução direta das amostras no plasma na forma de emulsões. A vida útil da tocha não foi determinada, visto que a mesma não sofreu qualquer efeito danoso durante a realização deste trabalho, com o uso de emulsões e adição de oxigênio ao gás auxiliar.

Os resultados obtidos pela análise de material de referência certificado mostram que o procedimento apresenta exatidão e sensibilidade suficiente para determinação de enxofre em gasolina, já que o CONAMA estabeleceu que gasolinas devem possuir teores de enxofre abaixo de 50 mg kg⁻¹. Diversas amostras comerciais de gasolina (premium, aditivada e comum) foram analisadas e os teores de enxofre situaram-se entre 72 e 8680 mg kg⁻¹, onde se verifica que todas as amostras possuem teor de enxofre acima do permitido a partir deste ano.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPERJ

¹ Werston, K.C., Hilligoss, D.R. Atomic spectrometry **2001**, 22, 244