

Determinação de arsênio, manganês e vanádio em efluentes hídricos de refinaria de petróleo empregando ICP–MS

Daniela S. Anunciação¹(PG), Samuel M. Macedo¹(PG), Raildo M. de Jesus^{1,2}(PG), Joana A. de A. Amaro³(PQ), Antonio C. S. Costa¹(PQ), Sérgio L. C. Ferreira¹(PQ)*, sicf@ufba.br

1 - Universidade Federal da Bahia – Instituto de Química, Campus Universitário de Ondina, Salvador-BA.

2 - Universidade Estadual de Santa Cruz – Departamento de Ciências Exatas e Tecnológicas, Ilhéus-BA.

3 - Petróleo Brasileiro S/A – Petrobras

Palavras Chave: efluentes, As, Mn, V, ICP-MS

Introdução

A espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) tem sido empregada para análise direta de amostras de águas devido à alta sensibilidade e baixos limites de detecção suficientes para permitir determinações multi-elementares, a exemplo de As, V, Al, Cr, Mn, Cu, Zn, e Ba¹.

A atividade de refino de petróleo faz uso de grande quantidade de água que, ao final do processo, apresenta em sua composição diversos metais tóxicos e outras substâncias. O descarte desses efluentes em diversos corpos receptores tem provocado uma série de problemas ambientais.

O presente trabalho visou à determinação de As, Mn e V em amostras de efluente hídrico de refinaria de petróleo por meio da espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS).

Resultados e Discussão

Foram coletadas 5 amostras de efluente hídrico de 3 pontos distintos de uma refinaria local. As amostras foram armazenadas sob refrigeração (4°C) sem tratamento prévio. Para determinação do teor de Cl⁻ as amostras foram tituladas. Com base nas concentrações de Cl⁻, houve a diluição das mesmas com HNO₃ suprapuro (MERCK) a 2 % e posterior análise por ICP-MS (Thermo Scientific X-Series).

Tabela 1. Parâmetros instrumentais.

Cone e skimmer	níquel
Potência RF	1200W
Vazão gás nebulização	0,89 L min ⁻¹

As inclinações das curvas analíticas obtidas com a técnica de adição de analito para V, Mn e As foram comparadas com as curvas obtidas através da técnica de calibração externa com padrões aquosos e os resultados demonstraram que não houve interferência dos componentes da matriz. Dessa forma é possível utilizar curvas de calibração externa com padrões aquosos para a determinação de As, Mn e V por análise direta de amostras de efluente hídrico.

Os limites de detecção e quantificação para As, Mn e V estão apresentados na Tabela 1. Os valores de desvio padrão relativo (RSD%) para os três analitos foram sempre menores que 6 %.

A exatidão do método foi avaliada mediante análise de um material de referência certificado de água (NIST 1643d). O método de regressão linear foi aplicado nos resultados e não houve diferença significativa entre os valores, certificado e determinado pelo método proposto (Tabela 1).

Tabela 1. Concentrações de Mn, V e As em efluentes líquidos de refino de petróleo.

Amostra	⁵⁵ Mn	⁵¹ V	⁷⁵ As
	µg L ⁻¹	µg L ⁻¹	µg L ⁻¹
1	133 ± 10	13,0 ± 2,1	8,9 ± 0,4
2	3,0 ± 0,4	66,8 ± 4,4	28,2 ± 3,3
3	52,2 ± 2,1	67,3 ± 6,9	24,8 ± 3,7
4	100 ± 10	11,3 ± 1,8	9,4 ± 1,0
5	183 ± 5	4,4 ± 0,4	<LQ
CRM	35,4 ± 1,5	35,1 ± 0,9	56,2 ± 1,7
CRM valor certificado	37,66 ± 0,83	35,1 ± 1,4	56,02 ± 0,73
LD (µg L ⁻¹)	1,2	0,043	0,041
LQ (µg L ⁻¹)	4,2	0,145	0,136

Conclusões

O procedimento aplicado permitiu a determinação de As, Mn e V sem qualquer tratamento das amostras.

Esses dados são importantes para a avaliação de possíveis impactos ambientais de elementos presentes em efluentes hídricos de refino de petróleo, embora suas concentrações tenham sido abaixo dos limites estabelecidos pelo CONAMA.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, Pronex e Petrobras.

¹ Menegário, A. A.; Giné, M. F. Quim. Nova, 21 (4), 1998