

# Avaliação de parâmetros para digestão de óleo cru em forno de alta pressão (HPA) com ácido diluído para a determinação simultânea de Co, Cu, Pb e Si por SIMAAS

Maciel Santos Luz\* (PG), Valeska Meirelles Sousa (PG) e Pedro V. Oliveira (PQ)

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, CP 26077, 05508-000 São Paulo-SP \*maciel@iq.usp.br

Palavras chave: carbono residual, óleo cru, Co, Cu, Pb e Si

## Introdução

O preparo de amostras orgânicas via digestão ácida envolve o uso de agentes oxidantes, como peróxido de hidrogênio e ácidos minerais concentrados, combinado com aquecimento e altas pressões. Recentemente, o uso desses mesmos reagentes diluídos tem gerado digeridos com baixo nível de carbono residual e excelente desempenho na análise elementar por diferentes métodos analíticos<sup>1</sup>. Algumas características favoráveis da digestão de amostras com ácidos diluídos são: baixos valores do branco e desvios padrões; redução de interferências de transporte; minimização de ataques químicos a partes do equipamento, tais como, nebulizador, câmara de expansão, tocha (ICP) e tubo de grafite (GF AAS). Adicionalmente, o uso de ácidos diluídos aumenta a detectabilidade dos analitos, visto que o digerido final não necessita de altas diluições antes da análise. O uso de ácidos diluídos tem se mostrado muito eficiente em sistemas com frasco fechado e aquecimento assistido por micro-ondas. No entanto, não há uma avaliação da eficiência de digestão em sistemas com frasco fechado e aquecimento resistivo. Sendo assim, o objetivo desse trabalho foi avaliar, sistematicamente, a eficiência de digestão de óleo cru em diferentes condições de temperatura, tempo e acidez em um forno de alta pressão e aquecimento resistivo.

## Resultados e Discussão

Foi utilizado um forno de alta temperatura e pressão (HPA-S, Anton Paar), com frascos de quartzo e sistema de pressurização com nitrogênio (130 bar). Para digestão de uma massa de óleo cru de 100 mg foram avaliados os seguintes parâmetros: concentração de HNO<sub>3</sub> (1,2; 2,3; 4,7 e 9,3 mol L<sup>-1</sup>); tempo (80 e 120 min) e temperatura (240 e 300 °C). Em todos os casos manteve-se constante um volume de 1,0 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% v/v). Após a digestão, as amostras foram diluídas para 10 mL com água ultrapura. O teor de carbono residual foi determinado por ICP OES (iCAP 6300, Thermo) utilizando padrão de uréia para confecção da curva de calibração, conforme método proposto na literatura<sup>2</sup>. Os elementos Co, Cu, Pb e Si foram determinados simultaneamente em todos os digeridos por espectrometria de absorção atômica

com forno de grafite e detecção simultânea (SIMAA 6000, PerkinElmer). Testes de adição e recuperação foram realizados para avaliar a influência do carbono e concentração ácida residual na determinação dos elementos de interesse. As porcentagens de carbono residual foram menores (5,5-8,4% m/m) para maiores temperatura/tempo utilizados no programa de aquecimento (300°C/120 min). Para menores temperaturas observaram-se maiores teores de carbono residual (13,3-17,4% m/m). As piores recuperações dos elementos de interesse foram obtidas quando maiores concentrações ácidas foram utilizadas na digestão. No geral, o elemento Si foi o mais afetado quando menores temperaturas (240°C) foram utilizadas no programa de aquecimento (59-92%). Os demais elementos tiveram recuperações variadas. Na Tabela 1 estão apresentados os resultados obtidos para a melhor condição de trabalho (1 mL HNO<sub>3</sub> + 1 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + 4 mL H<sub>2</sub>O / 300°C / 100 min).

Tabela 1. Resultados da análise de óleo cru

Elemento	Conc. (µg/L)	Adição	Rec. (%)
Co	<LD	20	110
Cu	<LD	20	101
Pb	<LD	20	95
Si	1326±56	200	105

LD: Co=0,6 µg L<sup>-1</sup>; Cu=1,0 µg L<sup>-1</sup>; Pb=0,8 µg L<sup>-1</sup> e Si=20,6 µg L<sup>-1</sup>

## Conclusões

Os resultados mostraram que o teor de carbono residual não influencia a determinação simultânea dos elementos por GF AAS. Diferentemente de resultados reportados na literatura, aparentemente a digestão com ácido diluído no HPA não segue o mesmo comportamento daqueles observados para aquecimento por micro-ondas. Os resultados mostraram forte dependência dos parâmetros temperatura/tempo na eficiência de digestão do óleo cru em fornos HPA.

## Agradecimentos

CAPES – CNPQ – FAPESP – INCTAA – IQ USP

<sup>1</sup> Bizzi, A.; Flores, E. M. M.; Picoloto, R. S.; Barinb, J. S.; Nobrega, J. A. Anal. Methods, **2010**, 734–738.

<sup>2</sup> Gouveia, S. T.; Silva, F. V.; Costa, L. M.; Nogueira, J. A., Anal. Chim. Acta. **2001**, 445, 269–275.