

VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA ANALÍTICA PARA A DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE ENXOFRE EM ÓLEOS LUBRIFICANTES

Josilma Fatima Fontana¹, Antônio Augusto Ulson de Souza (Orientador)², Selene Maria de Arruda Guelli Ulson de Souza (Coorientadora)³

Bolsista PRH-009 PFRH, josifontana82@hotmail.com,¹ Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos, Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina^{1,2,3}.

RESUMO

MOTIVAÇÃO: As buscas por combustíveis de melhor qualidade e menos danosos ao meio ambiente têm conduzido as agências de proteção ambiental a tornar mais rígidas as especificações de derivados de petróleo. O interesse em melhorar a qualidade de lubrificantes tem promovido o desenvolvimento e a formulação de novos processos.

OBJETIVO: O objetivo deste trabalho consiste em validar uma metodologia para a determinação da concentração de enxofre, na forma de dibenzotiofeno (DBT), presente em óleo lubrificante sintético, baseada nas normas CGCRE-08 (INMETRO:2003), Guia EURACHEM versão Brasileira, ISO/IEC 17025 e também no guia para validação de métodos analíticos e bioanalíticos nº899.

APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DO PETRÓLEO: Os compostos orgânicos contendo enxofre constituem uma pequena, mas importante fração desses combustíveis, e devido a sua difícil biodegradabilidade, são considerados compostos recalcitrantes. A presença deste elemento não só contribui para a corrosão de dutos e outros equipamentos da refinaria, mas também, quando da combustão desses produtos, libera-se dióxido de enxofre (SO₂), um dos principais poluentes atmosféricos que é responsável pelas chuvas ácidas. Minimizar a quantidade de enxofre presente em óleos lubrificantes se torna imprescindível, e métodos devem ser desenvolvidos a fim de contornar esse problema.

RESULTADOS OBTIDOS: O método analítico foi validado no cromatógrafo gasoso da marca Shimadzu, modelo GC- 17-A com um detector de ionização por chama e um auto-injetor Shimadzu AOC-5000. Foi utilizada uma coluna apolar de composição 5% fenil-metil polisiloxane (DB-5) da marca J&W Scientific com 30 metros de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 µL de espessura do filme. As temperaturas utilizadas no detector (FID) e no forno foram de 50 °C para 250 °C a 8 °C/min, respectivamente. Injetou-se no modo Split e, como gás de arraste, foi utilizado o nitrogênio, gás combustível hidrogênio e como comburente, o oxigênio. Para diminuir o erro de análise utilizou-se o método do padrão interno (PI), sendo o tetrahidronaftaleno (THF) o composto escolhido como padrão. Para confirmar a validade do método proposto foram avaliados os seguintes parâmetros: seletividade, limite de detecção e quantificação, linearidade, precisão, exatidão, sensibilidade e recuperação. A metodologia proposta neste trabalho mostrou-se seletiva, precisa, exata e específica na faixa de trabalho, sendo adequada para determinar a concentração de dibenzotiofeno em óleo lubrificante sintético.

Figura 1 – Cromatograma obtido através da injeção da matriz isenta de dibenzotiofeno (cromatograma superior) e cromatograma fortificado com o composto de enxofre (cromatograma inferior)

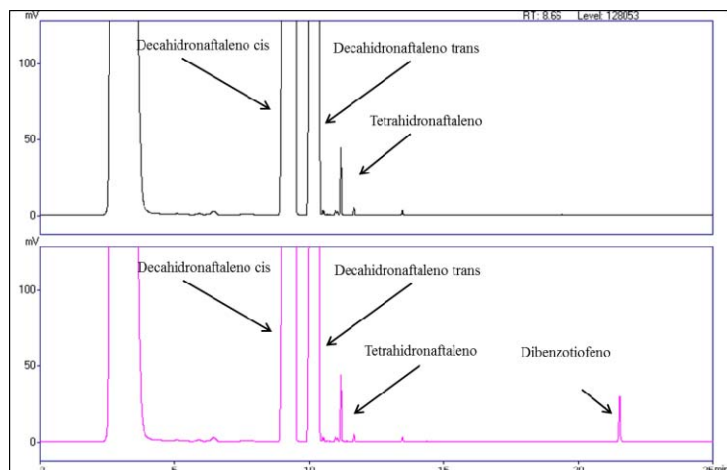


Figura 2 – Cinéticas de adsorção obtidas para o carvão ativado betuminoso CAC1 (granulometria 10x14) mesh e CAC2 (granulometria 20x30 mesh)

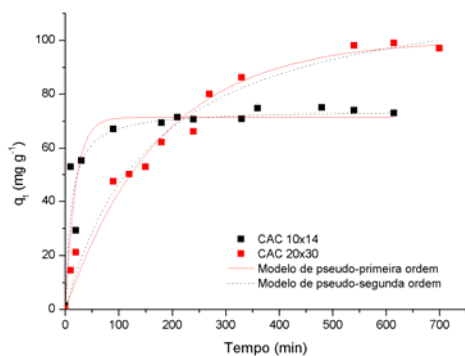


Figura 3 – Cinéticas de adsorção obtidas para o carvão ativado betuminoso CAB1 (granulometria 10x14) mesh e CAB2 (granulometria 20x30 mesh)

