

AVALIAÇÃO DE METODOLOGIA DE PREPARO DE AMOSTRA DE PETRÓLEO POR DIGESTÃO ÁCIDA AUXILIADA POR MICROONDAS PARA DETERMINAÇÃO DE METAIS POR ICP-OES

[Izabel Kaline Vicente da Silva¹](#), Prof. Dr. Djalma R. da Silva², Prof. Dra. Tatiane de A. Maranhão³

¹Bolsista PRH-43 ANP, E-mail: izabel_quimica@hotmail.com, ²Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia de Petróleo, ³Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Instituto de Química

R E S U M O

MOTIVAÇÃO: A presença de metais em petróleo pode exercer efeitos danosos sobre os catalisadores utilizados em processos industriais, favorece a ocorrência de incrustação, corrosão e consequente poluição nas refinarias, como também influencia na qualidade no preço de todos os produtos refinados. Por essa razão as concentrações de metais devem ser monitoradas regularmente no petróleo e nos produtos refinados. Muitos métodos têm sido desenvolvidos para determinação desses metais em petróleo.

OBJETIVO: O objetivo deste trabalho é utilizar a ferramenta de planejamentos experimentais para otimizar um método de digestão de amostras de petróleo para determinação de metais por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado(ICP OES).

APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DO PETRÓLEO: Métodos de determinação de metais em petróleo são largamente utilizados para avaliar a qualidade deste produto e os possíveis danos que seu refino pode causar ao meio ambiente.

RESULTADOS OBTIDOS: Foi realizado um planejamento fatorial 2^4 variando a potência, o tempo e os volumes de HNO_3 65% e H_2O_2 30%. Foram monitorados os elementos C, Cu, Cr, Fe, Ni, Zn e V por ICP-OES. Foi observado que o HNO_3 não foi um fator significativo estatisticamente para nenhum dos analitos estudados e que os outros três fatores e suas interações apresentaram significância estatística. Um planejamento experimental do tipo Box-Behnken foi realizado considerando os 3 fatores: volume de H_2O_2 (mL), tempo (min) e potência (W). O volume de ácido nítrico foi mantido em 4 mL para uma massa de 0,1g de petróleo. A maior eficiência de digestão, representado pelo percentual de eficiência de decomposição de matéria orgânica superior a 90%, foi obtida nas condições de 7 mL de H_2O_2 , 700 W de potência e 7 min de tempo de reação. O procedimento de digestão otimizado foi aplicado a quatro diferentes amostras de petróleo da bacia Potiguar e os analitos determinados por ICP OES. Baixos limites de detecção na faixa entre $0,006 \mu\text{g g}^{-1}$ para Zn e $0,09 \mu\text{g g}^{-1}$ para Cu foram obtidos assim como recuperações de no mínimo 104% mostrando que o método proposto é bastante preciso e exato.