

198

**DETERMINAÇÃO DE NÍQUEL E VANÁDIO POR AMOSTRAGEM DIRETA DE PETRÓLEO EM ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA.** *Annelise Schein Hammes, Isabel Cristina Ferreira Damin, Marcia Messias da Silva (orient.) (UFRGS).*

A ocorrência de metais traço tais como Níquel e Vanádio no petróleo ou em suas frações é de grande interesse analítico, e o conhecimento da concentração destes é de extrema importância para o processo de fracionamento, corrosão e poluição ambiental. Neste trabalho investigou-se a determinação de Níquel e Vanádio por amostragem direta de sólidos em espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (SS-GFAAS). As amostras foram pesadas em plataformas de grafite otimizadas. A transferência destas para o atomizador foi realizada utilizando-se um módulo amostrador mecânico de sólidos. Para estabelecer os parâmetros instrumentais do programa de aquecimento foram feitas curvas de pirólise sem e com modificadores químicos (convencional e permanente). Como modificador convencional, foi utilizado o Paládio. Após otimização, verificou-se que a introdução de 20µg de Pd foi suficiente para estabilizar os compostos voláteis, que eram conhecidos previamente. A utilização do Irídio como modificador permanente mostrou-se eficiente apenas nas primeiras queimas; após houve uma queda no sinal analítico, provavelmente devido a uma interação com o Níquel. Foi realizado um estudo da massa de amostra na linearidade de resposta. Para amostras onde a concentração de Níquel era muito baixa, fez-se necessário a pesagem de massas grandes, resultando em uma curva massa versus absorbância integrada não linear. Esse problema foi resolvido empregando-se um volume maior de modificador com Triton X-100. As determinações de Níquel e Vanádio foram realizadas com (concentração total) e sem (compostos não-voláteis) o uso de Paládio, e pela diferença no sinal de absorbância, pode-se determinar e a porcentagem dos compostos voláteis. Os resultados foram comparados com trabalhos anteriores, através do teste-t Student, apresentando 95% de concordância, sendo recomendado pela sua simplicidade, alta velocidade analítica e boa precisão e exatidão. (PIBIC).