

Determinação de elementos-traço em petróleo

Jucelaine Poletti (PG), Pâmela S. Barela (IC), Diogo P. de Moraes* (PQ)

Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Instituto de Química, 91501-970, Porto Alegre, RS (*diogo@iq.ufrgs.br).

Palavras-chave: Petróleo. Metais. ICP-MS.

Introdução

O petróleo é a principal fonte de energia utilizada como combustível, por isso é de fundamental importância na economia mundial. A determinação de elementos-traço tem grande relevância para a indústria petroquímica, pois a presença dos mesmos pode afetar o processo de refino, causando corrosão, envenenamento de catalisadores, emissão de gases poluentes e contaminação de derivados.¹

Algumas técnicas analíticas têm sido propostas para determinação de elementos-traço em petróleo e, entre estas, a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) tem se destacado por apresentar alta sensibilidade e capacidade multielementar. Alguns estudos recomendam a análise direta de petróleo após a diluição das amostras em solvente orgânico. No entanto, a introdução do solvente orgânico no plasma apresenta uma série de desvantagens como deposição de carbono na interface, redução na sensibilidade e extinção do plasma.¹ Desta forma, é necessário empregar métodos de decomposição do petróleo, previamente à etapa de determinação dos analitos.

Neste contexto, o presente trabalho tem por objetivo efetuar a determinação de Co, Fe, Li, Mo, Ni, Sr, Ti e V em amostras de petróleo por ICP-MS. Diferentes técnicas de decomposição por via úmida foram avaliadas: sistema fechado assistido por radiação micro-ondas e decomposição em sistema aberto e fechado utilizando aquecimento convencional.

Resultados e Discussão

A amostra de petróleo foi homogeneizada utilizando agitação mecânica, sob aquecimento entre 60 a 80 °C por 20 minutos. A massa de petróleo utilizada nas diferentes técnicas de decomposição foi de até 50 mg para o sistema fechado com aquecimento convencional e de 500 mg para o sistema aberto com aquecimento convencional e sistema fechado assistido por radiação micro-ondas. Os parâmetros instrumentais como potência do gerador de radiofrequência e fluxo de argônio do plasma, do gás auxiliar e de nebulização foram otimizados previamente.

As Figuras 1 e 2 apresentam os resultados para a amostra nos diferentes métodos de preparo para os analitos avaliados. Foi observado que a decomposição das amostras não foi completa utilizando sistema aberto com aquecimento

convencional e, conforme esperado, os resultados obtidos foram cerca de 20% inferiores aos valores obtidos com o emprego dos métodos de decomposição em sistema fechado. Por outro lado, o uso de sistema fechado assistido por radiação micro-ondas foi adequado para a decomposição das amostras, permitindo a decomposição de massas de até 500 mg.

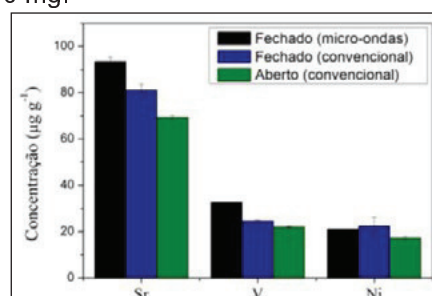


Figura 1. Concentrações de Ni, Sr e V encontradas.

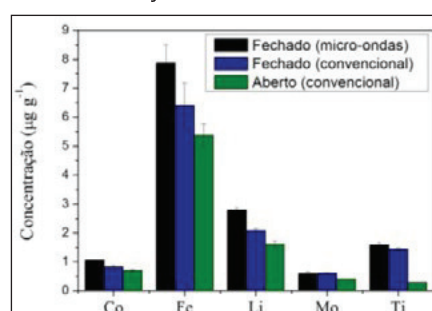


Figura 2. Concentrações de Co, Fe, Li, Mo e Ti encontradas.

A exatidão da metodologia proposta foi avaliada com o uso de material de referência certificado NIST1634c (*trace elements in fuel oil*). Os resultados foram concordantes com os valores certificados (entre 95 e 109%) utilizando a técnica de decomposição em sistema fechado e determinação dos analitos por ICP-MS.

Conclusões

Portanto, foi possível determinar os elementos-traço na amostra de petróleo bruto com as técnicas apresentadas, sendo que a digestão em frasco fechado assistida por micro-ondas se mostrou mais eficiente.

Agradecimentos

PETROBRAS, Laboratório de Geologia Isotópica da UFRGS, CAPES e FAPERGS.

¹ Mello, P.A.; Pereira, J.S.F.; Mesko, M.F.; Barin, J.S.; Flores, E.M.M. *Anal. Chim. Acta*, **2012**, 746, 15.