

Determinação direta de arsênio em amostras de petróleo por Espectrometria de Absorção Atômica em Forno de Grafite

Renan B. Scartazzini, Alexandre de Jesus, Maria G.R. Vale, Márcia M. Silva
Departamento de Química Inorgânica - Instituto de Química da UFRGS, Porto Alegre-RS, Brasil



INTRODUÇÃO

- O petróleo é uma mistura complexa de compostos orgânicos e fonte de distribuição de metais pesados ao ambiente;
- O arsênio (As), metal altamente tóxico, pode ser facilmente absorvido tanto por ingestão quanto por inalação;
- A intoxicação pode resultar em efeitos tóxicos, agudos ou crônicos, relativos a exposições curtas ou longas, ocasionando diferentes patologias.

OBJETIVO

Determinação direta de arsênio em amostras de petróleo por SS-GF AAS.

VANTAGENS DA ANÁLISE DIRETA POR SS-GFAAS

- ✓ Mínimo pré-tratamento da amostra
- ✓ Calibração com padrões aquosos
- ✓ Rapidez, baixo custo, melhor LD e redução de erros analíticos

INSTRUMENTAÇÃO

- ✓ GF AAS: 5 EA, D2 BG (Analytik Jena AG);
- ✓ Forno de grafite e plataforma para amostragem sólida;
- ✓ Amostrador sólido: SSA5 Solid (Analytik Jena AG);
- ✓ Ultra-microbalança: M2P (Sartorius);
- ✓ Ultra-som (Unique).



Parâmetros instrumentais

$\lambda = 193,7 \text{ nm}$; Corrente HCL = 9,0 mA; Fenda = 1,2 nm

Programa de temperatura do forno de grafite*

Secagem 1: °C; rampa/ °C s ⁻¹ ; patamar/s	150; 10; 50
Secagem 2: °C; rampa/ °C s ⁻¹ ; patamar/s	300; 5; 30
Pirólise: °C; rampa/ °C s ⁻¹ ; patamar/s	1200; 100; 40
Cool down: °C; rampa/ °C s ⁻¹ ; patamar/s	200; NP; 2
Atomização: °C; rampa/ °C s ⁻¹ ; patamar/s	2400; FP; 8
Limpeza: °C; rampa/ °C s ⁻¹ ; patamar/s	2400; 1000; 4

* Taxa de fluxo do gás de purga (Ar) : 2 Lmin⁻¹, fluxo interrompido durante atomização.

Modificador químico

0,05%Pd + 0,03%Mg + 0,05%Triton X-100

Calibração foi realizada com padrões aquosos e material de referência certificado.

Volumes e massa de amostra

Padrão (µL)	10
Modificador (µL)	20
Massa de amostra (mg)	4,0 - 6,0

PREPARO DA AMOSTRA

Homogeneização



Análise direta de sólidos



RESULTADOS

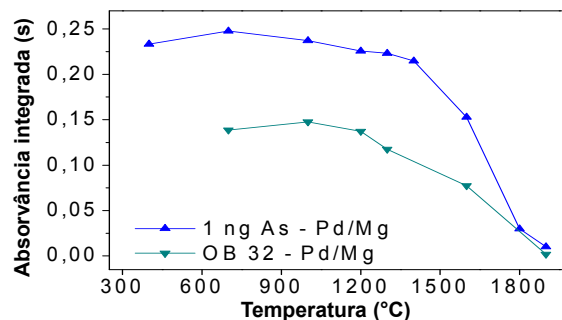


Figura 1: Curvas de temperatura de pirólise para As; Pd/Mg/Triton X-100; Absorbância integrada calculada para 5,0 mg de amostra; Ta = 2400 °C.

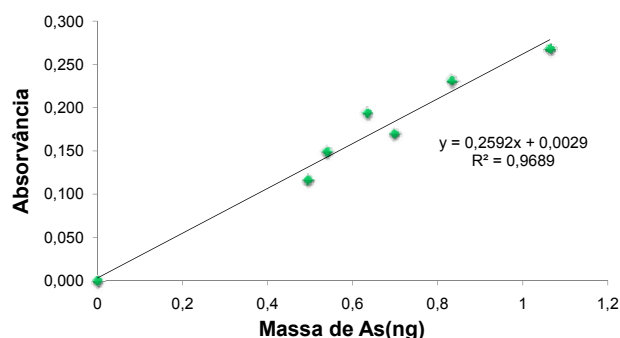


Figura 2: Calibração com Material de Referência Certificado (SRM 1634c).

Parâmetros de mérito

Equação de regressão linear	A = 0,0077 + 0,3190m	A = 0,0029 + 0,2592m
R	0,9943	0,9842
m ₀ (pg)	17	18
LD* (µg g ⁻¹) / (n=10)		0,0069
LQ* (µg g ⁻¹) / (n=10)		0,0229

*Baseado na técnica de "massa de resposta zero" e calculado para 5 mg de amostra.

Ausência de efeito de matriz

Teste de Recuperação : 91 - 98%

Determinação de As em amostras de petróleo com Pd/Mg/Triton X-100

Amostra	Calibração aquosa (µg g ⁻¹)	Calibração com SRM 1634c (µg g ⁻¹)
OB 13	0,120 ± 0,011	0,105 ± 0,01
OB 12	0,051 ± 0,006	0,044 ± 0,01
OB 25	0,051 ± 0,008	0,044 ± 0,01
OB 03	0,105 ± 0,014	0,088 ± 0,01
OB 10	0,059 ± 0,008	0,051 ± 0,01
OB 32	0,055 ± 0,004	0,069 ± 0,005
OB85	0,214 ± 0,026	0,201 ± 0,03
*SRM 1634c	0,143 ± 0,016	-

*Certificado: SRM 1634c 0,1426 ± 0,0064 µg g⁻¹

CONCLUSÃO

- ✓ O uso de SS não requer preparo da amostra na determinação de As em petróleo;
- ✓ Este estudo comprovou que a análise direta de petróleo por SS-GF AAS é um procedimento simples, rápido e exato, sendo um método adequado para a determinação de As em petróleo.



analytikjenaAG

PETROBRÁS