

INVESTIGAÇÃO DA AMOSTRAGEM DIRETA POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA EM FORNO DE GRAFITE PARA DETERMINAÇÃO DE CÁDMIO EM AMOSTRAS DE PETRÓLEO



Renan B. Scartazzini, Ariane V. Zmozinski, Alexandre de Jesus, 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 meio ambiente;
- O cádmio (Cd), metal altamente tóxico, pode ser absorvido por ingestão e inalação. O metal está presente no petróleo;
- A intoxicação pode resultar em efeitos agudos ou crônicos, relativos a exposições curtas ou longas, ocasionando diferentes patologias.

OBJETIVO

Determinação direta de cádmio em amostras de petróleo por SS-GF AAS

VANTAGENS DA ANÁLISE DIRETA POR SS-GF AAS

- ✎ Tratamento mínimo da amostra;
- ✎ Calibração com padrões aquosos;
- ✎ Rapidez, baixo custo, melhor LD e redução de erros analíticos

INSTRUMENTAÇÃO

- ✓ GF AAS: Zeeman (Analytik Jena AG);
- ✓ Forno de grafite e plataforma para amostragem sólida;
- ✓ Amostrador sólido: (Analytik Jena AG);
- ✓ Ultra-microbalança: M2P (Sartorius);
- ✓ Ultra-som (Unique).



Parâmetros instrumentais

$\lambda = 228,8 \text{ nm}$; corrente HCL= 2,5 mA; fenda=0,8 nm

Programa de temperatura do forno de grafite*

Etapa	Temperatura (°C)	Rampa (°Cs ⁻¹)	Patamar (s)	Tempo de Permanência (s)	Fluxo de gás (L min ⁻¹)
Secagem 1	90	15	20	23,7	2,0
Secagem 2	150	15	20	24,0	2,0
Secagem 3	300	15	30	40,0	2,0
Pirólise	750	100	70	64,5	0,0
Atomização	1700	FP ^a	6	6,4	0,0
Limpeza	2300	1000	4	4,6	2,0

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

^a FP = Potência máxima

Modificador químico

0,1%Pd + 0,06%Mg + 0,06%Triton X-100

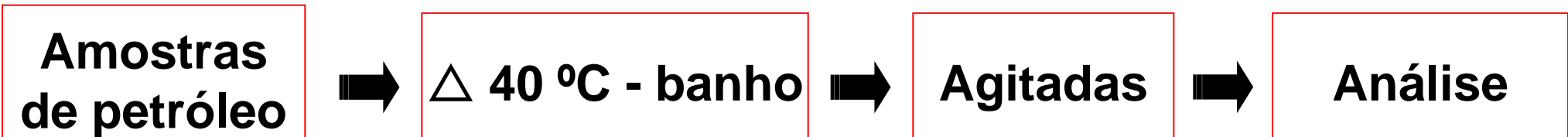
Calibração foi realizada com padrões aquosos

Volumes e massas utilizados

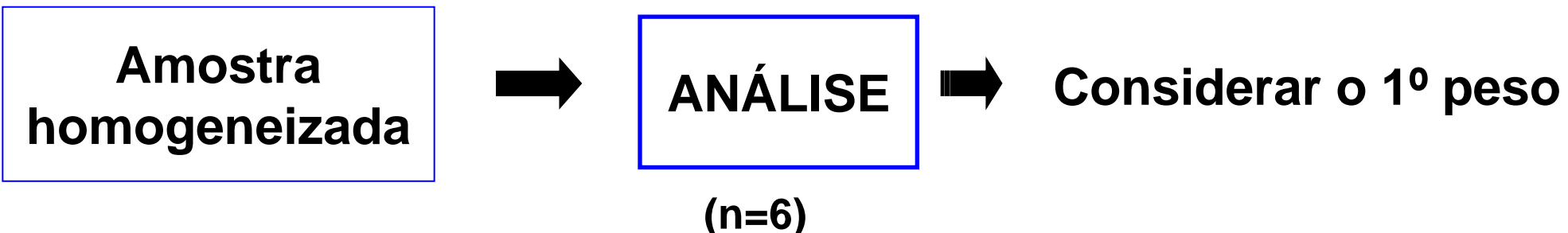
Padrão (µL)	10
Modificador (µL)	15
Massa de amostra (mg)	1,0 - 10,0

PREPARO DA AMOSTRA

Homogeneização



Análise direta de sólidos



RESULTADOS

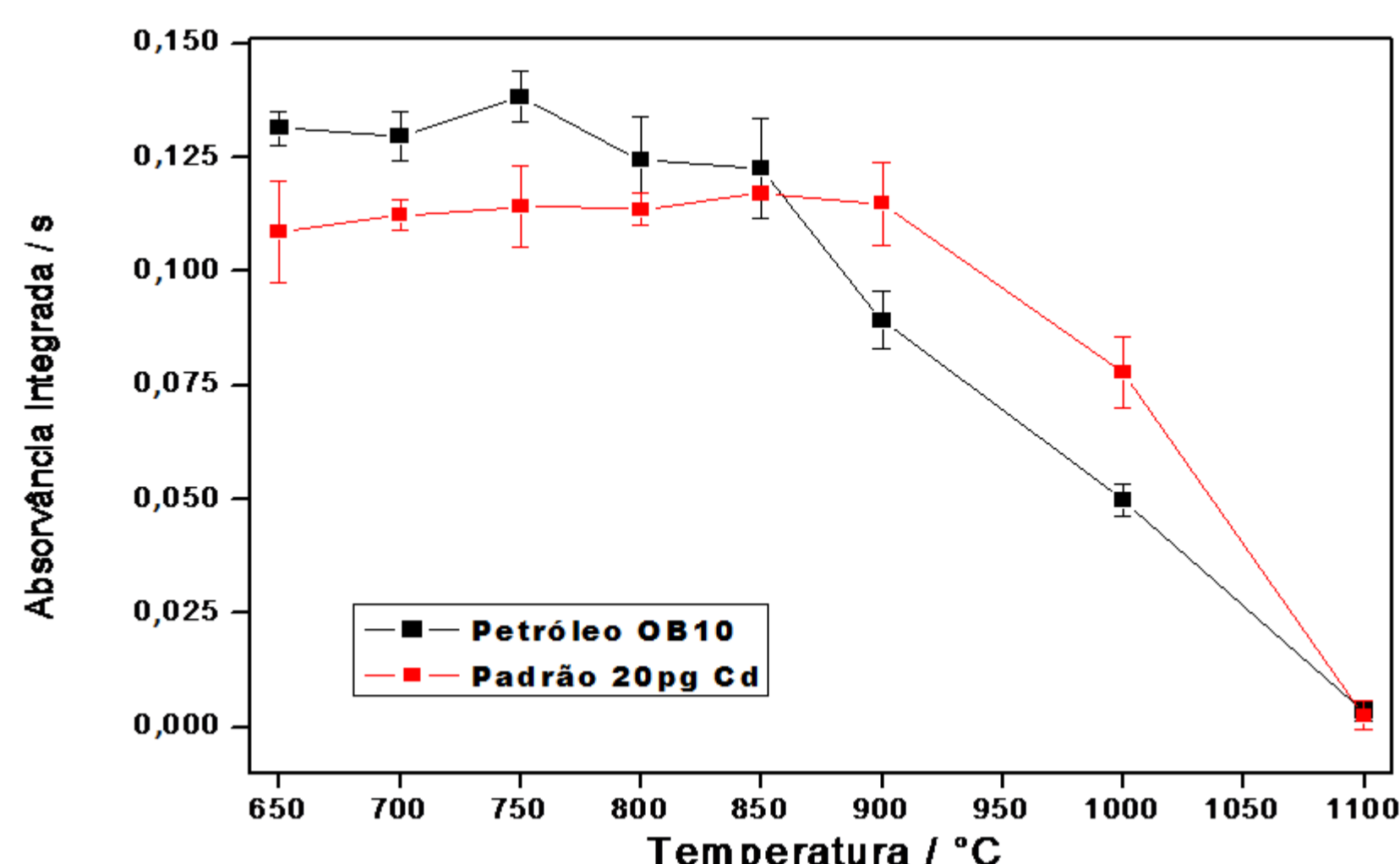


Figura 1: Curva de pirólise para Cd, Ta 1700°C, modificador químico Pd/Mg/Triton.

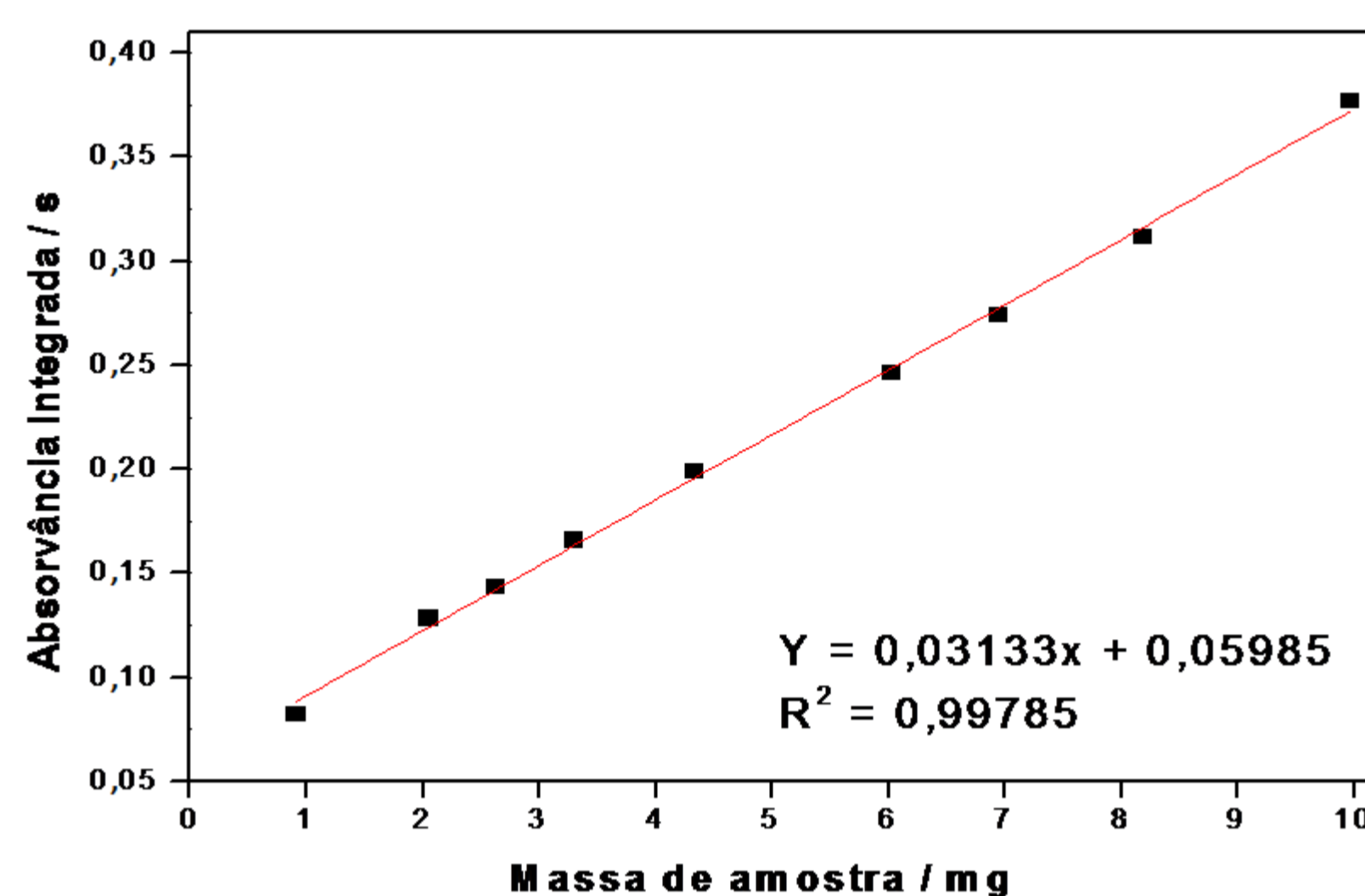


Figura 2: Influência da massa de amostra na linearidade de resposta usando Tp 750°C; Ta 1700°C; modificador químico Pd/Mg/Triton.

Parâmetros de mérito

Regressão linear	A= 0,00434m(pg) + 0,03395
Coefficiente de correlação	0,99922
Massa característica (pg)	0,7
LOD* (n = 10) µg kg ⁻¹	2,0
LOQ* (n = 10) µg kg ⁻¹	6,5

*Baseado na técnica de "massa de resposta zero" e calculado para 10 mg de amostra.

Ausência de efeito de matriz

Teste de Recuperação (%)

Amostra	Recuperação (%)
OB 10	109
OB 46	96
OB 47	99,5

Determinação de Cd em amostras de petróleo

Amostra	Concentração de Cd / µg kg ⁻¹ (média ± desvio)	
	SS-GF AAS (n=6)	Digestão
OB10	8,2 ± 0,2	< LOD
OB41	26 ± 5,3	28 ± 3,6
OB46	10 ± 0,3	8.9 ± 3,2
OB47	17 ± 2,8	20 ± 1,5

CONCLUSÃO

➤ O uso de SS não requer preparo da amostra na determinação de Cd em amostras de petróleo;

➤ Este estudo comprovou que a análise direta de cádmio em amostras de petróleo por SS-GF AAS é um procedimento simples, rápido e exato, sendo um método adequado para análise de rotina.



analytikjenaAG

PETROBRÁS