



## OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS DO ICP OES PARA DETERMINAÇÃO DE METAIS EM PETRÓLEO APÓS DIGESTÃO POR MICRO- ONDAS

Murilo de Oliveira Souza – IFF *campus* Itaperuna – [m.quimic@gmail.com](mailto:m.quimic@gmail.com)

Francisco Luan Fonseca da Silva – UFC – [fluan.fonseca@gmail.com](mailto:fluan.fonseca@gmail.com)

Wladiana Oliveira Matos – UFC – [wladianamatos@ufc.br](mailto:wladianamatos@ufc.br)

Rafael de Queiroz Ferreira – UFES – [rafaeldeqf@gmail.com](mailto:rafaeldeqf@gmail.com)

*Meio Ambiente / Petróleo e Petroquímico*

A digestão ácida por micro-ondas disponibiliza os metais a serem determinados, propondo estratégias para a determinação destes no petróleo e, conseqüentemente, monitorando sua presença no ambiente. Entretanto, a carga salina do petróleo permanece presente após a digestão por micro-ondas, interferindo na estabilidade do plasma e na sensibilidade do equipamento. Desta forma, devem-se empregar ferramentas estatísticas para alcançar as melhores condições operacionais, obtendo o máximo de informação do sistema em estudo com um número mínimo de experimentos realizados. Portanto, neste trabalho as seguintes variáveis do ICP OES foram otimizadas: Potência de radiofrequência (P), Vazão do gás de nebulização (N), Vazão de gás auxiliar (A) e Taxa de aspiração da amostra (T), para a determinação de Na, Ca, Mg, Sr e Fe. Para etapa de triagem utilizou-se o planejamento fatorial completo  $2^4$ , gerando 16 experimentos. Os níveis mínimos e máximos para P, N, A e T foram, respectivamente, 1100 e 1450 W; 0,5 e 0,7 L min<sup>-1</sup>; 0,5 e 0,8 L min<sup>-1</sup> e 0,9 e 1,2 mL min<sup>-1</sup>. A significância das variáveis para a determinação de Ca, Mg, Sr e Fe (t student x estimativa do erro padrão) foi de 0,75 e para o Na (t student x estimativa do erro padrão) de 0,03. Os efeitos significativos foram analisados com 95% de confiança por meio das interações dos efeitos ( $X_{123}$ ,  $X_{124}$ ,  $X_{134}$ ,  $X_{234}$  e  $X_{1234}$ ) e do teste t com 15 graus de liberdade.

Para a otimização das variáveis, para a determinação do Na, foi empregado o CCD e as variáveis foram estudadas em cinco níveis, obtendo o seguinte modelo matemático:  $Y = 0,892_{\pm 0,056} + 0,088_{\pm 0,034} (N) + 0,017_{\pm 0,034} (T) - 0,012_{\pm 0,040} (N)^2 - 0,006_{\pm 0,040} (T)^2 + 0,044_{\pm 0,048} (NT)$

Já para o Ca, Mg, Sr e Fe foi usado um procedimento univariado para a otimização da única variável significativa T.

Portanto, o estudo realizado sugere que a condição ótima para a determinação de Na no digerido do petróleo por ICP OES seja: P = 1200 W; N = 0,69 L min<sup>-1</sup>; A = 0,6 L min<sup>-1</sup> e T = 1,32 mL min<sup>-1</sup>, usando a configuração radial da tocha; e para Ca, Mg, Sr e Fe: P = 1200 W, N = 0,60 L min<sup>-1</sup>, A = 0,60 L min<sup>-1</sup> e T = 1,30 mL min<sup>-1</sup>, usando a configuração axial

Palavras-chave: Petróleo, ICP OES, Planejamento de experimentos

Instituição de fomento: IFF, LabPetro/DQUI/UFES, UFC, CAPES, ANP, PETROBRAS