

# Impactos das Tecnologias nas Engenharias 6

**Franciele Bonatto  
João Dallamuta  
Julio Cesar de Souza Francisco  
(Organizadores)**

**Franciele Bonatto**  
**João Dallamuta**  
**Julio Cesar de Souza Francisco**  
(Organizadores)

# **Impactos das Tecnologias nas Engenharias**

## **6**

**Atena Editora**  
**2019**

2019 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

**Editora Chefe:** Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

**Diagramação e Edição de Arte:** Lorena Prestes e Geraldo Alves

**Revisão:** Os autores

### Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas  
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília  
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa  
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná  
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista  
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia  
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria  
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná  
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia  
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice  
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense  
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins  
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte  
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão  
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará  
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista  
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará  
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas  
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande  
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

#### **Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)**

I34 Impactos das tecnologias nas engenharias 6 [recurso eletrônico] /  
Organizadores Franciele Bonatto, João Dallamuta, Julio Cesar de  
Souza Francisco. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. –  
(Impactos das Tecnologias nas Engenharias; v. 6)

Formato: PDF  
Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader  
Modo de acesso: World Wide Web  
Inclui bibliografia.  
ISBN 978-85-7247-159-6  
DOI 10.22533/at.ed.596191303

1. Engenharia. 2. Inovações tecnológicas. 3. Tecnologia.  
I. Bonatto, Franciele. II. Dallamuta, João. III. Francisco, Julio Cesar de  
Souza.

CDD 658.5

**Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422**

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de  
responsabilidade exclusiva dos autores.

2019

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos  
autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

[www.atenaeditora.com.br](http://www.atenaeditora.com.br)

## APRESENTAÇÃO

Caro leitor(a)

Nesta obra temos um compendio de pesquisas realizadas por alunos e professores atuantes em engenharia e tecnologia com contribuições para a melhoria da sustentabilidade. São apresentados trabalhos teóricos e vários resultados práticos de diferentes formas de aplicação e processos que visam a melhoria de dados causados ao ambiente.

Outra característica dos capítulos que compõe este livro é o fato de estarem relacionadas com atividades de pesquisa de diferentes naturezas em várias áreas da engenharia e tecnológica, uma visão multidisciplinar com contribuições relevantes por meio de resultados e discussões, muitas de cunho prático e com grande aplicabilidade.

De abordagem objetiva, a obra se mostra de grande relevância para graduandos, alunos de pós-graduação, docentes e profissionais, apresentando temáticas e metodologias diversificadas, em situações reais

Aos autores, agradecemos pela confiança e espírito de parceria.

Boa leitura

Franciele Bonatto  
João Dallamuta  
Julio Cesar de Souza Francisco

# Gestão, Tecnologia e Engenharia: Sustentabilidade

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1 .....</b>	<b>1</b>
<b>TECNOLOGIA SUSTENTÁVEL: MONTAGEM E MANUTENÇÃO DE COMPUTADORES A PARTIR DO REUSO DO LIXO ELETRÔNICO</b>	
<i>Jocimar Fernandes</i>	
<i>André Rubim Mattos</i>	
<i>Ana Lucia Louzada Fernandes</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.5961913031</b>	
<b>CAPÍTULO 2 .....</b>	<b>8</b>
<b>SUSTENTABILIDADE NA CONSTRUÇÃO CIVIL: O SISTEMA LEED E A CERTIFICAÇÃO DA ARENA CASTELÃO</b>	
<i>Antonio Auriseu Nogueira Pinheiro</i>	
<i>Antonio Leandro Cordeiro de Medeiros</i>	
<i>Letícia Oliveira Cunha</i>	
<i>Mérsia Nogueira Maia</i>	
<i>Moisés Rocha Farias</i>	
<i>Narcélio Mesquita Aires Filho</i>	
<i>Thaís Mota Marques</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.5961913032</b>	
<b>CAPÍTULO 3 .....</b>	<b>20</b>
<b>EVOLUÇÃO DAS ESPECIFICAÇÕES DA GASOLINA AUTOMOTIVA NO BRASIL A PARTIR DE 2001</b>	
<i>Vanjoaldo R. Lopes Neto</i>	
<i>Leonardo S. G. Teixeira</i>	
<i>Tailee M. A. Cruz</i>	
<i>Ioneide P. Martins</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.5961913033</b>	
<b>CAPÍTULO 4 .....</b>	<b>41</b>
<b>TAXA DE EVAPORAÇÃO DA GASOLINA GRID EM TANQUES DE POSTOS DE COMBUSTÍVEIS: UMA AVALIAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA</b>	
<i>Thiago da Silva André</i>	
<i>Francisco de Assis Oliveira Fontes</i>	
<i>Cleiton Rubens Formiga Barbosa</i>	
<i>Cleiton Rubens Formiga Barbosa Júnior</i>	
<i>Isaac Pércles Maia de Medeiros</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.5961913034</b>	
<b>CAPÍTULO 5 .....</b>	<b>51</b>
<b>TAXA DE EVAPORAÇÃO DO DIESEL S10 EM TANQUES DE POSTOS DE COMBUSTÍVEIS: UMA AVALIAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA</b>	
<i>Thiago da Silva André</i>	
<i>Francisco de Assis Oliveira Fontes</i>	
<i>Cleiton Rubens Formiga Barbosa</i>	
<i>Cleiton Rubens Formiga Barbosa Júnior</i>	
<i>Isaac Pércles Maia de Medeiros</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.5961913035</b>	

**CAPÍTULO 6 ..... 61**

**ANÁLISE DA CONTAMINAÇÃO DE SOLO POR POSTOS DE COMBUSTÍVEIS**

*João Evangelista Neto*  
*Edry Antonio Garcia Cisneros*  
*José Costa de Macêdo Neto*  
*Eduardo Rafael Barreda del Campo*  
*Weberson Santos Ferreira*  
*Ricardo Wilson Aguiar da Cruz*

**DOI 10.22533/at.ed.5961913036**

**CAPÍTULO 7 ..... 72**

**ANÁLISE DE PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA GASOLINA E ÓLEO DIESEL COMERCIALIZADOS EM AREIA BRANCA/RN, CONFORME ESPECIFICAÇÕES DA ANP**

*Regina Celia de Oliveira Brasil Delgado*  
*João Luiz Porfirio da Silva*  
*Ana Catarina Fernandes Coriolano*  
*Jardel Dantas da Cunha*  
*Antonio Souza de Araujo*

**DOI 10.22533/at.ed.5961913037**

**CAPÍTULO 8 ..... 81**

**PRODUÇÃO DE BIODIESEL EM ULTRASSOM A PARTIR DE GORDURA ANIMAL PROVENIENTE DE RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS**

*Matheus Cavali*  
*Valéria Pelizzer Casara*  
*Guilherme Martinez Mibielli*  
*João Paulo Bender*  
*Wagner Luiz Priamo*

**DOI 10.22533/at.ed.5961913038**

**CAPÍTULO 9 ..... 92**

**CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO DE COCO A SER UTILIZADO NA PRODUÇÃO DE BIODIESEL VIA ROTA ETÍLICA**

*Silvanito Alves Barbosa*  
*João Vicente Santiago do Nascimento*  
*Fernanda de Souza Stingelin*  
*Glauber Vinícius Pinto de Barros*  
*Lucas Alves Batista Santos*  
*Iasmin Souza Cruz*

**DOI 10.22533/at.ed.5961913039**

**CAPÍTULO 10 ..... 101**

**TRATAMENTO DE ÁGUA DE PRODUÇÃO OFFSHORE**

*Wellington Crispim Cardoso*  
*Guillermo Ruperto Martín-Cortés*

**DOI 10.22533/at.ed.59619130310**

**CAPÍTULO 11 ..... 112**

**GESTÃO DOS RESÍDUOS SÓLIDOS DA PERFURAÇÃO OFFSHORE**

*Bianca de Couto Dantas Romualdo*  
*Lúcia Maria de Araújo Lima Gaudêncio*

**DOI 10.22533/at.ed.59619130311**

**CAPÍTULO 12 ..... 128**

**SIMULAÇÃO DE UM VAZAMENTO DE ÓLEO DURANTE UMA OPERAÇÃO OFFLOADING**

*Lígia Maria dos Santos Barros Rodrigues*  
*Anaximandro Anderson Pereira Melo de Souza*  
*Paulo Emanuel Medeiros Paula*  
*Davith da Silva Campos*  
*Luís Jorge Mesquita de Jesus*

**DOI 10.22533/at.ed.59619130312**

**CAPÍTULO 13 ..... 134**

**DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA DE PREPARO DE AMOSTRA DE PETRÓLEO PARA DETERMINAÇÃO DE ENXOFRE POR ICP-OES**

*Izabel Kaline da Silva Oliveira*  
*Álvaro Gustavo P. Galvão*  
*Larissa Sobral Hilário*  
*Tatiane de A. Maranhão*  
*Djalma Ribeiro da Silva*

**DOI 10.22533/at.ed.59619130313**

**CAPÍTULO 14 ..... 140**

**POTENCIAL USO DA AGUA PRODUZIDA REAL E SINTÉTICA COMO DISPERSANTE EM FLUIDOS DE PERFURAÇÃO AQUOSOS: INFLUÊNCIA NOS PARÂMETROS REOLÓGICOS, DE FILTRAÇÃO E CORROSIVIDADE**

*Jardel Dantas da Cunha*  
*Keila Regina Santana Fagundes*  
*Ana Karoline de Sousa Oliveira*  
*Gecilio Pereira da Silva*  
*Rodrigo Cesar Santiago*  
*Juddson Diniz Medeiros*

**DOI 10.22533/at.ed.59619130314**

**CAPÍTULO 15 ..... 151**

**UTILIZAÇÃO DE BIOSSORVENTES PARA REMOÇÃO DE BENZENO EM SOLUÇÕES AQUOSAS**

*Yasmin Maria da Silva Menezes*  
*Evellyne Nunes de Oliveira Galvão*  
*Aécia Seleide Dantas dos Anjos*  
*Raoni Batista dos Anjos*  
*Djalma Ribeiro da Silva*

**DOI 10.22533/at.ed.59619130315**

**CAPÍTULO 16 ..... 163**

**REMOÇÃO DE FENOL EM ÁGUAS RESIDUÁRIAS ATRAVÉS DE BIOFILME SUPORTADO EM CARVÃO ATIVADO ESTUDO EM BATELADA**

*Josiane Bampi*  
*Heraldo Baialardi Ribeiro*  
*Tainá Cristini Da Silva*  
*Adriana Dervanoski*  
*Gean Delise Leal Pasquali Vargas*

**DOI 10.22533/at.ed.59619130316**

<b>CAPÍTULO 17 .....</b>	<b>172</b>
<b>AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE ADSORÇÃO DE VERMICULITA ATIVADA POR LIXIVIAÇÃO ÁCIDA PARA REMOÇÃO DE BTX EM ÁGUA</b>	
<i>Débora Karina da Silva Guimarães</i>	
<i>Nayonara Karolynne Costa de Araújo</i>	
<i>Amanda Duarte Gondim</i>	
<i>Djalma Ribeiro da Silva</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.59619130317</b>	
<b>CAPÍTULO 18 .....</b>	<b>181</b>
<b>ESTUDO DA EFICIÊNCIA DE REMOÇÃO DE BTX PRESENTE EM ÁGUA CONTAMINADA COM GASOLINA UTILIZANDO FE/AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> COMO ADSORVENTES</b>	
<i>Nayonara Karolynne Costa de Araújo</i>	
<i>Débora Karina da Silva Guimarães</i>	
<i>Amanda Duarte Gondim</i>	
<i>Djalma Ribeiro da Silva</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.59619130318</b>	
<b>CAPÍTULO 19 .....</b>	<b>189</b>
<b>ESTUDO DA REMOÇÃO DE SURFACTANTES DA ÁGUA PRODUZIDA POR MEIO DE CARVÃO ATIVADO OBTIDO A PARTIR DE RESÍDUOS AGRÍCOLAS</b>	
<i>Letícia Gracyelle Alexandre Costa</i>	
<i>Álvaro Gustavo Paulo Galvão</i>	
<i>Ana Gabriela Soares da Silva</i>	
<i>Henrique Borges de Moraes Juviano</i>	
<i>Djalma Ribeiro da Silva</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.59619130319</b>	
<b>CAPÍTULO 20 .....</b>	<b>198</b>
<b>ESTUDO DA CONVERSÃO DE ENERGIA USANDO DISPOSITIVOS BASEADOS EM MATERIAIS PIEZO-ELÉTRICO APOIADOS EM PLATAFORMAS APORTICADAS</b>	
<i>Aline de Oliveira Schonarth</i>	
<i>Jorge Luis Palacios Felix</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.59619130320</b>	
<b>SOBRE OS ORGANIADORES.....</b>	<b>203</b>

## DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA DE PREPARO DE AMOSTRA DE PETRÓLEO PARA DETERMINAÇÃO DE ENXOFRE POR ICP-OES

### **Izabel Kaline da Silva Oliveira**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Pós Graduação em Ciências e Engenharia de Petróleo

izabelkaline@gmail.com

### **Álvaro Gustavo P. Galvão**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Pós Graduação em Ciências e Engenharia de Petróleo

alvarogusthavo@hotmail.com

### **Larissa Sobral Hilário**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Pós Graduação em Ciências e Engenharia de Petróleo

hilario.nupprar@gmail.com

### **Tatiane de A. Maranhão**

Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química

tatiane.maranhao@gmail.com

### **Djalma Ribeiro da Silva**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Instituto de Química

djalmarib@gmail.com

**RESUMO:** Dentre todos os contaminantes presentes no petróleo, o enxofre demonstra destaque devido aos grandes prejuízos que seus compostos causam como corrosão, contaminação de catalisadores, aumento da polaridade dos óleos resultando no aumento da estabilidade das emulsões, mau cheiro e determinam cor aos produtos finais. Com isso, a determinação de enxofre no petróleo e em seus

derivados representa um interesse na área da química analítica, como também é de grande importância industrial e comercial, visto que a qualidade e o preço do petróleo estão relacionados diretamente com a quantidade de enxofre presente. Assim, torna-se fundamental o desenvolvimento e otimização de metodologias analíticas que sejam capazes de determinar, com eficiência, os teores de enxofre nestas matrizes. Este trabalho apresenta uma metodologia de preparo de amostras de petróleo para determinação do teor de enxofre por Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES). A metodologia de preparo de amostra utilizada foi a digestão assistida por micro-ondas, onde seis amostras, de diferentes °API, provenientes da Bacia Potiguar, foram analisadas. Foi pesado  $\approx 0,1$  g da amostra, em triplicata, em tubos do sistema digestor, adicionando ao tubo um volume de 6mL de  $\text{HNO}_3$  65% e 3mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% e submetida ao processo de digestão. As soluções dos digeridos foram diluídas (1:5) e submetidas à análise por ICP OES, com o intuito de determinar a concentração de enxofre. Testes de adição e recuperação foram realizados para avaliação da exatidão, apresentando resultados entre 83% e 92% dentro da faixa aceitável para esse tipo de matriz.

## 1 | INTRODUÇÃO

O petróleo no estado líquido, trata-se de uma substância oleosa, inflamável, menos densa que a água, com cheiro característico e cor podendo variar entre o negro e castanho claro [THOMAS, 2001]. Segundo a American Society for Testing and Materials [ASTM] o petróleo é definido como sendo uma mistura de ocorrência natural, consistindo predominantemente de hidrocarbonetos e derivados orgânicos sulfurados, nitrogenados e oxigenados, a qual é ou pode ser extraída em estado líquido.

O petróleo bruto está comumente acompanhado por quantidades variáveis de contaminantes como água, matéria inorgânica e gases [COUTINHO, 2005]. Em sua composição pode apresentar cerca de 90% de hidrocarbonetos como parafinas, naftênicos e aromáticos que confere característica desejada nos derivados e também os não hidrocarbonetos resinas, asfaltenos e compostos contaminantes nitrogenados, oxigenados e sulfurados que podem aparecer em toda a faixa de ebulição; de forma geral, eles tendem a apresentar maiores teores nas frações mais pesadas (RIAZI, 2005).

Dentre todos os contaminantes presente no petróleo o enxofre exprime destaque devido aos grandes prejuízos que seus compostos causam por razões de corrosão, contaminação de catalisadores, aumento da polaridade dos óleos resultando no aumento da estabilidade das emulsões, mau cheiro e determinam cor aos produtos finais. Além de tudo isso, os compostos de enxofre são tóxicos e produzem  $\text{SO}_2$  e  $\text{SO}_3$  por combustão, gases extremamente poluentes da atmosfera, os quais formam  $\text{H}_2\text{SO}_3$  e  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (ácido sulfúrico) quando em contato com a umidade do ar [CANCIAN, 2010]. Sendo assim, a determinação de enxofre no petróleo e em seus derivados representa não só um interesse na área da química analítica, sobretudo é de grande importância industrial e comercial [CANCIAN et al., 2010].

Considerando-se que a presença de compostos de enxofre no petróleo causa inúmeros prejuízos durante as etapas de produção e refino, torna-se fundamental o desenvolvimento e otimização de metodologias analíticas que sejam capazes de determinar, com eficiência, os teores de enxofre nestas matrizes. Uma técnica que pode ser utilizada para a determinação de enxofre em petróleo é a Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES).

Essa técnica baseia-se na medida da intensidade da radiação emitida quando um átomo ou íon excitado pelo plasma retorna ao seu estado fundamental. As espécies atômicas emitem linhas espectrais, tanto quantas forem suas possíveis transições eletrônicas. As linhas espectrais é que vão determinar o espectro de cada elemento e a intensidade de cada linha vai depender da probabilidade de transição e do número de átomos que atinge um determinado estado excitado.

Porém, a introdução de amostra dessa técnica é a etapa mais crítica sendo necessário uma etapa prévia de preparo da amostra para completa dissolução do analito de interesse, no caso o enxofre. Uma alternativa para o tratamento prévio de amostras com a matriz petróleo é a digestão ácida assistida por forno de micro-ondas. A digestão tem como objetivo eliminar a matéria orgânica da amostra, contribuindo para a determinação do analito de interesse em solução. Para isso é necessário o uso de agentes oxidantes como o peróxido de hidrogênio ( $H_2O_2$ ) e ácidos minerais, como ácido clorídrico (HCl), ácido nítrico ( $HNO_3$ ), ácido fluorídrico (HF) e ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) [Amorim et al., 2007; Kingston & Haswell, 1997]. Uma das grandes vantagens apresentadas pela digestão assistida por micro-ondas é o controle da potência do forno, o que permite a redução no tempo de digestão. Além disso, reduz os riscos associados aos métodos clássicos, tais como contaminação (os tubos são feitos de materiais pouco reativos que não contaminam a amostra) e perda dos elementos químicos voláteis [EVANGELISTA, 2011]. Este trabalho apresenta uma metodologia de preparo de amostras de petróleo para determinação do teor de enxofre por Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES), que é uma técnica bastante sensível, boa seletividade e estabilidade, excelente reprodutibilidade, e rápida na obtenção dos resultados, o que a torna perfeitamente aplicável à indústria do petróleo, em que se exige eficiência e rapidez na resposta.

## 2 | METODOLOGIA

### 2.1 Instrumentação ICP-OES

Para a determinação de enxofre no petróleo foi utilizado o ICP-OES (Thermo Fisher Scientific, Bremen, Alemanha), modelo iCAP 6300 Duo, com vista axial e radial, detector simultâneo CID (Charge Injection Device). Argônio comercial com pureza de 99,996% (White Martins-Praxair) usado para purgar a óptica e geração do plasma, sendo também utilizado como gás de nebulização e auxiliar. No sistema de introdução de amostra foi usado um nebulizador Burgener Miramist e câmara de nebulização do tipo ciclônica. Nesse sistema, a amostra era bombeada para o plasma com uma bomba peristáltica acoplada ao equipamento e seu fluxo era controlado pelo programa (iTeva – Thermo Scientific). A tocha utilizada foi de quartzo do tipo desmontável. Para a digestão das amostras usou-se um forno digestor de vasos fechados assistido por microondas, modelo Mars X Press (Cem Corporation, USA). Uma balança analítica Marte, Shimadzu, modelo AY220, foi utilizada para a pesagem das amostras.

### 2.2 Reagentes, soluções e amostras utilizados no ICP-OES

Todas as soluções aquosas foram preparadas com água de alta pureza, com resistividade de 18,2 M $\Omega$  cm, obtida pelo sistema Elga Purelab Ultra (Elga Labwater, Reino Unido). Para a digestão das amostras utilizaram-se  $HNO_3$  65% (m/v) (Vetec, Rio

de Janeiro) destilado usando o destilador ácido TE-126 (Tecnal, Piracicaba/SP), H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% (m/ v) (Tédia Brazil) e água ultra-pura. Para o preparo da curva de calibração, foi utilizada uma solução de referência (SpecSol, São Paulo) de 1000 mg L<sup>-1</sup> de S 5 % (v /v) de HNO<sub>3</sub>. Foram utilizadas seis amostras, de diferentes °API, provenientes da Bacia Potiguar.

### 2.3 Digestão das amostras para serem analisadas no ICP-OES

Todos os frascos foram cuidadosamente lavados com sabão neutro e água destilada, e depois de secos foram submetidos a um programa de limpeza, com ácido nítrico e água. Primeiro, as amostras foram homogeneizada em aquecedor com agitador magnético da Tecnal, modelo TE 085, à 55°C. Após homogeneização, foi pesado ≈ 0,1 g da amostra, em triplicata, em frascos do sistema digestor e adicionados 6 mL de HNO<sub>3</sub> 65% e 3 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%. Os reagentes permaneceram em contato com a amostras durante 10 minutos antes de serem levados ao digestor. Passado esse tempo, os frascos foram então submetidos ao programa de digestão apresentado na Tabela 1.

Potência (W)	Ramp (min)	Hold (min)
250	10	5
400	10	3
500	10	3
0	-	-
650	5	3
0	-	2
850	5	5
0	-	2

Tabela 1: Condições utilizadas para digestão de amostras de petróleo em forno micro-ondas.

Depois da digestão, os frascos foram removidos do forno de micro-ondas, e cuidadosamente abertos após o resfriamento até temperatura ambiente. Após a digestão e resfriamento dos frascos até temperatura ambiente, as soluções dos digeridos foram transferidas para tubos tipo Falcon graduados de 15 mL e avolumados com água ultrapura para um volume de 15 mL. Por fim, as soluções foram diluídas (1:5) com água ultrapura e submetidas à análises por ICP OES, para determinação da concentração de enxofre.

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a determinação do enxofre, uma curva de calibração de calibração externa

preparada com padrões aquosos foi utilizada como estratégia de calibração numa faixa de concentração de 1-320 mg L<sup>-1</sup>. Os parâmetros de méritos obtidos encontram-se na Tabela 2.

Parâmetros	S (180,7nm)
Faixa linear de trabalho (mg L <sup>-1</sup> )	1 -320
Faixa linear de trabalho (mg L <sup>-1</sup> )	0,99507
Slope (s L/μg)	189,576
LOD (μg/g)	0,0002
LOQ (μg/g)	0,0006

Tabela 2: Parâmetros de mérito para determinação S em amostras de petróleo por ICP-OES.

Na Tabela 3 estão apresentados os resultados obtidos para as seis amostras de petróleo através da determinação por ICP-OES. Como pode ser observada, a recuperação está dentro da faixa aceitável para esse tipo de matriz (80 a 120%) demonstrando assim, a eficiência do método do preparo escolhido.

	P1	P2	P3	P4	P5	P6
<b>Média (mg L<sup>-1</sup>)</b>	4121	289	505	349	3668	3478
<b>Desvio Padrão</b>	122	10	23	12	45	50
<b>DPR%</b>	2,96	3,42	4,64	3,48	1,24	1,44
<b>Recuperação (%)</b>	92	86	90	83	86	86

Tabela 3: Resultados obtidos para determinação de S por ICP OES nas amostras de petróleo.

Para comprovar a eficiência da metodologia desenvolvida, as amostras foram analisadas pela técnica de Espectrometria fluorescência na região do ultravioleta (FUV), segundo norma oficial ASTM D5453. Esta técnica usa, como preparo da amostra, a diluição direta em tolueno, as quais foram pesadas aproximadamente 0,1g em um balão volumétrico de 10mL, avolumados com tolueno e homogeneizada por agitação e inversão e analisados no equipamento ANTEK 9000 HNS. Para efeito de comparação, resultados de três amostras foram apresentados na Tabela 4. Foi realizado o Teste t para observar se houve diferença significativa entre os valores das concentrações obtidos.

	Digestão (mg kg <sup>-1</sup> ) por ICP-OES	Diluição direta (mg kg <sup>-1</sup> ) Por FUV	t calculado	t tabelado
P1	4121	4138	0,076	4,30
P5	3668	3578	0,775	
P6	3478	3435	0,348	

Pode ser observado que os resultados são muito semelhantes, quase não havendo diferença entre eles. Todos os valores de t calculados ficaram menores que o t tabelado para 95% de confiança para n=3, indicando que não há diferença significativa entre as metodologias.

## 4 | CONCLUSÕES

Diante dos resultados apresentados, a metodologia de preparo de amostra por digestão usando forno de micro-ondas e posterior determinação de enxofre por ICP OES apresentou um ótimo desempenho quando comparado com a diluição direta da amostra e quantificada em equipamento fundamentado em método oficial para determinação de enxofre em petróleo (ASTM D5453). Pode-se concluir que a utilização da metodologia proposta para a digestão e mostrou-se eficiente.

## 5 | AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à ANP e à CAPES pelas bolsas de estudo concedidas, à Central Analítica do NUPPRAR e à UFRN pela disponibilização dos equipamentos utilizados no desenvolvimento deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

ASTM AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). Annual Book of ASTM Standards:section 05 – *Petroleum products, lubricants, and fossil fuels*. Pennsylvania: ASTM, 2011

CANCIAN, R. V. *Estudo da distribuição de enxofre em frações destiladas de petróleos e análise multivariada das frações*. 2010. 156f. Dissertação (Mestrado de Química), Programa de Pós-Graduação em Química do Centro de Ciências Exatas. Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória. 2010.

CANCIAN, R. V.; MORIGAKI, M. K.; SAD, C. M. S.; FILGUEIRAS, P. R.; CASTRO, E. V. R. *Análise Multivariada do Teor de Enxofre em Frações de Petróleo*. In: Seminário de Laboratórios do IBP, 3, 2010, Rio de Janeiro. -RJ. 2010.

COUTINHO, R. C. C., *Estudo da Estabilidade de Emulsões de Água em Petróleos*. 2005. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro.

RIAZI, M. R. *Characterization and Properties of Petroleum Fractions*. 1. ed. Kuwait: American Society for Testing and Materials International. 2005.

THOMAS, J. E. *Fundamentos de Engenharia de Petróleo*, Interciência, 2004.

Agência Brasileira do ISBN  
ISBN 978-85-7247-159-6

