

## Desenvolvimento de método para digestão de amostras de óleos com aquecimento por micro-ondas para determinação de Ni e V

\*Camille Rodrigues Chaves (IC)<sup>2</sup>, Humberto B. Novaes (PQ)<sup>1</sup>, Akie K. Avila (PQ)<sup>1</sup> Paulo B. Dutra<sup>2</sup> (PQ)

<sup>1</sup>QualityLab Consultoria em Química Ltda - Fundação BIO RIO, Ilha do Fundão, 21941904, Rio de Janeiro, Brasil

<sup>2</sup> Instituto de Química – Universidade Federal do Rio de Janeiro – Ilha do Fundão, Rio de Janeiro, Brasil

Email: camillesmylle@yahoo.com.br

Palavras Chave: Digestão, metais, micro-ondas, mufla.

### Introdução

A análise e caracterização química e físico- química dos diversos tipos de amostras da indústria de óleo, permite o acompanhamento dos estudos de otimização das condições operacionais dos processos pertinentes às áreas de exploração, produção, refino e abastecimento.

Este trabalho tem como objetivo o estudo de uma nova metodologia de digestão de amostras de óleo visando reduzir o tempo de análise na determinação de metais. A digestão da amostra de óleo é realizada em mufla com aquecimento por microondas seguindo uma programação de patamares crescentes de temperaturas. As amostras são retomadas em meio ácido e a determinação de metais é realizada por espectrometria de absorção atômica por chama.

### Resultados e Discussão

Para avaliar o novo método proposto foram escolhidos para estudo os elementos Ni e V, para os quais se dispunha de amostra de referência (ASTM), além de serem os principais elementos utilizados na caracterização do óleo. As amostras foram preparadas em triplicata e as médias dos resultados obtidos são apresentadas na tabela 1. Os resultados obtidos foram avaliados estatisticamente por dois métodos diferentes. O primeiro, utilizando a distribuição de *Student* para o cálculo do intervalo de confiança (Z), no qual o valor de referência deve estar contido no intervalo de confiança calculado para cada conjunto de dados (tabela 1). No segundo, utilizou-se o teste T, onde se estabelece um teste de hipótese nula. Neste teste, o T<sub>cal</sub>, dado pela equação:  $|T_{cal}| = |\bar{x} - \mu_0| * \sqrt{n/s}$ , onde, s = desvio padrão,  $\bar{x}$  = média das replicatas,  $\mu_0$  = valor ASTM e n = n° de replicatas, é comparado com o T<sub>crítico</sub> (tabela 2).

Tabela 1: Média dos resultados de Ni e V

Elemento	Ni (mg/Kg)	V (mg/Kg)
Valor ASTM	58	206
$\bar{x} \pm Z$	62 ± 4	210 ± 13

Z - intervalo de confiança calculado,  $\bar{x}$  - média das concentrações obtidas

Os valores de referência das concentrações de Ni e V estão contidos nos respectivos intervalos de confiança obtidos. Portanto, pode-se afirmar que os valores encontrados para os analitos estudados são estatisticamente iguais aos respectivos valores de referência.

Tabela 2: Valores de T calculado e crítico

Elemento	Ni	V
T <sub>cal</sub>	2,9	1,3
T <sub>crítico</sub>	4,3	

O mesmo pode ser verificado quando a comparação dos resultados é feita através do teste t, onde o t<sub>cal</sub> em modulo é menor que o T<sub>crítico</sub>. Assim, a hipótese nula é aceita, demonstrando que  $\bar{x}$  é estatisticamente igual ao valor de referência.

### Conclusões

O método digestão desenvolvido pode ser eficientemente utilizado no preparo de amostras de óleo para determinação de Ni e V, visto que reduz significativamente o tempo analítico. Outros analitos estão sendo estudados em continuidade a este trabalho.

### Agradecimentos

Aos professores Paulo Bechara Dutra, Humberto Brevilato Novaes e Akie Ávila pelo projeto, estágio e orientação.

Fundação BioRio – QualityLab

<sup>1</sup> Laponi, J. C.; *Estatística usando Excel*, 2005, 13, 49.

<sup>2</sup> Montgomery, C. D.; Runger, C. G; *Estatística Aplicada e Probabilidade para engenheiros*. 1999, 9, 179.