

210

ESTABILIZAÇÃO E DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS VOLÁTEIS DE VANÁDIO EM AMOSTRAS DE PETRÓLEO USANDO Pd COMO MODIFICADOR E HR CS AAS. *Andréia Pinho dos Santos, Marcia Messias da Silva, Maria Goreti Rodrigues Vale (orient.) (UFRGS).*

Vanádio deriva principalmente da formação do petróleo, e ocorre na forma de porfirinas apolares. A sua concentração fornece informações sobre a origem do óleo. E mais, vanádio pode acarretar séria corrosão nos superaquecedores nas usinas. O teor deste elemento no petróleo, e sua exata determinação é portanto de grande importância. Espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GF AAS) é sempre a técnica de escolha para determinação de V em óleo cru por sua sensibilidade, o que permite a diluição do óleo, e devido a sua tolerância a matrizes e solventes orgânicos. Além do que os compostos de V são "considerados" termicamente estáveis, permitindo o uso de elevadas temperaturas de pirólise, o que possibilita a remoção da matriz antes da etapa de atomização. Entretanto usando um equipamento de Espectrometria de Absorção Atômica de Alta Resolução com Fonte Contínua (HR-CS AAS) com elevada capacidade de correção de fundo, foi possível observar que cerca de 40% do V no óleo era perdido a temperaturas de pirólise $> 400^{\circ}\text{C}$; o restante do analito sendo estável até 1600°C . Tais perdas não puderam ser detectadas usando equipamento de GF AAS devido ao forte fundo observado em temperaturas $< 600^{\circ}\text{C}$. O material de referência usado NIST SRM 1634c, metais traço em óleo combustível residual, não se mostrou adequado para elucidar as perdas, já que o mesmo continha somente uma pequena porção de compostos voláteis. A introdução de $20\ \mu\text{g}$ de Pd no tubo de grafite mostrou-se eficiente para prevenir as perdas a baixas temperaturas, permitindo a determinação de V usando GF AAS. O valor de massa característica obtido foi $m_0 = 28\ \text{pg V}$ e o limite de detecção cerca de $0,07\ \mu\text{g g}^{-1}\ \text{V}$ em óleo. CNPq, CAPES, Fapergs, Analytik Jena AG (Fapergs).