

Dispersão superficial de petróleo no mar: Avaliação experimental do método SFT para aplicação de dispersante químico

Amaral, A. S.*^{1,2}; Merlo, B. S.²; Manhães, S. R.²; Rainha, K. P.²; Nascimento, M. H. C.^{1,2}; Côgo, S. M. B.^{1,2}; Rodrigues, J. G. A.²; Dalmaschio, C. J.^{1,2}; Ferreira, S. A. D.²; Castro, E. V. R.^{1,2}

¹ Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES, Brasil.

² Núcleo de Competências em Química do Petróleo (NCQP/Labpetro), Centro de Ciências Exatas, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES, Brasil.

* e-mail: amanda.souzaamaral@gmail.com

Resumo

Os dispersantes são soluções de surfactantes que degradam a mancha de óleo superficial em gotículas que serão dispersas na coluna d'água formando uma pluma, favorecendo a degradação dos hidrocarbonetos por organismos decompositores. No Brasil, dispersantes químicos comerciais devem apresentar eficiência mínima no método SFT (*Swirling Flask Test*) como critério para receber concessão do registro pela Instrução Normativa 7. A fim de implementar o método, realizou-se um planejamento experimental obtendo condições otimizadas de análise. Após essa otimização, foram realizadas análises que apresentaram coeficientes de variação dentro dos limites estabelecidos pelo documento orientativo do INMETRO. Na implementação do SFT, caracterizado pelo uso de erlenmeyers modificados em condição de baixa energia de agitação, foi utilizado um petróleo pesado da produção *offshore* brasileira, AMB5 (19,5 °API), e a partir das várias repetições do teste, foi possível obter valores de eficiência de dispersão (%EFF) dentro dos estabelecidos pela literatura após a otimização, chegando a 2,57% de eficiência. Além disso, verificou-se uma diminuição significativa do coeficiente de variação (CV), alterando de 62,80% nos ensaios não otimizados para 27,65% depois da otimização teórica e em análises mais recentes, após o ajuste da curva de calibração, foi reduzida para 10,35%. Com esses resultados experimentais, pode-se afirmar que o método SFT foi devidamente implementado no Laboratório de Intemperismo do NCQP/Labpetro - UFES e avaliou-se estar validado para petróleos pesados.

Palavras-chave: Derramamento de petróleo; Contingência offshore; Intemperismo superficial

Abstract

Dispersants are solutions of surfactants that facilitate the degradation of oil slicks into droplets. These droplets subsequently disperse throughout the water column, thereby creating a plume. This process is known to promote the degradation of hydrocarbons by decomposer organisms. In Brazil, the registration of commercial chemical dispersants is subject to a minimum efficiency requirement in the SFT (*Swirling Flask Test*) under Normative Instruction 7. In order to implement the method, an experimental design was carried out to obtain optimised analysis conditions. Subsequent to this optimisation, analyses were conducted, which demonstrated that the coefficients of variation fell within the limits stipulated by INMETRO's guidance document. For heavy Brazilian offshore oil, AMB5, it was possible to obtain dispersion efficiency values (%EFF) within those established in the literature after optimization, reaching 2.57% efficiency. In addition, there was a significant reduction in the coefficient of variation (CV), from 62.80% in the non-optimized tests to 27.65% after optimization and reaching 10.35% in more recent analyses. With these results, it can be said that the SFT test has been properly validated and implemented in the Laboratório de Intemperismo do NCQP/Labpetro - UFES.

Keywords: Oil spill; Offshore contingency; Surface weathering

1. Introdução

Desastres ambientais com derramamento de óleos e outros produtos da indústria petroquímica têm sido um problema crescente no Brasil e no mundo por causarem impactos nos ecossistemas marinhos e costeiros, resultando em processos de degradação e desequilíbrio ambiental. O aumento da produção *offshore* e dos processos de exploração e produção (E&P) e, em especial, de transporte marítimo, elevam o risco de acidentes (Fernandes et al., 2015; Singh et al., 2020).

Acidentes envolvendo derramamento de petróleo ainda são recorrentes no cenário nacional, apresentando diversos impactos sociais, econômicos e ambientais. A gestão eficaz dessas ocorrências é uma preocupação em termos de preservação ambiental e de segurança industrial. Nesse contexto, os dispersantes químicos têm se destacado como uma ferramenta para minimizar os impactos desses acidentes.

Os dispersantes químicos são soluções contendo moléculas surfactantes, como Tweens ou Spans, que apresentam característica anfifílica. Por possuírem uma extremidade polar, que irá interagir com a água do mar, e uma extremidade apolar, que irá interagir com a mancha de óleo, os surfactantes presentes no dispersante quebram a tensão interfacial entre água e óleo permitindo a formação de gotículas mediante a ação da turbulência atmosférica e oceânica (Holder et al., 2015).

Na dispersão, a interface água-óleo perde a força coesiva e adesiva entre as moléculas e o petróleo fragmentado se mistura à coluna d'água. A aplicação de um produto dispersante à mancha de óleo na superfície do mar contribui para a formação de uma pluma de gotículas dispersas, cujas partes podem permanecer em suspensão ou à deriva no ambiente marinho.

A pluma representa a formação de uma região com densidade diferente da água do mar. A aplicação de dispersante favorece a formação dessa "pluma" uma vez que cria gotículas muito pequenas mais facilmente dispersas na coluna d'água com menor chance de aglutinar.

A eficiência de um dispersante químico está associada à capacidade de promover a formação da pluma, evitar a coalescência do óleo e, portanto, promover o aumento da área superficial, que favorece a degradação dos hidrocarbonetos (Lewis, 2018).

Neste processo, a formação de emulsão do tipo água-óleo (W/O, do inglês water-in-oil) impede a coalescência de pequenas gotículas de óleo, que tende a ocorrer progressivamente, devido ao seu arraste pela coluna d'água (Figura 1) (Zhu et al., 2022).



Figura 1. Representação do efeito do dispersante na mancha de óleo.

Determinar a eficiência desses produtos químicos é essencial para uma aplicação satisfatória. No Brasil, a determinação da eficiência pelo método SFT (*Swirling Flask Test*) é um dos critérios estabelecidos pela Instrução Normativa 7, do IBAMA, para o registro de dispersantes químicos utilizados no combate a derramamentos de petróleo e seus derivados no mar (IBAMA, 2024).

Diante do conhecimento na literatura de alta variabilidade do método SFT (Sorial et al., 2006), realizou-se um planejamento experimental (*Design of Experiments*, DoE), metodologia científica utilizada para planejar, conduzir e analisar experimentos de forma eficiente e eficaz, para reduzir a variabilidade do método. O planejamento apresentou os seguintes objetivos: realizar experimentos de forma sistemática; variar todos os fatores analisados ao mesmo tempo; e propor um modelo empírico que proporcione otimização de tempo e recursos, confiabilidade e robustez nos resultados dos experimentos ao longo do projeto (Santos et al., 2019; Folli et al., 2024).

Este trabalho teve como objetivo analisar as respostas laboratoriais obtidas a partir do planejamento experimental dos ensaios de dispersão superficial de petróleo em baixa energia, com intuito de avaliar a efetividade e a consistência da implementação do método SFT no Laboratório de Intemperismo do Núcleo de Competências em Química do Petróleo (NCQP/Labpetro), para fins de registro de dispersantes químicos no Brasil.

2. Metodologia

Uma amostra de petróleo, da produção *offshore* brasileira. Foi codificado como AMB5 pelo Laboratório de Ambiental do NCQP/Labpetro. O óleo é classificado petróleo pesado de acordo com o seu °API

de 19,5 e densidade a 20 °C de 0,9372 g.cm⁻³. Outros resultados de caracterização físico-química estão descritos em [Côgo et. al. \(2024\)](#).

Todos os testes foram realizados utilizando o dispersante químico Corexit® 9500. No preparo da água do mar sintética 34,0 g.L⁻¹, dilui-se 34,0 g de sal marinho *Tetra Instant Ocean Sea Salt*® em 1,0 litro de água destilada, coletada no sistema de purificação da Gehaka, modelo OS20LXE, com condutividade 0,05 µS/cm e resistividade 18,5 MΩ.cm. Com a água destilada nas mesmas condições, preparou-se a solução salina 35,0 g.L⁻¹, utilizando-se 35,0 g do sal marinho.

Execução do método SFT

Preparo das soluções óleo-dispersante

A partir da densidade a 20 °C, foi calculada a massa de óleo a ser pesada para preparar o Frasco-1, uma mistura de dispersante e óleo (1:10 v/v). Em seguida prepara-se o Frasco-2, diluição de uma alíquota do Frasco-1 em diclorometano (1:9 v/v). Com o Frasco-2, criou-se a curva de calibração através da extração líquido-líquido (ELL) de volumes previamente estabelecidos de 30 mL de solução salina com 15 mL de diclorometano (DCM), avolumado para 20 mL.

Curvas de calibração: EPA e CEDRE

Para a quantificação de hidrocarbonetos dispersos em DCM, foram preparados extratos óleo-dispersante em diferentes concentrações a partir de alíquotas do Frasco-2, representando os pontos distribuídos na curva de calibração. Inicialmente, a curva de calibração seguia os parâmetros na norma EPA 40 CFR (1994), com faixa de trabalho entre 1,0 e 10,0 mg/L. No entanto, para as condições de análise às concentrações encontradas nas amostras reais de petróleo, ajustou-se a faixa de trabalho para a variação entre 0,1 e 5,0 mg/L, com base na adaptação desenvolvida internamente pelo CEDRE, associação francesa especializada em contingência e mitigação em casos de derramamento de óleos.

Ensaio de dispersão nos erlenmeyers modificados

Para a análise de dispersão, 100 µL do Frasco-1 foram adicionados a um erlenmeyer modificado com 120 mL de solução salina 34,0 g.L⁻¹ previamente posicionados em uma mesa orbital (Gehaka, modelo AO-370). Após agitação por 20 minutos e repouso por 10 minutos, coletou-se uma alíquota de 30 mL da amostra de água com gotículas de óleo-dispersante dispersas, em seguida, realizou-se a ELL com uso de 15 mL de DCM.

Com os extratos de DCM, contendo a massa de óleo dispersa, foram realizadas análises no UV-Vis Perkin Elmer, modelo Lambda 45, do Laboratório de Instrumentação do NCQP/Labpetro, usando cubeta de quartzo de 3,5 mL, com caminho óptico de 10 mm. As leituras foram realizadas em três comprimentos de

onda: 340, 370 e 400 nm. As eficiências de dispersão (%EFF) do dispersante no óleo foram calculadas para cada configuração de análise, seguindo as equações abaixo (EPA 40 CFR, 1994).

$$RF_x = \left(\frac{C}{A_x} \right) \quad (1)$$

$$C_x = A_x \cdot RF_x \cdot V_{DCM} \cdot \left(\frac{V_{tw}}{V_{ew}} \right) \quad (2)$$

$$\%EFF = \left(\frac{C_{médio}}{C_{total}} \right) \cdot 100 \quad (3)$$

Legenda:

RF_x = fator de resposta média para os comprimentos de onda x;

C = concentração da solução;

A_x = absorbância espectrofotométrica nos comprimentos de onda x;

C_x = massa total de óleo disperso em cada comprimento de onda x;

V_{DCM} = volume final da extrato de DCM, incluindo a amostra (20 mL);

V_{tw} = volume total de água salina adicionada no erlenmeyer (120 mL);

V_{ew} = volume de amostra usado na extração (30 mL);

%EFF = percentagem de óleo disperso;

C_{médio} = média aritmética da C_x;

C_{total} = massa de óleo adicionada ao erlenmeyer modificado.

Execução do planejamento experimental

Foram conduzidos alguns experimentos preliminares com o objetivo de aprofundar a compreensão do método analítico a ser implementado, seguindo a norma EPA 40 CFR Apêndice C na Parte 300 (1994). Nesta fase, foram identificados os parâmetros a serem avaliados e a otimização. A partir dessas análises, foram selecionados os fatores que empiricamente pareciam influenciar o sistema em estudo e suas respectivas faixas de trabalho. Após esta triagem, foi usado um planejamento fatorial completo 2⁴, para estudar os efeitos de 4 variáveis em dois níveis e suas interações: (1) conformação dos erlenmeyers modificados na mesa (A ou B); (2) número de operadores por ensaio (1 ou 2 analistas); (3) tempo de repouso da dispersão antes da extração (10 ou 15 min); (4) salinidade da água do mar sintética (34,0 g.L⁻¹ ou 35,0 g.L⁻¹).

Foram realizados os 16 experimentos, do planejamento fatorial completo 2⁴, seguindo aleatoriedade na ordem de execução e as condições estabelecidas pelo modelo desenvolvido usando o *software* Minitab®. Os valores de eficiência de dispersão (%EFF) resultantes do sistema óleo-dispersante no método SFT foram processados usando o modelo teórico e comparou-se os resultados dos testes de bancada com os estimados. Um modelo empírico foi desenvolvido com base nas respostas dos fatores em estudo e em suas interações, permitindo a identificação do ponto ótimo das variáveis analisadas.

Otimização das condições experimentais

A partir do modelo empírico descrito no planejamento experimental foram executados testes seguindo as condições ótimas indicadas, a fim de constatar se o modelo teórico conseguiu descrever os parâmetros otimizados. Em triplicata, foram executados os ensaios de dispersão SFT para o petróleo pesado (AMB5), em erlenmeyers modificados posicionados na conformação A da mesa agitadora, com procedimentos realizados por 2 analistas, para redução do tempo de análise, mantendo as dispersões em repouso por 10 minutos antes das extrações, em testes usando água com concentração de salinidade de 34,0 g.L⁻¹.

Os resultados obtidos nessas condições foram submetidos a uma análise estatística e comparados aos critérios de aceitação definidos previamente no protocolo experimental. A avaliação considerou os limites de eficiência propostos para a implementação do método e os critérios de reprodutibilidade, conforme recomendações do INMETRO (DOQ-CGCRE-008, 2020) e da literatura técnica especializada.

3. Discussão dos resultados

Planejamento experimental e otimização teórica

Com o intuito de minimizar essa variabilidade e analisar quais fatores realmente influenciam os resultados do teste de dispersão, realizou-se um planejamento experimental como parte do processo de implementação do método SFT. O planejamento dos experimentos identificou como “condição ótima” os seguintes parâmetros: o fator X1 como a conformação A da mesa; o fator X2 como 1 operador; o fator X3 como 10 minutos de repouso; e o fator X4 como salinidade a 34,0 g.L⁻¹.

Como resultado teórico do planejamento de experimentos foram obtidos como valores máximo da eficiência de dispersão (%EFF) e mínimo de coeficiente de variação (CV), respectivamente, 14,97% e 24,60%. Outros resultados e discussões deste planejamento experimental estão descritos detalhadamente no trabalho de [Merlo et al. \(2024\)](#).

A relevância destes parâmetros na composição da “solução ideal”, apontados como resposta do modelo teórico, ajudou a estabelecer a condição otimizada de análise do método SFT no Laboratório de Intemperismo.

Otimização do tempo pela alteração do fator X2

Nessa condição otimizada, foram realizados testes de eficiência de dispersão ao longo de 3 meses com amostras variadas e os resultados obtidos se mostraram dentro do estabelecido pelo planejamento, sendo ainda mais aprimorado as variações do método.

O primeiro ajuste operacional na condição otimizada de análise, foi a alteração do número de operadores, a fim de que as análises fossem realizadas em menor tempo possível, mesmo que o resultado apontado na solução ideal fosse para 1 operador. Optou-se por este ajuste, uma vez que a resposta

obtida no planejamento para esse fator não apresentava alta significância (Figura 2 e Figura 3).

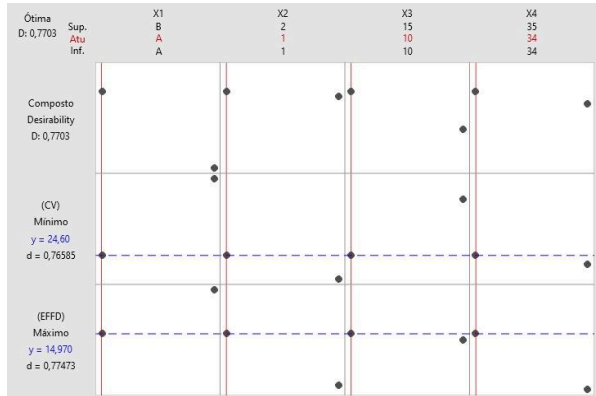


Figura 2. Análise de desejabilidade. Fonte: Merlo et al. (2024).

Pelo gráfico de Pareto (Figura 3), observa-se que o fator X4 (salinidade da água) foi o único a apresentar efeito significativo na eficiência de dispersão. Contudo, sua influência não se manteve significativa ao se considerar as interações com os demais fatores. Pela análise de desejabilidade (Figura 2), observa-se que a inclinação da reta de desejabilidade composta para o fator X2 (quantidade de operadores) é pequena em comparação aos demais fatores.

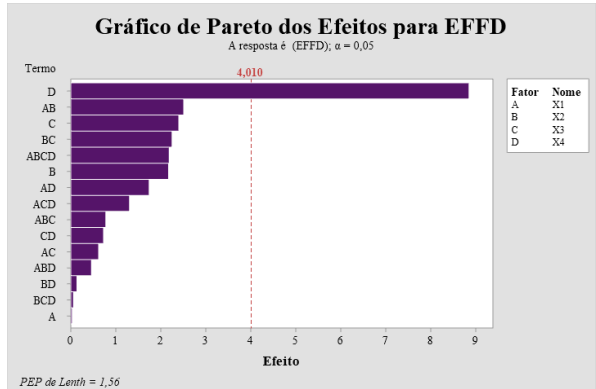


Figura 3. Gráfico de Pareto demonstrando como cada termo influência à obtenção da eficiência média. Fonte: Merlo et al. (2024).

Resultados SFT após a aplicação do planejamento

A Tabela 1 apresenta os percentuais de eficiência de dispersão, desvio padrão e coeficiente de variação, obtidos em duas condições de análise: a primeira (AMB5-A), refere-se aos ensaios executados anteriormente ao estabelecimento das condições otimizadas a partir do planejamento experimental, e o segundo resultado (AMB5-D) foi obtido seguindo o procedimento otimizado.

Tabela 1: Resultados SFT antes e após o planejamento experimental.

Condição	%EFF	Desvio (%)	%CV
AMB5-A	8,77	5,51	62,80
AMB5-D	4,86	1,34	27,65

Foram realizadas três análises sob as condições otimizadas estabelecidas pelo planejamento, os resultados obtidos foram de $4,86 \pm 1,34\%$ de eficiência e 27,65% de coeficiente de variação. Portanto, pode-se afirmar que foi possível encontrar um modelo teórico, estabelecido pelo *software*.

A comparação entre os dados obtidos antes e após a otimização evidencia uma melhoria expressiva na reprodutibilidade. O coeficiente de variação foi reduzido de 62,8% para 27,65%, e o desvio padrão caiu de 5,51 para 1,34. Esses resultados representam uma maior similaridade entre os ensaios e melhor representatividade entre as triplicatas, refletindo o controle das variáveis críticas do sistema.

Com base no resultado de AMB5-D, ou seja, petróleo pesado (19,5 °API) analisado após o planejamento experimental e por dois operadores, foi de %EFF de $4,86 \pm 1,34\%$. Por ser um óleo pesado, esse comportamento de dispersão sugere uma presença acentuada de compostos de polares (resinas e asfaltenos), que tendem a desfavorecer a miscibilidade e a fragmentação da mancha.

Otimização da curva calibração

O segundo ajuste operacional nas condições ótimas de análise, foi a necessidade de modificar a faixa de trabalho da curva de calibração, uma vez que anteriormente seguia as concentrações determinadas pelo método EPA 40 (1994) e, atualmente, incluiu-se o ajuste na distribuição dos pontos da curva com base no procedimento operacional do CEDRE (Tabela 2).

Tabela 2: Pontos da curva de calibração de acordo com EPA e CEDRE, por concentração de hidrocarbonetos em mg/mL.

Pontos	EPA 40 CFR	CEDRE
1	0,0594	0,0580
2	0,1188	0,1165
3	0,5939	0,2904
4	1,1877	0,4355
5	2,3755	0,5807
6	4,8049	0,8711
7	-	1,1615

Ao longo das análises, verificou-se que a curva de calibração determinada pelo método EPA 40 CFR não satisfazia as análises sendo realizadas. Foi observado que os pontos da curva estavam passando do limite de detecção do UV-Vis, comprometendo a linearidade e a sensibilidade analítica. Mediante os estudos desenvolvido no protocolo CEDRE, para maior confiabilidade para vários tipos de óleo, principalmente os mais pesados, assim a nova faixa de concentrações foi adotada para melhor adequação à amostra.

Para garantir a representatividade dos dados, foi necessário promover o ajuste da linearidade dos pontos experimentais, assegurando que a resposta

analítica permanecesse proporcional à concentração de óleo disperso em água dentro da faixa de trabalho. Além disso, o ajuste permitiu adequar o sinal analítico aos limites operacionais do método. Com isso, a curva calibrada passou a refletir de forma mais realista as concentrações, especialmente para óleos pesados com baixa eficiência de dispersão.

Comparação da influência da curva de calibração para a variabilidade dos resultados

Os resultados obtidos com as diferentes curvas de calibração estão apresentados na Tabela 3, que compara os parâmetros de eficiência (%EFF), desvio padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) para três condições experimentais: antes do planejamento (AMB5-A), depois do planejamento (AMB5-D) e com a nova faixa de trabalho da curva de calibração (AMB5-NC).

Tabela 3: Respostas do SFT obtidas em três condições de análise.

Condição	%EFF	Desvio (%)	%CV
AMB5-A	8,77	5,51	62,80
AMB5-D	4,86	1,34	27,65
AMB5-NC	2,57	0,27	10,35

Os novos resultados, obtidos com as concentrações da curva otimizada com base no CEDRE, demonstraram uma redução significativa na variabilidade das respostas analíticas, refletida pelo coeficiente de variação (CV) de 10,35%. Esse valor é consideravelmente menor em comparação aos dados anteriores (27,65% para a curva antiga e 62,80% para as variáveis não otimizadas). A eficiência média de 2,5% corrobora os dados reportados na literatura, que indicam baixa dispersão para óleos pesados devido à sua alta viscosidade e complexidade química.

Além disso, o critério estabelecido pela EPA 40, que admite um CV de até 14% para métodos analíticos em matrizes complexas, reforça a confiabilidade dos resultados obtidos. A proximidade dos valores de eficiência com os descritos na literatura, onde petróleos pesados geralmente apresentam dispersão reduzida, válida a consistência metodológica empregada (Fingas, 2015).

Avaliação do critério de reprodutibilidade

De acordo com o documento orientativo "Orientação sobre Validação de Métodos Analíticos" do INMETRO, para amostras na faixa de concentração entre 0,1 e 1,0 mg/mL, o critério de aceitação para a reprodutibilidade estabelece um coeficiente de variação (CV) de até 10%. Os resultados obtidos, conforme apresentado na Tabela 4, revelaram um CV de 10,35% mesmo após todas as etapas de otimização, valor ligeiramente superior ao recomendado. No entanto, esse pequeno desvio pode ser considerado aceitável frente à complexidade dos extratos avaliados. O petróleo pesado, por sua elevada viscosidade e

composição complexa, dificulta a homogeneização e, consequentemente, a sua interação com o dispersante, influenciando negativamente a eficiência do processo de dispersão. Além disso, o extrato foi diluído em diclorometano (DCM), um solvente altamente volátil, cujas perdas durante o manuseio podem introduzir variações adicionais na análise. Esses fatores, aliados ao fato de o método reproduzir condições próximas às reais, justificam a leve variação observada acima do limite estipulado, sem comprometer a confiabilidade.

Avaliação da variância de reprodutibilidade

A Tabela 4 apresenta os valores mínimo, máximo e mediano das variâncias de reprodutibilidade obtidas para as diferentes condições de análise, o que possibilita a comparação dos resultados dos protocolos avaliados.

Tabela 4: Avaliação da variabilidade a partir da estatística descritiva.

Condição	mínimo %EFF	máximo %EFF	mediana %EFF	média %EFF	%CV
AMB5-A	1,43	21,33	6,45	8,77	62,8
AMB5-D	4,45	5,37	4,76	4,86	27,6
AMB5-NC	2,26	2,74	2,71	2,57	10,3

Os dados das variâncias de reprodutibilidade para as diferentes condições de análise evidenciaram que AMB5-A apresentou maior variação (1,43 a 21,33), indicando menor consistência nas respostas. As outras condições apresentaram resultados satisfatórios, com menores diferenças entre os valores máximo e mínimo, além de medianas de 4,76 e 2,71, respectivamente. Vale destacar que a condição AMB5-NC exibiu a menor variabilidade, configurando uma vantagem em relação à condição AMB5-D ao proporcionar maior consistência nas respostas. Na prática, essa baixa variabilidade reforça a confiabilidade do método, tornando-o mais adequado para aplicações regulatórias, controle de qualidade e operações em campo.

4. Conclusão

A aplicação do planejamento experimental permitiu uma compreensão mais aprofundada das variáveis que influenciam o desempenho do método SFT. No entanto, devido à alta variabilidade observada nos resultados, algumas adequações nas condições analíticas mostraram-se necessárias. Os resultados dos primeiros testes evidenciaram a necessidade de realizar algumas padronizações operacionais, que só se tornaram viáveis a partir das informações obtidas com o planejamento experimental, reforçando sua relevância como ferramenta de otimização metodológica. A correta definição da faixa de calibração, associada ao ajuste de outros parâmetros experimentais, contribuiu significativamente para a redução do coeficiente de variação das respostas do método SFT e, consequentemente, para a obtenção de resultados mais consistentes e confiáveis.

O coeficiente de variação obtido (10,35%) apresentou-se ligeiramente acima do critério estabelecido pelo INMETRO. No entanto, após o ajuste da curva de calibração com base nas orientações do CEDRE, os resultados podem ser considerados dentro de um intervalo aceitável, especialmente diante da complexidade da matriz analisada, composta por extratos de petróleo pesado em diclorometano. Nessas situações, o INMETRO permite certa flexibilização dos parâmetros. Diante disso, o método SFT demonstrou ser adequado para a avaliação da eficiência de dispersão superficial em ensaios de baixa energia aplicados a petróleo pesado.

Por fim, cabe ressaltar a limitação do estudo em termos de representatividade amostral, uma vez que restringiu-se à análise detalhada de uma única amostra de petróleo pesado. Neste sentido, o estudo para a validação da reprodutibilidade do método SFT deverá continuar, com a ampliação dos testes para outros tipos de petróleos, com intuito de estabelecer as condições otimizadas de aplicabilidade do método SFT, em diferentes situações de prevenção e emergência, e assim, visando contribuir para o aprimoramento das estratégias de resposta em casos de derramamento de óleo em ambientes marinho.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem ao NCQP/Labpetro - UFES, em especial, ao grupo de pesquisa dos Laboratórios de Ambiental e Intemperismo de Petróleo, e ao suporte científico oferecido pelos profissionais dos Laboratórios de Instrumentação e Quimiometria. Também agradecem o apoio das seguintes instituições parceiras: DQUI/UFES, FEST, PETROBRAS/CENPES, FAPES e CAPES.

6. Referências

[1] CÔGO, S. M. B. *et al.* Análise dos impactos do intemperismo por evaporação na composição de saturados em cenários de derramamento de petróleo no mar. *Revista Ifes Ciência*, v. 10, n. 4, 2024. DOI: 10.36524/ric.v10i4.2630.

[2] EPA. 40 CFR Appendix C to Part 300: Swirling Flask Dispersant Effectiveness Test, Revised Standard Dispersant Toxicity Test, and Bioremediation Agent Effectiveness Test. 40 CFR, 59, p. 47458, 1994.

[3] FERNANDES, F. R. C. *et al.* Portugal: ambiente em movimento. Rio de Janeiro-RJ, Brasil: CETEM, 2019. ISBN: 978-85-8261-100-5.

[4] FINGAS, M. F. Handbook of oil spill science and technology. New Jersey: John Wiley & Sons, 2014.

[5] FOLLI, G. S. *et al.* Petroleomics by design of experiments in ESI (±) FT-ICR MS analysis. *Fuel*, v. 355, p. 129391, 2024.

[6] HOLDER, E. L.; CONMY, R. N.; VENOSA, A. D.

Comparative laboratory-scale testing of dispersant effectiveness of 23 crude oils using four different testing protocols. *J. Environ. Prot.*, v. 6, n. 6, p. 628-639, 2015.

[6] IBAMA. Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis. *Instrução Normativa nº 7, de 06 de julho de 2001*. Disponível em: <https://www.ibama.gov.br/component/legislacao>. Acesso em: 09 set. 2024.

[7] INMETRO. INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA (Brasil). *Orientação sobre validação de métodos analíticos: documento de caráter orientativo*. Revisão 09. Rio de Janeiro: Inmetro, 2020. (DOQ-CGCRE-008).

[8] LEWIS, A.; PRINCE, R. C. Integrating Dispersants in Oil Spill Response in Arctic and Other Icy Environments. *Environ. Sci. Technol.*, v. 52, n. 11, p. 6098-6112, 2018.

[9] MERLO, B. S. *et al.* Implementação do teste de eficiência da dispersão química de óleo no mar. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 63. Anais... Salvador: ABQ, 2024. [\[Link\]](#)

[10] SANTOS, J. M. *et al.* Optimization of atmospheric pressure photoionization for the crude oil analysis using ultra-high resolution mass spectrometry. *J. Braz. Chem. Soc.*, v. 30, n. 4, p. 819-829, 2019.

[11] SINGH, H. *et al.* Environmental impacts of oil spills and their remediation by magnetic nanomaterials. *Environ. Nanotechnol. Monit. Manag.*, v. 14, p. 100305, 2020.

[12] SORIAL, G. A. *et al.* Laboratory testing to determine dispersion predictability of the Baffled Flask Test (BFT) and Swirling Flask Test (SFT): final report, University of Cincinnati. Relatório final submetido ao U.S. Department of the Interior, Minerals Management Service. (Report No. 513A).

[13] VENOSA, A. D.; HOLDER, E. L. Determining the dispersibility of South Louisiana crude oil by eight oil dispersant products listed on the NCP Product Schedule. *Mar. Pollut. Bull.*, v. 66, n. 1-2, p. 73-77, 2013.

[14] ZHU, Z. *et al.* Recent advancement in the development of new dispersants as oil spill treating agents. *Curr. Opin. Chem. Eng.*, v. 36, p. 100770, 2022.