

O petróleo é uma mistura complexa composta de diferentes fases que, geralmente, não podem ser distintas. A sua principal constituição é de compostos orgânicos na fase líquida, semi-líquida ou até mesmo sólida. A porção orgânica é constituída principalmente de hidrocarbonetos, que, na maioria das vezes, são fracionados durante o processo de destilação para fornecerem derivados de alto valor agregado. Além dos constituintes orgânicos, o petróleo possui outros constituintes distribuídos de maneira natural, mas nem sempre na mesma faixa de concentração, sendo eles contaminantes inorgânicos que podem afetar a atividade de catalisadores durante a etapa de refino e a qualidade dos produtos obtidos. Tendo conhecimento da existência, mesmo que de maneira heterogênea, a determinação de compostos inorgânicos presentes como elementos traço no petróleo é necessária para garantir a qualidade dos derivados obtidos, bem como para o monitoramento ambiental. Contudo, sendo o petróleo uma matriz de composição complexa, uma adequação das técnicas de decomposição e análise é necessária para que se reduza a formação de interferentes. A Espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado é uma técnica analítica largamente usada devido sua alta sensibilidade e capacidade multielementar. De qualquer maneira, na determinação de elementos inorgânicos em amostras complexas, inúmeras espécies causadoras de interferência poliatômicas podem ser formadas no plasma. Na tentativa da redução destas interferências à digestão por via úmida assistida por microondas e nebulizadores de micro-vazão com introdução simultânea de oxigênio no plasma são geralmente utilizados. Entretanto, ainda é observada imprecisão dos resultados devido à supressão do sinal. O uso de espectrômetro de massa de alta resolução pode ser usado para evitar tais interferências. Neste sentido, o objetivo deste trabalho é avaliar as condições para análise do petróleo utilizando espectrometria de massa com setor eletromagnético com plasma indutivamente acoplado (ICP-SFMS). A preparação das amostras por digestão assistida por microondas foi avaliada com intuito de obter baixo teor de carbono residual. Os parâmetros instrumentais estudados foram a potência aplicada, vazão de gás (plasma, auxiliar e nebulizador), lentes de extração, lentes de foco, lentes deflexão-X e Y, forma das lentes e potencial do setor de campo magnético. A resolução foi ajustada de modo a evitar interferências poliatômicas. As medidas de Ag, B, Ba, Be, Bi, Cd, Li, Mo, Pb, Sb, Sn, Sr e Tl foram realizadas em baixa resolução; Al, Ca, Ce, Co, Cu, Cr, Fe, Mg, Mn, Ni, Ti, V, Zn foram realizadas em média resolução, enquanto a alta resolução foi usada para As e Se. A exatidão do método foi avaliada usando material de referencia certificado de óleo lubrificante (NIST 1084a) e testes de recuperação de analito. Os valores obtidos para o material de referência certificado e os testes de recuperação são de 97% e de 92 a 105%, respectivamente. Acima de 500 mg de amostra foi possível a digestão completa, com teor de carbono residual inferior a 5%. Somado a isso, mais de oito amostras podem ser simultaneamente decompostas pela técnica de digestão e que, juntamente à presença reduzida de interferentes poliatômicos, torna o método adequado para análise de rotina.