

Título: CARACTERIZAÇÃO MULTIELEMENTAR DE PETRÓLEO POR ESPECTRO-METRIA DE MASSAS COM PLASMA INDUTIVAMENTE ACOPLADO (ICP-MS)

Autores: Teresa C. Fonseca^a, Peter Szatmari^a, Norbert Miekeley^b e Carmem L. Porto da Silveira^b

Instituições .: ^a Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da Petrobrás (CENPES), Brasil
^b Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), Brasil

O conhecimento da concentração e do perfil dos elementos traço em amostras de petróleo é útil para a caracterização geoquímica de reservatórios, para ações preventivas e corretivas durante a produção de petróleo e refino e, eventualmente, para identificação da fonte em caso de contaminações por óleo. Neste trabalho, a espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) foi usada para a determinação de 38 elementos menores e traço em 78 amostras de petróleo representativas de todas as seis bacias sedimentares terciárias cretáceas produtoras na margem atlântica do Brasil, nove da bacia paleozóica do Alto Amazonas (Solimões) e nove bacias sedimentares fora do Brasil. Foi desenvolvido um procedimento para decomposição de petróleo, assistida por microondas em sistema fechado e sob alta pressão, e estabelecidas as condições ótimas para determinação multielementar com ICP-MS, usando um instrumento de baixa resolução (quadrupolo). As calibrações foram realizadas em ambos os modos: semiquantitativo e quantitativo. O procedimento analítico foi validado pelos resultados concordantes obtidos para um dos poucos materiais de referência certificado de óleo disponíveis: o NIST 1084. Para este material, a repetitividade média foi de 4% e a exatidão melhor do que 5% para 9 dos 10 elementos certificados. Para a seleção dos elementos a serem investigados, posteriormente, visando sua utilidade no *fingerprinting* de derrames de óleo e para a estimativa das faixas de concentrações em petróleos brasileiros, foram, inicialmente, realizadas determinações semiquantitativas de > 60 elementos em amostras de óleos de diferentes bacias petrolíferas. Os seguintes elementos tiveram concentrações acima de 10 mg.kg⁻¹: S, Na, Mg, Al, P, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Rb, Sr, Y, Mo, Ba, La, Ce, Pr, Nd e Pb. Concentrações abaixo de 10 mg.kg⁻¹ foram observadas para: Ru, Rh, Pd, Ag, In, Re, Os, Ir, Pt, U, W, Au, Cd, Hg, Ge, Se, Sc, Sn, Tl, Bi, Te, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta, Th, Zr, Sb e Nb. Os limites de detecção (3σ) na solução analítica variaram entre 42 µg.L⁻¹ para enxofre e 0,002 µg.L⁻¹ para urânio; limites de detecção na amostra foram tipicamente 30 vezes maiores. Perfis semelhantes dos elementos traço foram observados para amostras de uma mesma bacia petrolífera. Diferenças significativas nas concentrações dos elementos traço e nas razões destes elementos puderam ser observadas nas amostras provenientes de reservatórios geoquímicos distintos. Exemplos característicos são as altas concentrações médias (em µg.kg⁻¹) de V (21.080), Ni (17.700), Co (1.066) e Ga (62) observadas nas amostras da bacia *off-shore* de Campos, Rio de Janeiro, indicando o alto grau de biodegradação, enquanto que baixas concentrações destes elementos foram encontradas nos óleos da bacia terrestre Amazônica (V: 32; Ni: 295; Co: 4,2 Ga: 3,0) que também apresentaram concentrações maiores de Cu, Zn e Pb, provavelmente, devido à atividade hidrotermal durante o vulcanismo Triássico. A utilidade do *fingerprinting* inorgânico de petróleo será demonstrada através da similaridade dos perfis dos elementos traço observados nas amostras dos campos marinhos brasileiros do Rio Grande do Norte/Ceará e das localizações correspondentes na costa africana (delta do Níger), outrora pertencentes ao mesmo continente Gondwana.

FINEP, CT-Petro, CNPq

¹ Fonseca, Teresa C.O. da "Caracterização inorgânica de petróleo pela técnica de ICP-MS para fins de exploração geoquímica", tese de doutorado, PUC-Rio, 2000, 170 p.