

6 Conclusão

A metodologia proposta usando a técnica de diluição direta em xileno e a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado e célula de reação dinâmica, tendo como gás de reação o metano, foi considerada satisfatória para determinação de Se e As em amostras de petróleo. A determinação de ^{80}Se foi possível usando a célula de reação, exceto para quatro óleos, que apresentaram interferências físicas e espectrais provenientes da matriz. Para esses, o ^{78}Se foi usado e os resultados foram concordantes com os resultados obtidos pela geração de hidretos. No entanto, houve uma piora do LOD quando o ^{78}Se foi monitorado sem a célula de reação dinâmica, onde esses LODs foram da ordem de 7 a 8 vezes maior que os LODs obtidos quando a análise foi realizada no isótopo ^{80}Se . Os valores de concentração encontrados, tanto para Se, quanto para As no material certificado (NIST 1634c) tiveram uma recuperação de 97% e 94%, respectivamente, e foram considerados concordantes com o valor de referência, a um nível de confiança de 95%.

A técnica de geração de hidreto (HG) foi empregada como outra forma de validação do método proposto pela comparação dos resultados de nove amostras de óleo cru analisadas pelas duas metodologias. O material certificado também foi analisado e os valores de recuperação de Se e As foram, respectivamente, 99% e 100% e portanto, a um nível de confiança de 95%, os resultados encontrados para o NIST1634c foram concordantes. O teste realizado usando a técnica de HG com célula de reação, ao analisarmos o ^{80}Se , mostrou que não houve melhora no LOD, que foi o mesmo, de $0,04 \mu\text{g L}^{-1}$, obtido pela HG sem a célula de reação.

Os valores de concentração de Se e As nas amostras de óleo pelas duas técnicas foram comparados segundo o teste estatístico t de *Student*, o qual indicou que para todos os óleos, a determinação de Se pelas respectivas técnicas foram concordantes. Já para a determinação de As, alguns óleos ficaram com concentrações mais baixas quando a técnica de HG foi empregada, em relação à introdução direta, indicando uma possível perda de analito durante a digestão.

A técnica de geração de hidreto forneceu um LOD de $0,04 \mu\text{g L}^{-1}$ para Se e $0,002 \mu\text{g L}^{-1}$ para As. Já a técnica da introdução direta apresentou um LOD aproximado de $0,07 \mu\text{g kg}^{-1}$ para o ^{80}Se e $0,04 \mu\text{g kg}^{-1}$ para As. Apesar do LOD do As pelo método de introdução direta ter sido mais alto, pode-se concluir que a metodologia permite a determinação de elementos em baixas concentrações, com a vantagem de uma maior rapidez pela eliminação dos tratamentos prévios das amostras e por evitar perdas do analito nas suas formas voláteis.