

Arthur C. de Campos Velho (IC) e Dirce Pozebon (PQ)
Instituto de Química - UFRGS/RS; e-mail: arthurcavada@gmail.com

INTRODUÇÃO

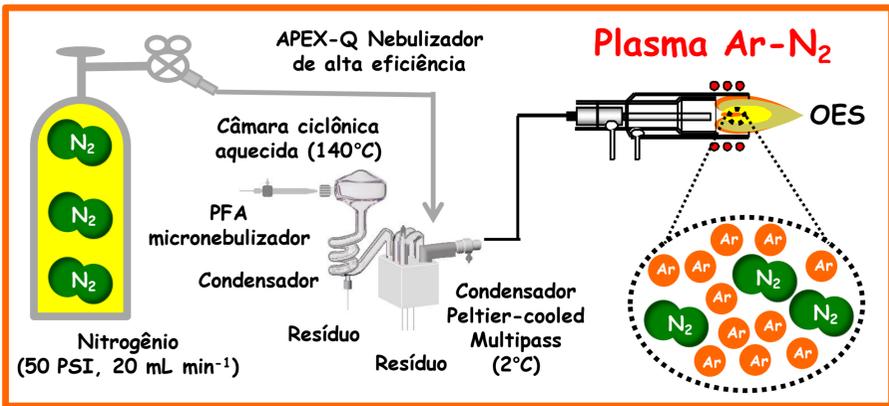
- ➔ A condutividade térmica do N₂ é maior que a do Ar, o que melhora a transferência de energia no ICP e modifica parâmetros fundamentais do plasma (densidade eletrônica, temperatura de excitação e ionização).
- ➔ A adição de N₂ ao Ar-ICP diminui efeitos de matriz e interferências espectroscópicas.
- ➔ A adição de N₂ ao Ar-ICP para ICP OES com configuração axial tem sido escassamente investigada.

OBJETIVO

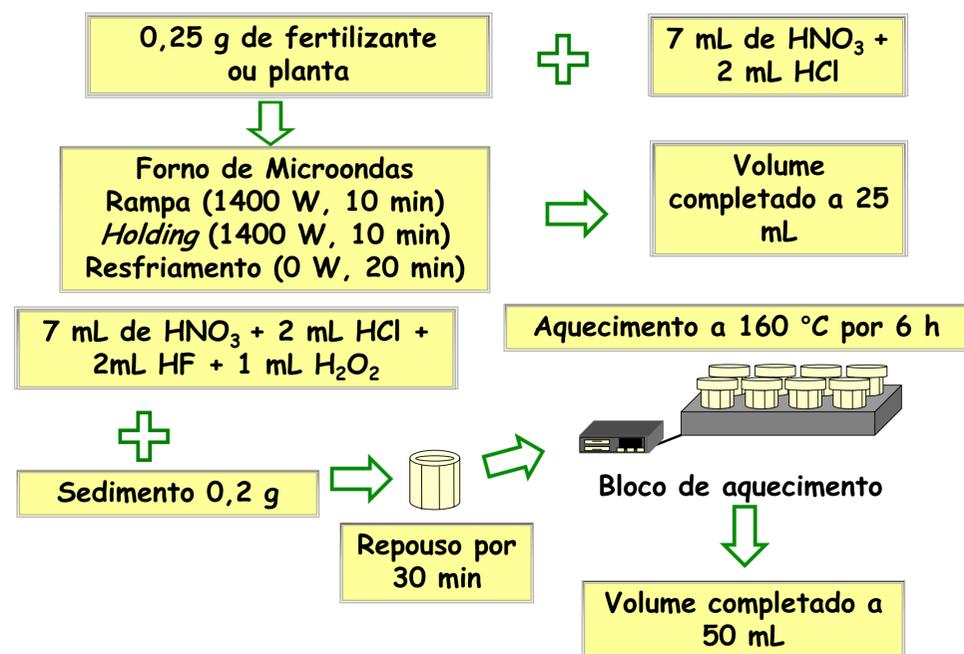
- ➔ Investigar os efeitos e benefícios da adição de N₂ a Ar-ICP, usado em ICP OES com configuração axial.

METODOLOGIA

Instrumentação, materiais e reagentes

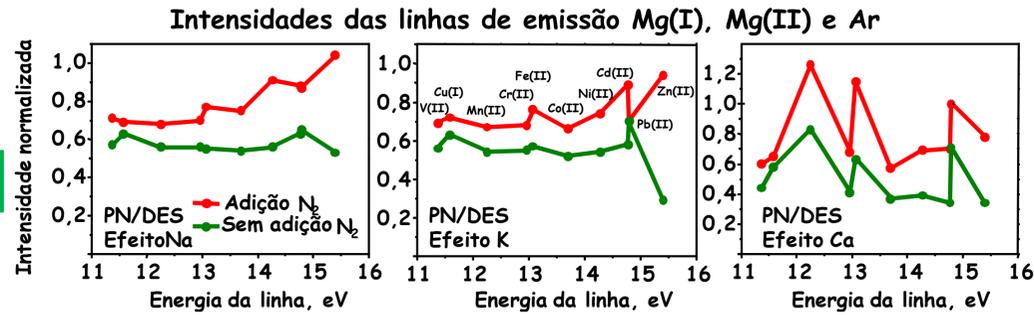
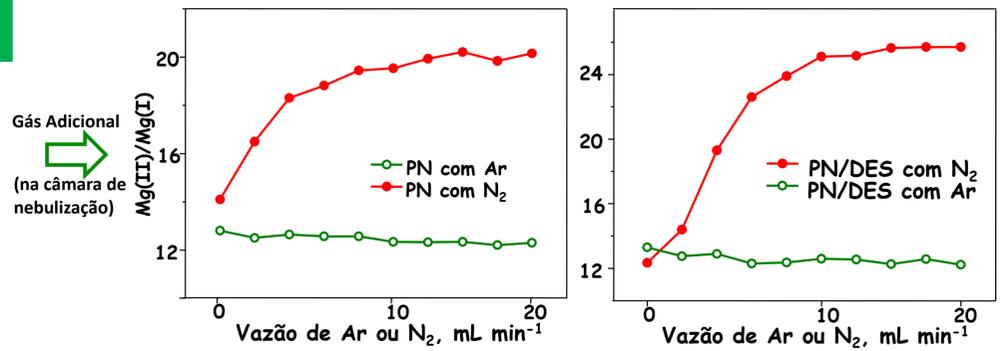
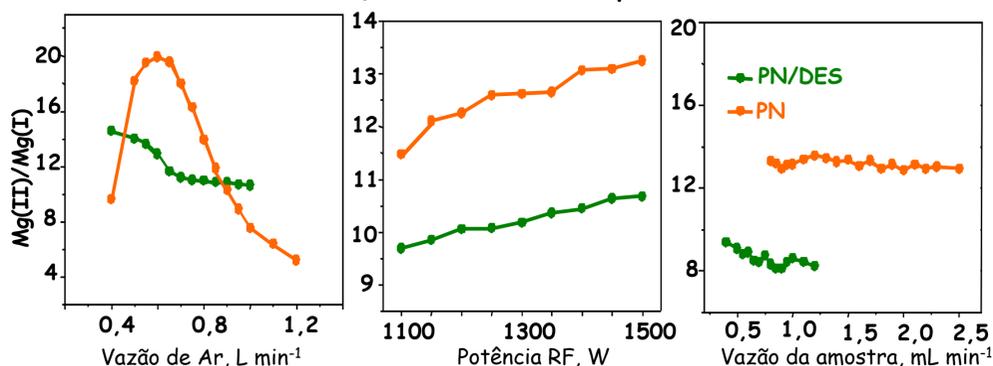


- ➔ ICP OES com configuração para dupla vista de observação do plasma.
- ➔ Nitrogênio (99,999%) e Argônio (99,998%).
- ➔ Bloco de aquecimento e forno de microondas.
- ➔ HNO₃, HCl, HF e H₂O₂
- ➔ Solução padrão multielementar, contendo 1000 mg L⁻¹ dos analitos.
- ➔ NaCl (99%), KCl (99%) e CaO (99%).
- ➔ Nebulizador pneumático convencional (PN) e com dessolvatação do aerossol (PN/DES).



RESULTADOS

Avaliação da robustez do plasma



Limites de detecção (LD) em µg L⁻¹ e parâmetros da curva de calibração

Elemento	Sem adição de N ₂			Com adição de N ₂		
	Slope	R ²	LD	Slope	R ²	LD
Zn (II) 206200	101.9	0.9994	0,54	211.8	0.9993	0,48
Fe (II) 238204	1273	0.9992	0,28	1631	0.9990	0,87
Cd (II) 214440	216	0.9990	0,98	462	0.9995	0,35
Cr (II) 267716	603.9	0.9994	0,13	856.2	0.9990	0,19
Mn (II) 257610	8605	0.9994	0,04	10470	0.9989	0,04
Ni (II) 221648	262.5	0.9928	0,75	361.2	0.9985	0,85
Co (II) 228616	520.9	0.9994	0,36	662.1	0.9982	0,93
Cu (I) 327393	2829	0.9991	0,10	2938	0.9995	0,10
V (II) 292402	746.7	0.9993	0,08	916.5	0.9991	0,10
Pb (II) 220353	35.22	0.9996	3,37	36.33	0.9996	3,74
Mo (II) 202031	125.2	0.9999	2,20	166.6	0.9999	0,59
Pt (II) 214423	54.06	0.9997	2,14	59.49	0.9975	1,30
W (II) 239708	71.62	0.9998	1,38	102.5	0.9998	1,00
Pd (I) 340458	436.4	0.9998	0,20	445.7	0.9999	0,28
Zr (II) 343823	5793	0.9999	0,13	6438	0.9999	0,29

(I) e (II) representam linhas atômica e iônica, respectivamente; R²: coeficientes de correlação linear

Análise dos materiais de referência certificados (n=3, µ ± s)

NIST 695 (Fertilizante) (a)	NCS-DÇ70319 (Sedimento) (a)		PACS-2 (Sedimento Marinho) (a)		GBW07602 (Planta) (a)			
	Certificado	Medido	Certificado	Medido	Certificado	Medido	Ref.	Medido
Zn	0,325 ± 0,005	0,317 ± 0,014	62,9 ± 2,7	58,52 ± 2,28	364 ± 23	357 ± 9	20,6	22,0 ± 0,8
Fe	3,99 ± 0,08	3,92 ± 0,05	4,11 ± 0,14	4,02 ± 0,08	4,09 ± 0,06	4,01 ± 0,11	1020	920 ± 20
Cd	16,9 ± 0,2	16,6 ± 1,3	0,19 ± 0,02	< 5,7	2,11 ± 0,15	2,55 ± 0,40	0,14	< 0,58
Cr	244 ± 6	220 ± 10	22,6 ± 2,0	21,29 ± 1,43	90,7 ± 4,6	93,4 ± 4,2	2,3	< 2,3
Mn	0,305 ± 0,005	0,294 ± 0,010	527 ± 17	525 ± 10	440 ± 19	437 ± 10	58	52,1 ± 2,0
Ni	135 ± 2	129 ± 5	9,5 ± 0,8	8,47 ± 0,50	39,5 ± 2,3	35,91 ± 3,9	1,7	< 1,8
Co	65,3 ± 2,4	68 ± 4	7,6 ± 0,5	7,61 ± 0,64	11,5 ± 0,3	11,2 ± 0,6	0,39	< 1,5
Cu	1225 ± 9	1200 ± 32	151 ± 4	148,5 ± 5,6	310 ± 12	269,4 ± 5,6	5,2	4,2 ± 0,2
V	122 ± 3	105 ± 4	74,7 ± 2,7	54 ± 2,5	133 ± 5	103 ± 2	2,4	2,1 ± 0,2
Pb	273 ± 17	261 ± 6	46,8 ± 3,5	47 ± 1,5	183 ± 8	179,2 ± 2,4	7,1	6,5 ± 0,4

(a): µg g⁻¹; % m/m: em itálico; valores precedidos de < são os respectivos limites de quantificação do método.

CONCLUSÕES

- ➔ A adição de N₂ (20 mL min⁻¹) através do nebulizador ao canal central do ICP aumenta a robustez do mesmo e reduz efeitos provocados por elementos facilmente ionizáveis (Na, K, Ca).
- ➔ O efeito do N₂ se dá no ambiente do ICP e não na nebulização e transporte do aerossol.
- ➔ A precisão e exatidão não são afetadas pelo N₂.
- ➔ Com a adição de N₂ os limites de detecção permanecem nos mesmos níveis.
- ➔ A seleção das linhas espectrais deve ser criteriosa devido à emissão pelas moléculas de nitrogênio formadas.

Agradecimentos à FAPERGS