

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

INTRODUÇÃO

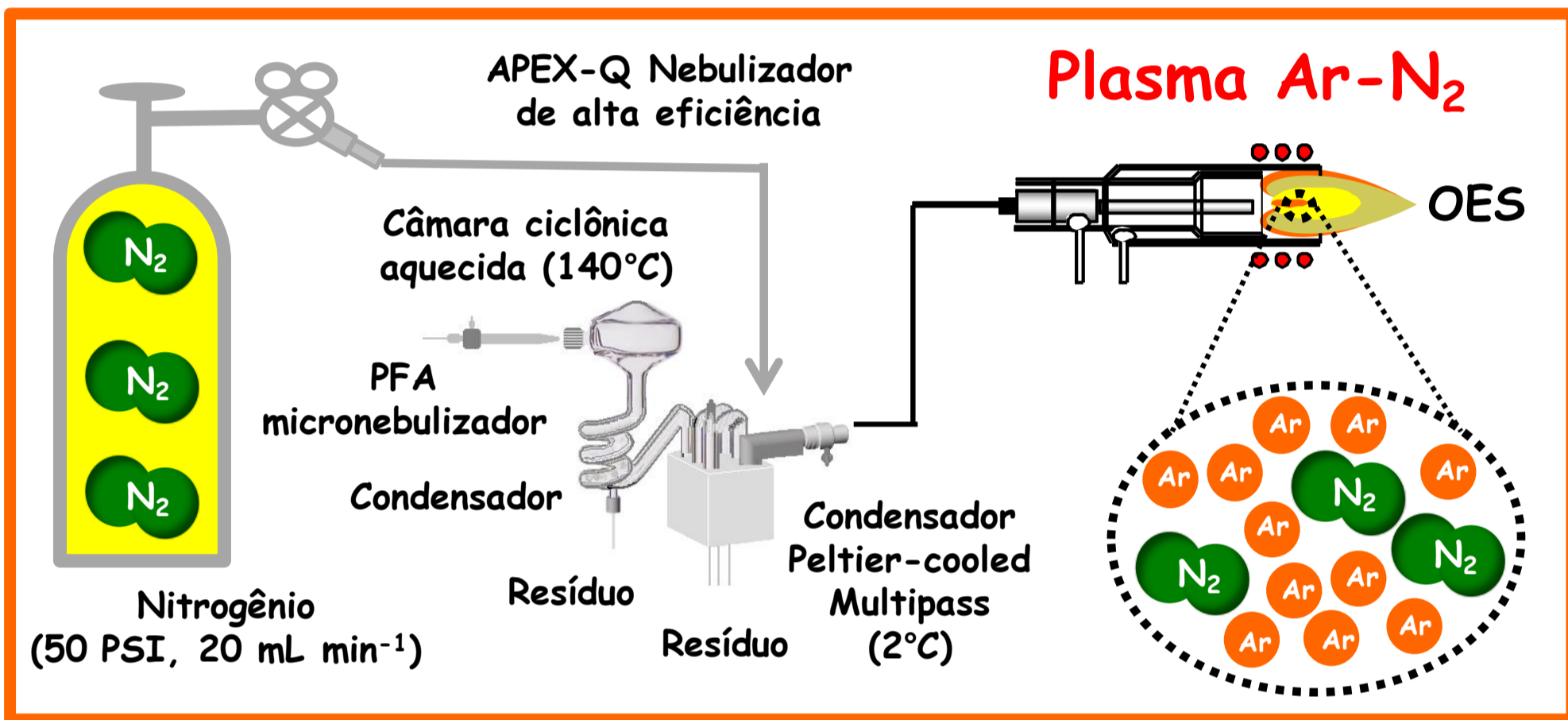
- ➔ A condutividade térmica do N₂ é maior que a do Ar, o que melhora a transferência de energia no ICP e modifica parâmetros fundamentais do plasma (densidade eletrônica, temperatura de excitação e ionização).
- ➔ A adição de N₂ ao Ar-ICP diminui efeitos de matriz e interferências espectroscópicas.
-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

OBJETIVO

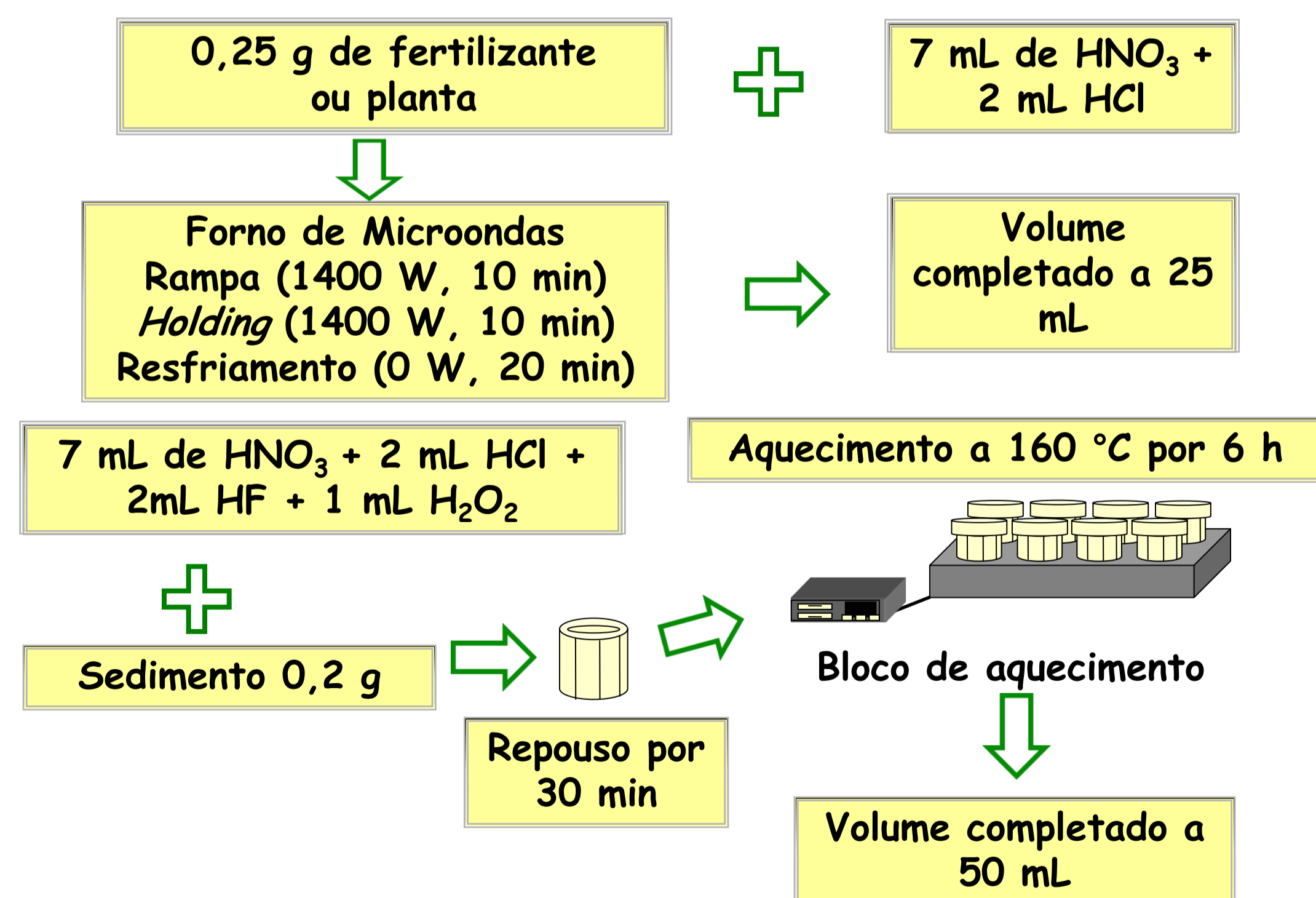
- ➔ Investigar os efeitos e benefícios da adição de N₂ a Ar-ICP, usado em ICP OES com configuração axial.

METODOLOGIA

Instrumentação, materiais e reagentes

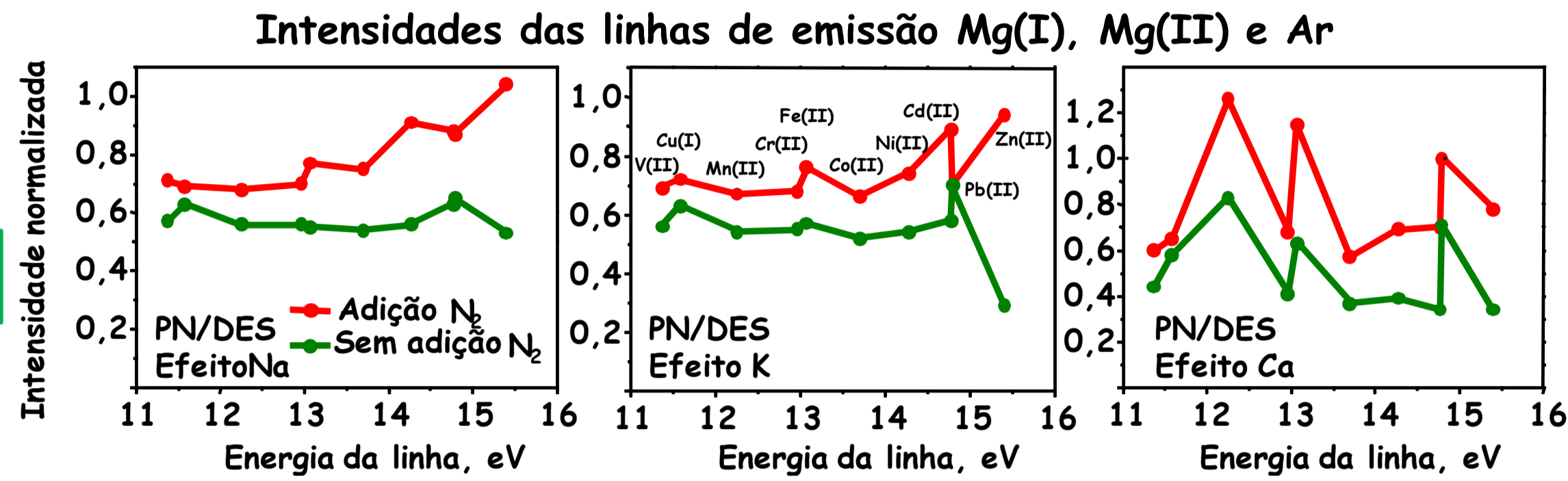
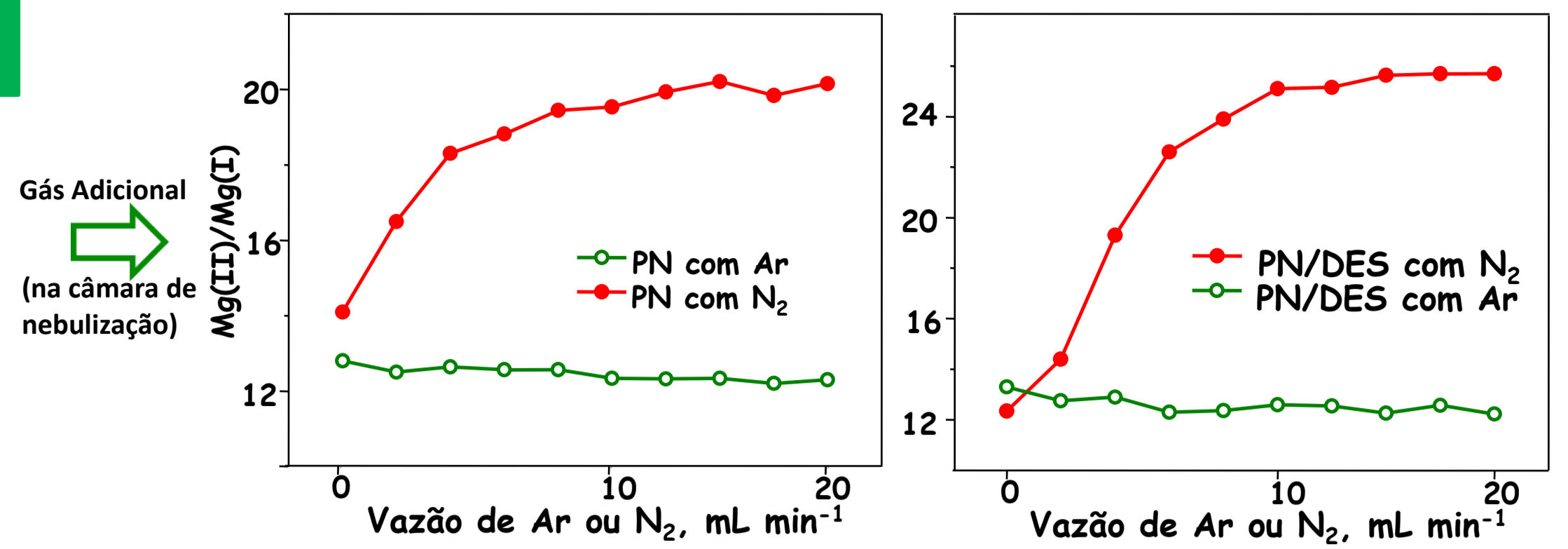
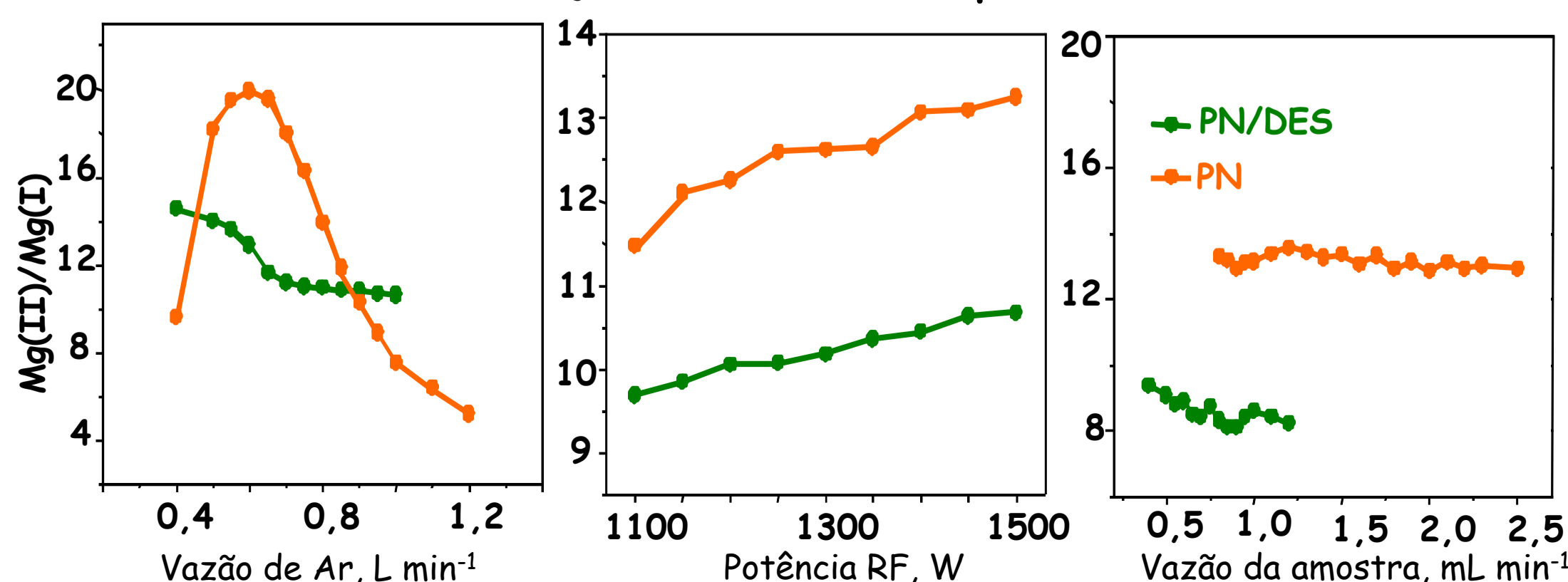


- ➔ ICP OES com configuração para dupla vista de observação do plasma.
- ➔ Nitrogênio (99,999%) e Argônio (99,998%).
- ➔ Bloco de aquecimento e forno de microondas.
- ➔ HNO₃, HCl, HF e H₂O₂
- ➔ Solução padrão multielementar, contendo 1000 mg L⁻¹ dos analitos.
- ➔ NaCl (99%), KCl (99%) e CaO (99%).
-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