

Extração seqüencial no ponto nuvem para determinações multielementares por Espectrometria de massas com fonte de plasma (ICP-MS).

Maria Fernanda Giné^{*1} (PQ), Aparecida Fátima Patreze¹ (TC), Jorge E. S. Sarkis² (PQ) e Maurício H. Kakazu² (TC). (mfgine@cena.usp.br)

¹Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Av. Centenário 303, 13416-000, Piracicaba, SP. ²Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Travessa R, 400, Cidade Universitária, 05508-900, SP.

Palavras Chave: ponto nuvem, extração seqüencial, ICP-MS.

Introdução

O procedimento de extração no ponto nuvem, baseado na incorporação dos elementos em solução na micela produzida por um surfactante, fora descrito anteriormente para separação e concentração^{1,2}. A abrangência desse processo foi aumentada quando realizado em seqüência. Trata-se da separação com surfactante de diferentes complexos formados nas soluções da amostra. A solução inicial das amostras em pH ácido, recebeu O,O dietilditiofosfato de amônio (DDTP) formando complexos com As, Cu, Pb, Cd, os quais foram incorporados na micela produzida com Triton X-114 quando atingiu-se a concentração micelar crítica. Após separação da micela, o pH da solução residual foi ajustado entre 4 e 6, e o agente quelante 4(2-piridilazo resorcinol) (PAR) misturado com o surfactante foi adicionado. Efetuaram-se os procedimentos para atingir o ponto nuvem e uma segunda micela foi separada contendo Co, Ni, Cr, Ti, V, Zn. A solução residual foi analisada de forma a calcular as percentagens de recuperação apresentadas na Tabela 1. As micelas foram digeridas com HNO₃ e H₂O₂ e analisadas individualmente por espectrometria de massas com fonte de plasma ICP-MS. Com isso, pretende-se facilitar a sua introdução das soluções no ICP-MS pela redução do teor de C_{org} e, assim, determinar a eficiência de extração dos elementos. A eficiência de extração dos elementos foi variável e, por isto requereu quantificação pelo método das adições de padrão. Os fatores de concentração foram maiores que 20, o que permitiu a determinação de elementos em baixas concentrações em amostras de águas e extratos de sedimentos.

Resultados e Discussão

A extração no ponto nuvem foi efetuada na solução resultante da solubilização parcial de 2 g de sedimentos em 50 ml de HCl 1 mol L⁻¹ e em amostras de águas de rio. Para evitar contaminações foram efetuados processos de purificação da água, reagentes (DDTP, PAR e Triton X114), ácidos. H₂O₂ foi de qualidade suprapur. As percentagens de recuperação nas soluções extraída com DDTP e PAR são apresentadas na Tabela 1. A seqüência da

extração foi definida em função de priorizar os elementos em baixas concentrações, no caso As, Pb e Cd com DDTP. O As apresentou excelente recuperação nos extratos de sedimentos e não foi significativa a interferência do ⁴⁰Ar³⁵Cl⁺, o que indica a vantagem da extração em ponto nuvem para determinação desse elemento por ICP-MS. As recuperações foram variáveis, pelo que a quantificação foi efetuada pelo método das adições de padrão. A seletividade foi estabelecida analisando solução de controle de qualidade multi-elementar QCS-21 (High Purity Standards) na concentração de 5 µg L⁻¹. A precisão dos resultados foi caracterizada por RSD<0,5%

Tabela 1. Percentagem de recuperação utilizando extração seqüencial em ponto nuvem dos complexos com DDTP e PAR em extratos de sedimentos. Indica-se o teor na solução residual.

	DDTP	PAR	Residual
As	100	0	0
Cu	77,4	21,1	1,6
Pb	70,8	26,1	3,1
Cd	96,1	2,5	1,4
Co	0,0	100,0	0,0
Ni	0,0	100,0	0,0
Cr	0,8	99,2	0,0
Ti	3,7	95,7	0,6
V	2,2	95,2	2,6
Zn	2,6	96,3	1,1

Conclusões

O procedimento de extração no ponto nuvem realizado em seqüência permitiu determinar um número maior de elementos nas amostras e, a pré-concentração (f>20) dos elementos nas amostras de água e extratos de sedimentos.

Agradecimentos

FAPESP e CNPq

¹Watanabe, H.; Tanaka, H., *Talanta*. **1978**, 25, 585.

² Frescura, V.L.A.; Curtius, A.J.. *Spectrochim. Acta Part B* **2000**, 55, 803.

