

Análise multivariada como ferramenta auxiliar na escolha de padrões internos em ICP OES com configuração axial e radial

Alexandre L. Souza (PG)^{1*}, Pedro V. Oliveira (PQ)¹, Sherlan G. Lemos² (PQ)

¹Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05513-970, São Paulo, SP, Brasil,

²Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, C.P. 676, 13565-905, São Carlos, SP.

*alexquim@iq.usp.br

Palavras Chave: ICP OES, padrão interno, correção de efeito de matriz

Introdução

A utilização de padrão interno é intensamente explorada nas técnicas espectrométricas que permitem realizar determinações multielementares, como ICP OES e ICP MS. O principal objetivo é corrigir erros associados às variações instrumentais, experimentais e efeitos provocados pela matriz, melhorando assim a precisão e a exatidão dos resultados¹⁻³. O padrão interno é um elemento que apresenta características físico-químicas semelhantes à do analito^{1,2}. Entretanto, a escolha do padrão interno não é uma tarefa trivial. Nesse sentido, a utilização de técnicas de análise multivariada pode auxiliar nessa escolha^{1,3}. Sendo assim, o presente trabalho tem como objetivo propor procedimentos para a escolha dos PIs por meio de gráficos de correlação e análise quimiométrica para determinações multielementares por ICP OES com vista axial e radial.

Resultados e Discussão

Com parâmetros físico-químicos como valores de potenciais de excitação, energias de ionização e temperaturas de fusão dos analitos (Al, Ba, Cr, Ca, Fe, Ga, K, Li, Mg, Mn, Na, P, S, Si, Sr e V, Ti, Zn) e dos candidatos a padrões internos (Be, Dy, Gd, In, La, Sc, Y, Yb e Tl), construiu-se um gráfico de correlação com os valores encontrados para cada elemento. A partir desse gráfico foi possível obter uma visão geral do elemento ou elementos que poderiam ser usados como PIs para um determinado grupo de analitos.

Uma solução multielementar contendo 10 mg/L dos analitos e dos PIs foi preparada a partir de diluições sucessivas de soluções estoques de 1000 mg/L. Fizeram-se 18 medidas consecutivas, em contagem por segundo. A detecção de amostras anômalas foi realizada calculando-se as distâncias de Mahalanobis, o que proporcionou o descarte de uma amostra. A partir daí foram calculados os coeficientes de correlação entre os valores encontrados para os PIs em função dos encontrados para os analitos³ (Tabela 1). Se as variações das intensidades entre PI e analito forem proporcionais, o coeficiente de correlação (*r*) será o mais próximo de 1. Também foi realizada uma análise de componentes principais (PCA) para a avaliação dos sinais simultaneamente, com os dados auto-escalados (Figura 1). Observa-se

nessa figura que um grupo de elementos (contendo alguns Pls) é formado em pesos positivos para a PC1, nulos para PC2 e PC3. Assim, os melhores padrões escolhidos foram: Be, Sc, Y, In, La, Gd e Dy onde as variações dos coeficientes de correlações obtidas estão acima de 0,70 para os elementos Ba, Cr, Ca, Fe, Ga, Mg, Mn, P, S, Sr, V, Ti e Zn. O Li só apresentou correlação com o Na e com o Si (correlação negativa), como pode ser observado na Figura 1 (pesos contrários em PC2). Outro elemento descartado como padrão interno foi o Ti. Al e K possuem características especiais e não apresentaram nenhum elemento candidato a padrão interno.

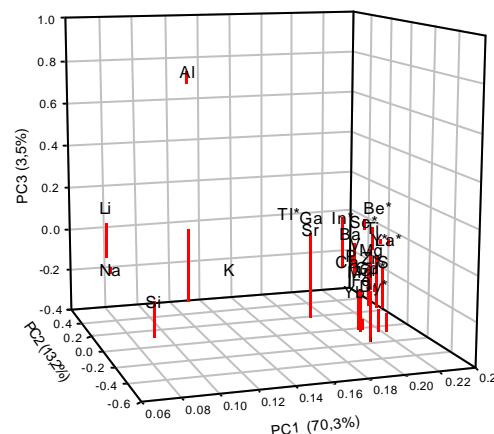


Figura 1. Gráfico de pesos para os três primeiros componentes principais.

Conclusões

Os resultados encontrados mostraram que os dados de correlação e a análise multivariada podem ser utilizados como uma estratégia na escolha dos padrões interno em ICP OES. Os resultados encontrados a partir da análise quimiométrica utilizando os parâmetros físico-químicos e aqueles encontrados a partir da construção dos gráficos de correlação são semelhantes na escolha dos Pls corroborando na escolha desses elementos.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES e IQ/USP

¹ M. Grotti, E. Magi, R. Leardi, *J Anal Atom Spectrom.*, 18 (2003) 274.

²S.A. Myers, D.H. Tracy, Spectrochim Acta B, 38 (1983) 1227.

³Mermet, J. M. Ivaldi, J. C. *J Anal Atom Spectrom.*, 1993, 8, 795.