

Avaliação do emprego da CRI para a minimização de interferências poliatômicas sobre isótopos de cromo.

Rodrigo F. S. Salazar (PG)^{1*}, Catarinie D. Pereira (PG)¹, e Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹.

*e-mail: r.f.s.salazar@gmail.com

1. Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Química, Rod. Washington Luiz km 235, São Carlos SP. 13565-905

Palavras Chave: Cromo, ICP-MS, Interferências, Interface de colisão e reação

Introdução

A técnica de espectrometria de massa (ICP-MS) apresenta ampla aceitação e aplicação, porém a ocorrência de efeitos de supressão iônica é geral e interferências isobáricas afetam a medida de certos elementos, tais como As, Cr, Se e V em ICP-MS com arranjo quadrupolar (Q-ICP-MS). Assim, a medida do isótopo mais abundante de Cr, $^{52}\text{Cr}^+$, é fortemente afetada pela presença de $^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$ [1]. O foco deste trabalho foi avaliar alguns parâmetros instrumentais (potência aplicada de rádio-freqüência, profundidade de amostragem e vazão de nebulização) em um Q-ICP-MS com interface de colisão e reação (CRI) bem como avaliar o efeito de carbono e nitrogênio em diferentes concentrações sobre a formação de espécies poliatômicas que interferem nas medidas de isótopos de Cr a partir de soluções contendo aminas terciárias (CFA-C).

Resultados e Discussão

Os experimentos foram conduzidos em um ICP-MS Varian 820-MS dotado de uma interface de colisão e reação (CRI) e de um arranjo "double off-axis" em 90° para a extração e focalização dos íons.

As condições instrumentais otimizadas estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições instrumentais otimizadas em ICP-MS para detecção de Cr.

	Rádio-freq. (kW)	Profund. de amostr. (mm)	Vazão de nebul. (L/min)
V	0,95 - 1,05	5,00 - 5,50	0,90

Avaliação do comportamento e formação de interferentes poliatômicos e avaliação da CRI

- Soluções de aminas terciárias solúveis em água: CFA-C, Spectrasol, 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 e 10 % v/v;
- Distribuição de espécies poliatômicas nas razões m/z 50, 52, 53 e 54 (Figura 1).
- Avaliação da CRI empregando-se gás H₂ (Figuras 2 e 3).

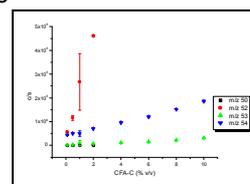


Figura 1. Avaliação de repetibilidade, sensibilidade e variação do fundo espectral das espécies poliatômicas formadas nas razões m/z 50, 52, 53, 54 para diferentes concentrações de CFA-C.

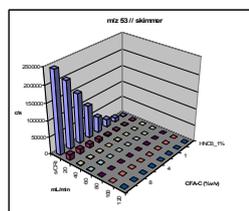


Figura 2. Efeito da introdução de H₂ no skimmer sob diferentes vazões para a minimização de interferências poliatômicas.

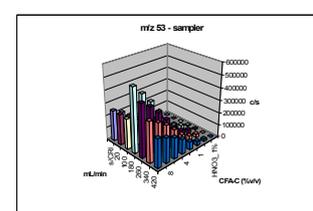


Figura 3. Efeito da introdução de H₂ no cone de amostragem sob diferentes vazões para a minimização de interferências poliatômicas.

Em meio contendo elevadas concentrações de carbono, a melhor condição para a determinação de cromo foi atingida medindo-se o isótopo $^{53}\text{Cr}^+$. Uma vazão de H₂ superior a 20 mL/min introduzida através do skimmer causou uma expressiva redução de espécies poliatômicas. A introdução de H₂ através do cone de amostragem foi menos efetiva para a redução dos sinais gerados por espécies poliatômicas. Efeitos similares foram observados para o isótopo mais abundante de cromo, $^{52}\text{Cr}^+$, porém a vazão de H₂ necessária para destruir a espécie $^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}^+$ também causou forte desfocalização dos íons $^{52}\text{Cr}^+$ e, conseqüentemente, significativa perda de sensibilidade.

Conclusões

O emprego da CRI foi eficiente para a redução das espécies poliatômicas, entretanto causou perda de sensibilidade para a detecção do analito, independentemente do isótopo de Cr medido.

Agradecimentos

Este trabalho é financiado pela FAPESP (Projeto Temático 2006/59083-9). Os autores também agradecem ao apoio proporcionado pelo CNPq e CAPES.

¹ Séby, F.; Gagean, M.; Garraud, H.; Castetbon, A.; Donard, O. F. X. *Anal Bioanal Chem*, 2003, 377, 685:694.