

Validação de procedimento para determinação de elementos traço em macroalgas marinhas por ICP-MS

Geysa B. Brito^{1*} (PG), Thaís L. de Souza¹ (IC), Fernanda C. Bressy¹ (PG), Carlos Wallace do N. Moura² (PQ), Maria das Graças A. Korn¹ (PQ) * gbboto@yahoo.com.br

¹NQA-PRONEX/GPQA - Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Salvador, Bahia, Brasil

²Universidade Estadual de Feira de Santana, Departamento de Ciências Biológicas, Laboratório de Ficologia, Feira de Santana-Ba, Brasil

Palavras Chave: validação, metal traço, ICP-MS.

Introdução

O ICP-MS apresenta-se hoje como uma ferramenta muito útil na determinação de elementos traço devido a sua capacidade multielementar e alta sensibilidade. A principal desvantagem da técnica é a grande possibilidade de interferentes. Para cada matriz é importante desenvolvimento de estudo para avaliação e minimização de interferência em análises.

Dessa forma, esse trabalho tem por objetivo estabelecer um procedimento analítico validado para a determinação de elementos traço e contaminantes por ICP-MS em amostras de algas coletadas na BTS, de forma a estabelecer um diagnóstico da região.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foi utilizado um ICP-MS XSeriesII (Thermo Electron Corporation). A configuração do instrumento utilizou uma câmara de nebulização Peltier com pérola de impacto, tocha de quartzo de parte única com injetor de 1,5 mm e nebulizador concêntrico. O instrumento foi operado nos modos padrão e CCT (Collision Cell Technology, célula de colisão que utiliza 8,0% (v/v) H₂ em He como gás da colisão) com comutação automática

A validação foi feita avaliando-se a faixa linear de trabalho, taxa de recuperação dos analitos certificados, limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ). Para verificação da exatidão, foi utilizado material de referência certificado BCR-279 (Sea Lettuce).

As amostras foram digeridas, em triplicata, empregando forno de micro-ondas com cavidade (Ethos Ez, Milestone, Itália) segundo o procedimento: cerca de 200,0 mg de amostra, 7,0 mL de HNO₃ destilado e 1,0 mL de H₂O₂ 30% (v/v). O programa proposto foi: 5 min até 120°C; 3 min em 120°C; 10 min até 210°C; 15 min em 210°C, e potência de 1000 W, com tempo total de 33 minutos, mais 20min de ventilação.

As condições operacionais do ICP-MS estão descritas na Tabela 1. Os isótopos selecionados no modo normal de operação do equipamento foram: ⁷Li, ¹¹¹Cd, ¹²¹Sb, ¹³⁷Ba e ²⁰⁸Pb. Para o modo com cela de colisão, os isótopos foram: ⁷⁵As, ⁷⁸Se, ⁵¹V, ⁵²Cr, ⁶⁰Ni, ⁶³Cu, e ⁶⁴Zn.

Tabela 1. Condições operacionais do ICP-MS

Parâmetros instrumentais	
Potência Incidente	1350 W
Fluxo Argônio Neb.	0,87 L/min
Fluxo Argônio Aux.	0,7 L/min
Fluxo Argônio Plasma	13 L/min
Modo de Análise	Peak Jump
Sweeps	100
Dwell Time	10 ms
Gás CCT	He/H ₂
Fluxo gás CCT	6,5 L/min

Os resultados obtidos em termos de LOD, LOQ e taxa de recuperação estão mostrados na Tabela 2. A faixa linear estudada foi entre 0,5 e 25 ug/L.

Tabela 2. Resultados das taxas de recuperação (%), LOD (ug g⁻¹) e LOQ (ug g⁻¹) para os elementos certificados.

*	As	Cd	Cu	Pb	Se	Zn
rec	106,0	91,97	96,71	97,76	109,9	86,1
LD	0,029	0,064	0,296	0,252	0,036	1,406
LQ	0,098	0,214	0,987	0,841	0,119	4,688

Conclusões

Pode-se concluir que o procedimento proposto, empregando a técnica ICP-MS, é adequado para determinação de elementos traço e contaminantes inorgânicos em amostras de macroalgas marinhas, considerando os limites alcançados e os resultados obtidos em termos de exatidão e linearidade.

Agradecimentos

FAPESB, CAPES, CNPq, PETROBRAS.