

Investigação da interferência por íons poliatômicos de Ca na determinação de Fe por ICP-MS utilizando micronebulização

Jefferson Santos de Gois^{1*}(PG), Luciano Tormen^{1,2}(PG), Vera L. A. F. Bascuñan¹(PQ), Adilson J. Curtius¹(PQ) e Daniel L. G. Borges¹(PQ)

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil.

²Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS) – Campus Laranjeiras do Sul – PR.

* Jefferson_uel@yahoo.com.br

Palavras Chave: Micronebulizador; ICP-MS; ferro; cálcio; Interferências espectrais.

Introdução

A determinação de Fe pode ser feita por diversas técnicas, entre elas a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS), que se mostra uma poderosa técnica devido à capacidade de análise multielementar.¹ Porém a técnica de ICP-MS é susceptível a interferências tanto de cunho espectral como não espectral.² Em amostras ricas em cálcio há a interferência espectral por íon poliatômico de $^{40}\text{Ca}^{16}\text{O}^+\text{H}^+$ que pode se sobrepor ao isótopo ^{57}Fe e $^{40}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$ sobre o isótopo ^{56}Fe , estas interferências podem ser corrigidas utilizando-se instrumentos e técnicas de alevada complexidade, porém utilizando-se um analisador de massas de quadrupolo não é possível a distinção entre as espécies interferente e analito. Já foi observado que o uso de micronebulizadores, como o nebulizador microconcêntrico (MCN), permitem minimizar a formação de interferentes se comparado aos nebulizadores convencionais.³ Assim, o objetivo desse trabalho foi a avaliação do nebulizador MCN para quantificação de Fe na presença de Ca.

Resultados e Discussão

Para a otimização dos parâmetros operacionais (potência de RF e vazão do gás nebulizador) do ICP-MS ELAN 6000 foi utilizada uma solução contendo $200\ \mu\text{g L}^{-1}$ de Fe em meio de HNO_3 1% (v/v) monitorando o isótopo ^{57}Fe para o máximo de sinal analítico. O procedimento foi realizado utilizando-se nebulizador de fluxo cruzado com câmara de nebulização Scott e com micronebulizador MCN-100 com câmara ciclônica. Para o nebulizador de fluxo cruzado com câmara Scott as condições otimizadas foram de 1200 W para potência de RF e $1,0\ \text{L min}^{-1}$ para vazão do gás nebulizador, já para o micronebulizador MCN obteve-se 1300 W de potência de RF e $1,2\ \text{L min}^{-1}$ para vazão do gás nebulizador.

Utilizando soluções contendo de 0 a $200\ \text{mg L}^{-1}$ de Ca em meio de HNO_3 1% (v/v), foi avaliado o efeito da presença de Ca para a quantificação de Fe monitorando a m/z 57. Foi observado que para o nebulizador de fluxo cruzado houve o aumento linear no sinal analítico com o aumento da concentração de Ca, sendo que a solução contendo $200\ \text{mg L}^{-1}$ de Ca provocou o aumento do sinal

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

analítico em aproximadamente 30 vezes se comparado a solução na ausência de Ca, equivalendo a uma concentração aproximada de $2750\ \mu\text{g L}^{-1}$ de Fe. Para o nebulizador MCN, não foi observado o mesmo comportamento, apresentando um aumento de apenas de 1,2 vezes se comparado à solução na ausência de Ca, equivalendo a concentração aproximada de $250\ \mu\text{g L}^{-1}$ de Fe. Esses aumentos no sinal analíticos na presença de Ca se devem a interferência do íon $^{40}\text{Ca}^{16}\text{O}^+\text{H}^+$ sobre o isótopo ^{57}Fe , que é mais evidente usando o nebulizador de fluxo cruzado devido à alta vazão de amostra que resulta em uma elevada carga de solvente no plasma, porém com a utilização do nebulizador MCN este efeito foi menor devido à baixa carga de solvente introduzida no plasma.

Conclusões

A utilização do nebulizador MCN com câmara ciclônica pode minimizar a interferência espectral na determinação de Fe se comparado com a nebulização convencional. Com isto, a análise de amostras com concentrações elevadas de Ca para a determinação de Fe torna-se menos sujeita a interferências permitindo obter resultados mais exatos sem uso de instrumentação complexa ou de processos de laboriosos de preparo de amostra.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, INCT de Energia e Ambiente do CNPq, www.inct.cienam.ufba.br e UFSC

¹ Pick, P., Leiterer, M., Einax, J.W., Microchemical Journal, 2010, 315–319, 952

² JARVIS, K. E.; GRAY, A. L.; HOUK, R. S.; Handbook of inductively Coupled Plasma Mass Spectrometric. London: Blackie Academic & Professional, 1992. 379 p..

³ Tolodí, J. L. ; Mermet, J. M., Spectrochimica Acta Part B, 2006, 239–283.