

Validação de procedimento analítico para determinação de As, Ba, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, e V em água de rio por ICP-MS

Gabriel L. dos Santos^{1*} (PG), Geysa B. Brito¹ (PG), José Tiago P. Barbosa¹ (PG), Andrea P. Fernandes¹ (PQ), Maria das Graças A. Korn¹ (PQ) * michaelgabriel@ig.com.br

¹NQA-PRONEX/GPQA, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, UFBA, Salvador-Bahia

²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia, INCT de Energia e Ambiente, UFBA, Salvador-Bahia

Palavras Chave: validação, água, ICP-MS.

Introdução

Nas últimas décadas o monitoramento de elementos químicos tem se tornado uma prática comum em programas de preservação ambiental em vários países, onde a busca por métodos mais sensíveis, simples e rápidos é cada vez mais comum. O ICP-MS apresenta-se hoje como uma técnica que permite a determinação de elementos químicos em vários tipos de amostras em concentrações numa ampla faixa linear (ng/L a mg/L), possui alta velocidade de análise, capacidade de detecção multielementar, espectro simples, habilidade para análise isotópica, além de ser um método bastante sensível.

O presente trabalho consiste em estabelecer um procedimento analítico para a determinação de As, Ba, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, e V em amostras de água do Dique do Tororó e Lagoa de Pituaçu, de forma a monitorar e diagnosticar a região em estudo.

Resultados e Discussão

As análises foram realizadas em um espectrômetro de massa com fonte de plasma induzido (ICP-MS), modelo XSeriesII (Thermo). Utilizou-se uma câmara de nebulização do tipo 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-KED (célula de colisão utilizando discriminação por energia cinética).

As soluções de calibração (0,5 – 25 µg/L) foram preparadas pela diluição de soluções estoque (1000 µg/L) de cada elemento em HNO₃ 2% bidestilado. As condições instrumentais do ICP-MS utilizadas estão descritas na Tabela 1. Os isótopos selecionados no modo normal de operação do equipamento foram: ¹³⁷Ba e ⁶⁰Ni. Para o modo com cela de colisão e discriminação de energia, os isótopos foram: ⁷⁵As, ⁵⁹Co, ⁵²Cr, ⁶³Cu, ⁵⁶Fe, ⁵⁵Mn, ⁹⁵Mo, ¹²¹Sb, ⁵¹V e ²⁰⁶Pb.

Tabela 1. Condições instrumentais 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

O material de referência certificado de água fluvial (SLRS-4) foi utilizado como requisito no processo de validação. Os resultados obtidos estão indicados na Tabela 2.

Tabela 2. Resultados das taxas de recuperação (%) e LOQ (µg L⁻¹) para os elementos certificados.

Analito	LOQ	Rec	Analito	LOQ	Rec
⁷⁵ As	0,013	106	⁵⁵ Mn	0,010	94
¹³⁷ Ba	0,017	104	⁹⁵ Mo	0,011	109
⁵⁹ Co	0,013	94	⁶⁰ Ni	0,030	101
⁵² Cr	0,023	100	¹²¹ Sb	0,007	87
⁶³ Cu	0,024	100	⁵¹ V	0,020	100
⁵⁶ Fe	0,491	95	²⁰⁶ Pb	0,008	98

Conclusões

Os resultados obtidos pelo procedimento proposto para as concentrações dos analitos no material de referência foram comparados com os valores certificados, não sendo constatada diferença significativa entre estes, para 95% de confiança. Logo, o método proposto é adequado na determinação destes elementos nas amostras de água do Dique do Tororó e Lagoa de Pituaçu.

Agradecimentos

FAPESB, CAPES, CNPq, PETROBRAS.

¹ Nunes, J. A., USP. 2009, 77.