

Avaliação de Interferências Espectrais em Matrizes Ambientais por Espectrometria de Emissão com Fonte de Plasma Indutivamente Acoplado

Julia Brandini Barboza, Edson Luís Tocaia dos Reis e
Maria Aparecida Faustino Pires
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

Em análises empregando-se a técnica de Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES), matrizes ambientais ricas em Al, Ca, Fe e Ti podem provocar alterações tanto na formação do aerosol durante o processo de nebulização e transporte para o plasma, quanto na atomização por causa das interferências de elementos ricos em linhas espectrais. Por exemplo, vários autores mostraram que o espectro do ferro, devido a sua complexidade, pode causar várias interferências espectrais e a elevada concentração deste elemento pode originar efeitos de matriz provocando aumento ou diminuição do sinal obtido (Michaud, 1982; Chen, 1992; Miller, 1988). Portanto, é relevante um estudo mais aprofundado da influência da matriz rica em Al, Ca, Fe e Ti na determinação de íons metálicos, em baixas concentrações, empregando-se a técnica de ICP-OES.

OBJETIVO

A proposta do presente trabalho é selecionar linhas espectrais de metais tóxicos em níveis de traços como Ag, Ba, Be, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb e Zn, que não sofram interferências causadas por elementos geralmente encontrados em amostras ambientais, como cálcio (Ca), ferro (Fe) alumínio (Al) e titânio (Ti), por meio da técnica de ICP-OES.

METODOLOGIA

Alíquotas de 1,0 mL de cada solução padrão original (Merck, Darmstadt), referentes aos elementos Ag, Ba, Be, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb e Zn, foram transferidas para um balão volumétrico de 100 mL, utilizando-se água deionizada e posteriormente purificada em um sistema Milli-Q[®] (Millipore, USA) e ácido nítrico (HNO₃) p.a. (Merck, Mallinckrodt) para preparação de solução estoque multielementar a 10mg.L⁻¹ a 2% (v/v) em ácido nítrico. Foram realizadas diluições da solução multielementar preparada e adicionadas a balões de 100 mL contendo 1 mg.L⁻¹ e foram adicionadas separadamente soluções padrão de Al, Ca, Ti e Fe em concentrações de 50, 100, 250 e 500 mg.L⁻¹. Foram realizadas curvas analíticas para os elementos estudados nas concentrações de 0,01, 0,05, 0,1 e 1,0 mg.L⁻¹. As medidas de emissão atômica foram feitas utilizando-se ICP-OES - Spectroflame M 120E, da Spectro Analytical Instruments. Foi empregado como "branco" uma solução 2% (v/v) de HNO₃ em água deionizada. As condições operacionais utilizadas nos experimentos foram aquelas recomendada no manual do instrumento fornecido pelo fabricante (Spectro, 1999). Os materiais utilizados neste trabalho foram descontaminados por imersão em HNO₃ 10% (v/v) em banho ultrassônico por 30 minutos e, em seguida, lavados com água. Todos os reagentes utilizados foram de grau analítico. As medidas foram realizadas selecionando-se três linhas espectrais

com maior sensibilidade para cada elemento avaliado.

RESULTADOS

A partir da comparação entre os picos obtidos, escolheu-se a linha espectral com a maior sensibilidade proporcionada para cada elemento a ser determinado. O estudo sugeriu que as linhas escolhidas para determinação de Ag (328,068 nm), Ba (455,403 nm), Be (313,042 nm), Cd (228,802 nm), Cr (284,325 nm), Cu (324,754 nm), Mn (260,569 nm), Ni (231,604 nm), Pb (168,220 nm) e Zn (213,856 nm) estão menos sujeitas às influências espectrais de Al, Ca, Fe e Ti. Os exemplos abaixo mostram as linhas escolhidas para Ba e Cd, sem interferências espectrais de Al, Ti, Ca e Fe.

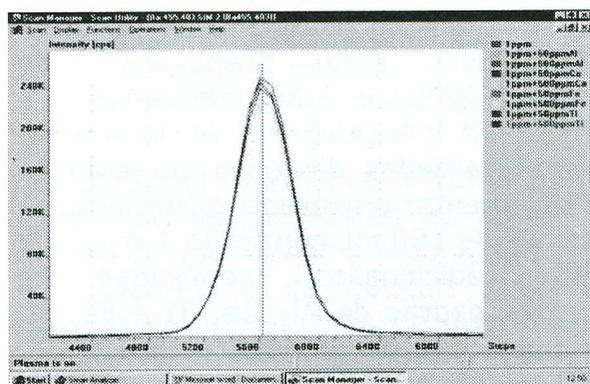


Figura 1 – Interferências de Al, Ca, Fe e Ti no Ba 455,403.

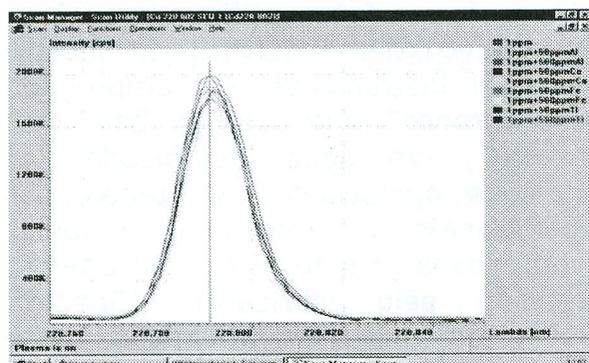


Figura 2 – Interferências de Al, Ca, Fe e Ti no Cd 228, 802.

CONCLUSÕES

Mesmo em soluções complexas, as linhas espectrais escolhidas para a determinação de Ag, Ba, Be, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb e Zn em níveis de traços por ICP-OES mostraram-se livres de interferências espectrais causadas por elementos comumente encontrados em amostras ambientais, como Al, Ca, Fe e Ti. Com os resultados obtidos, é possível se aumentar a sensibilidade dos resultados a serem obtidos em análises ambientais no CQMA.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Michaud, E; Mermet .J. M. *Spectrochim. Acta*, 1982, 37B, 2, 145.
- [2] Chen, Joeng – Shein; Berndt, H.; Tolg, G., *Fres. J. anal. Chem*, 1992, 344, 526.
- [3] Miller, Donald B. *Atomic spectroscopy*, 1988, 9, 1, 43.
- [4] Bizaio LR. Efeitos matriciais na determinação de elementos traço em fluidos biológicos por espectrometria de emissão atômica com plasma induzido com visão axial. Dissertação (Mestrado)—Instituto de Química de São Carlos – Universidade de São Paulo, 2003.
- [5] Spectro. User's guide of Spectro ICP-OES. Manual do Usuário, 240p, 1999.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Os autores agradecem ao PIBIC/CNPq pelo apoio financeiro.