

Avaliação da Interface de Colisão e Reação (CRI) na remoção de interferentes originados no preparo de amostras de solo por extração sequencial

Silmara R. Bianchi^{1,2} (PG)*, Joaquim A. Nóbrega¹ (PQ), Ana Rita A. Nogueira² (PQ)
silmarabianchi@yahoo.com.br

1. Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Química, São Carlos – SP,

2. Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos - SP

Palavras Chave: extração sequencial, ICP-MS, CRI.

Introdução

A extração sequencial de amostras de solo fornece informações importantes sobre a disponibilidade e mobilidade de elementos traço. A espectrometria de massa com plasma acoplado indutivamente (ICP-MS) é uma técnica analítica adequada para a determinação de elementos presentes em baixas concentrações, porém podem ocorrer interferências severas em meios complexos devido à formação de espécies poliatômicas. Visando corrigir ou eliminar esses efeitos algumas estratégias podem ser adotadas, tais como seleção de isótopos alternativos, correção pelo branco analítico, uso de plasma frio e introdução de gases reacionais e/ou colisionais, como H₂ ou He, em celas ou na interface. O objetivo deste trabalho foi avaliar a interface de colisão e reação (CRI) na remoção de interferentes poliatômicos formados a partir do plasma de Ar e dos reagentes utilizados na extração sequencial (BCR) para a determinação de As, Cr e V.

Resultados e Discussão

As medidas foram efetuadas utilizando-se um ICP-MS Varian 820-MS, equipado com interface de colisão e reação (CRI). Nesse equipamento os cones de amostragem e skimmer têm aberturas que possibilitam a introdução de gases para a promoção de reações e/ou colisões, e espelho iônico em 90° para a extração e focalização dos íons. Foram preparadas soluções de As, Cr e V 5 µg mL⁻¹ em diferentes meios (CH₃COOH 0,11 mol L⁻¹, NH₂OH.HCl 0,05 mol L⁻¹ e CH₃COONH₄ 0,05 mol L⁻¹). Essas soluções foram utilizadas para avaliar diferentes vazões de H₂ (0, 20, 40, 60, 80 e 100 mL min⁻¹) introduzidos no cone de amostragem e no skimmer para avaliação da remoção de espécies poliatômicas como ⁴⁰Ar¹²C⁺, ⁴⁰Ar³⁵Cl⁺ e ³⁵Cl¹⁶O⁺ que poderiam se formar a partir desses reagentes e que poderiam interferir na determinação de ⁵²Cr⁺, ⁷⁵As⁺ e ⁵¹V⁺, respectivamente. Estudos de adição e recuperação a partir de soluções analíticas preparadas em cada meio extrator também foram efetuados. Os resultados evidenciaram que a

introdução de 60 mL min⁻¹ de H₂ no skimmer apresentou melhor eficiência comparativamente à introdução do gás no cone de amostragem. Nos estudos de adição e recuperação na ausência e com a introdução de H₂ no skimmer (Tabelas 1 e 2), constatou-se que ambas condições resultaram em adequadas recuperações. Pode-se inferir que para os teores de analitos investigados somente a compatibilização de matriz foi suficiente para minimizar os efeitos dos interferentes poliatômicos formados, porém com maiores desvios para o Cr.

Tabela 1. Percentuais de recuperação: sem adição de H₂ no skimmer.

Extrator	⁵¹ V ⁺	⁵² Cr ⁺	⁷⁵ As ⁺
CH ₃ COOH	109,6±15,4	119,7±25,7	107,2±10,4
NH ₂ OH.HCl	92,8±6,2	102,5±10,7	102,5±6,7
CH ₃ COONH ₄	108,9±9,7	110,7±14,3	107,6±5,0

Tabela 2. Percentuais de recuperação: adição de 60 mL min⁻¹ de H₂ no skimmer.

Extrator	⁵¹ V ⁺	⁵² Cr ⁺	⁷⁵ As ⁺
CH ₃ COOH	96,6±1,7	105,3±3,1	105,6±7,1
NH ₂ OH.HCl	119,2±17,5	91,2±3,0	93,2±2,2
CH ₃ COONH ₄	102,2±1,6	99,1±3,5	93,9±4,4

Conclusões

Considerando-se os teores dos analitos e dos extratores avaliados, a compatibilização da matriz foi eficiente para correção dos erros gerados por interferências isobáricas. A elevada diluição do extrator é viabilizada pela excelente sensibilidade do ICP-MS.

Agradecimentos

FAPESP (Processos 2006/59083-9 e 2008/55065-1), CNPq e CAPES.