

AValiação DA FAIXA LINEAR DE CALIBRAÇÃO DE ESPECTRÔMETRO DE EMISSÃO ÓPTICA COM PLASMA ACOPLADO INDUTIVAMENTE COM CONFIGURAÇÃO AXIAL

Lilian C. Trevisan¹ (PG), Edivan C. Vieira^{1,2} (PG), Ana Rita A. Nogueira² (PQ),

Joaquim A. Nóbrega¹ (PQ), lilian@conectcor.com.br

¹Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, S.P.

²Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, São Carlos, S.P.

A espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES) é uma técnica analítica frequentemente utilizada para determinação de elementos inorgânicos devido às adequadas exatidão e precisão. Há equipamentos disponíveis com configurações radial e axial. Os equipamentos com configuração radial apresentam a tocha na posição vertical em relação ao sistema óptico, enquanto que os equipamentos com configuração axial apresentam a tocha na posição horizontal. A obtenção de menores limites de detecção é considerada uma das vantagens dos sistemas axiais. Em relação às curvas de calibração, resultados conflitantes são apresentados na literatura¹ quando comparados sistemas axiais e radiais, sendo reportados em alguns casos aumento e em outros diminuição da faixa linear para os sistemas axiais. O tipo de interface para remoção da zona fria do plasma é considerado um dos fatores responsáveis pela faixa linear de calibração. Os sistemas axiais podem apresentar interfaces do tipo *shear-gas*, que consiste na introdução de um gás perpendicular em relação ao plasma, ou do tipo *end-on gas*, com vazão de gás contrária à vazão de formação do plasma. O objetivo deste trabalho é avaliar a faixa linear de calibração de um ICP OES com configuração axial e interface do tipo *end-on gas* (Varian), comparando os resultados obtidos com um sistema radial (Varian). Soluções para calibração foram preparadas com concentrações variando de 0,1 a 2000 mg l⁻¹ de Al, Co, Cu, Fe, K, Mg, Na e Zn em meio de HNO₃ 1 % v v⁻¹ a partir da diluição dos respectivos sais dos metais (Merck), geralmente nitratos. Várias linhas de emissão foram avaliadas para cada elemento. As soluções foram analisadas nos dois sistemas em condições robustas e não-robustas de operação. Foram considerados lineares os sistemas que apresentaram coeficientes de correlação linear maiores que 0,99. Considerou-se que a faixa linear de calibração inicia-se com o valor do limite de detecção quantitativa (LQD)², arbitrariamente definido como cinco vezes o limite de detecção. O ponto máximo de calibração foi considerado 2000 mg l⁻¹ ou um valor menor de concentração a partir do qual foi observada perda de linearidade. Não foi observada degradação acentuada da faixa linear de calibração para a configuração axial. Quando condições robustas de operação foram utilizadas, as linhas mais sensíveis dos elementos analisados apresentaram faixas de calibração lineares menores para o sistema axial, exceto para Al que foi calibrado até o ponto máximo avaliado em ambas configurações. No entanto, com exceção do Mg, que apresentou reduzida faixa linear de calibração nos dois sistemas, os demais elementos puderam ser calibrados até 2000 mg l⁻¹ em pelo menos um dos comprimentos de onda avaliados, permitindo uma ampliação da faixa linear de calibração. O número de linhas de emissão que permitiram calibração até o ponto máximo avaliado foi maior para o sistema radial. Conclui-se que o desempenho analítico do sistema axial não foi comprometido em relação ao radial. A faixa de calibração dos dois arranjos pode ser ampliada dependendo do comprimento de onda utilizado, evitando excessiva diluição das amostras analisadas.

1. I. B. Brenner, A. T. Zander; *Spectrochim. Acta Part B*, 55 (2000) 1195-1240.
2. Montaser, A. ed., *Inductively coupled plasmas in analytical atomic spectrometry*, 2 ed., VCH, New York, 1992.

[CNPq]