

AVALIAÇÃO DE ESPECTRÔMETROS DE EMISSÃO ÓTICA ACOPLADOS A PLASMA INDUZIDO COM CONFIGURAÇÃO AXIAL E RADIAL

Fernando V. Silva (PG)^{1,2}; Lillian C. Trevizan (PG)²; Cíntia S. Silva (PG)²;
Joaquim A. Nóbrega (PQ)²; Ana Rita A. Nogueira (PQ)¹

1. Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste, C.P.339, 13560-970, São Carlos SP. e-mail: anarita@cppse.embrapa.br
2. Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos SP.

Palavras-chave: Figuras de mérito; visão axial; visão radial; ICP-OES

INTRODUÇÃO

A espectrometria de emissão ótica acoplada a plasma induzido (ICP-OES) apresenta-se como uma técnica muito bem estabelecida para análise multielementar. Essa técnica teve um renascimento na última década devido ao desenvolvimento de equipamentos que empregam configuração axial e detectores de estado sólido. A idéia da utilização da configuração axial foi proposta na década de 70, porém apesar do significativo ganho em sensibilidade, o desempenho do sistema apresentou-se comprometido devido às interferências observadas. Após duas décadas, o emprego dessa proposta tomou-se viável devido ao desenvolvimento de interfaces adequadas que utilizam um fluxo de gás em contra-corrente ou perpendicular a orientação do plasma gerado. Entretanto, o senso comum na área de espectroanalítica recomenda a utilização de ICP-OES com configuração axial em aplicações onde a sensibilidade apresenta-se como um fator crítico, porém as amostras a serem analisadas não possuem elevado grau de complexidade. Nesse sentido, para amostras complexas uma crítica avaliação da desempenho da configuração axial se torna necessária.

OBJETIVO

Avaliar o desempenho de dois ICP-OES com configurações axial e radial, respectivamente, empregando como elementos teste Ar, Ba, Mg e Ni.

EXPERIMENTAL

As mesmas condições operacionais e sistemas de introdução da amostra foram empregadas em ambos equipamentos para que fossem obtidos resultados em condições experimentais similares. A tabela 1 descreve os parâmetros instrumentais utilizados nos dois equipamentos avaliados.

Tabela 1. Parâmetros operacionais empregados nos ICP-OES com configuração axial e radial

Parâmetro operacional		
Potência da RF	1,2 kW	
Gás do plasma	15,0 l min ⁻¹	
Gás auxiliar	1,5 l min ⁻¹	
Gás de nebulização	0,8 l min ⁻¹	
Amostra	0,8 ml min ⁻¹	
Sistema de introdução	Nebulizador côncavo e câmara de nebulização cilíndrica	
Altura de observação	13 mm*	
Linhas de emissão (nm)	Al I 398,152 Ar I 404,442 Ar I 404,997 As I 188,980 Ba II 230,424 Ba II 455,403 Ca II 317,837 Cd II 226,902 Co II 228,619	Cr II 267,718 Cu I 324,780 Fe II 238,204 Mg II 280,284 Mg I 285,208 Mn II 267,610 Ni II 231,604 Se I 196,028 Zn II 206,204

* Somente para configuração radial

As figuras de mérito avaliadas foram: tempo de "warm-up", robustez, estabilidade por longo e curto período, resolução espectral na região do UV e VIS e limites de detecção em meio de HNO₃ 0,14 mol l⁻¹, 1.000 mg l⁻¹ Cr e no intervalo de concentração 10,0-10.000 mg l⁻¹ C. Material de referência certificado foi digerido em fomo de microondas com frascos fechados para se avaliar a exatidão de ambas configurações.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A robustez, estabilidade em longo e curto período, e resolução espectral no UV e VIS foram similares para ambas as configurações. Para o equipamento com configuração radial, o tempo de "warm-up" foi menor do que o apresentado para a configuração axial. Por outro lado, a sensibilidade apresentada pela configuração axial foi em geral 15 vezes superior à apresentada pelo sistema radial. Apesar de algumas particularidades, como o maior tempo de "warm-up", pode-se observar que o desempenho da configuração axial não foi comprometido mesmo quando considerada a análise de amostras complexas. Esse comportamento provavelmente está associado a eficiência da interface "end-on-gas" empregada nessa configuração. Desse modo, pode-se afirmar que a maioria das aplicações podem ser realizadas empregando a configuração axial sem que sejam observado significativo decréscimo do desempenho analítico.

[FAPESP]