

# Efeitos da adição de N<sub>2</sub> ao gás nebulizador em ICP OES com configuração axial

Camila Cerveira (PG)\*, Guilherme L. Scheffler (PG), Dirce Pozebon (PQ)

Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS \*camila.cerveira@ufrgs.br

Palavras-chave: Robustez do plasma. ICP OES. Adição de N<sub>2</sub>. Efeito de matriz

## Introdução

A espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) é uma das ferramentas analíticas mais populares e usualmente empregadas para análise elementar devido, principalmente, aos baixos limites de detecção obtidos, rapidez de análise, ampla faixa linear dinâmica e boa sensibilidade. Contudo, interferências de matriz podem ocorrer, as quais podem ser reduzidas mediante um tratamento prévio da amostra (pré-concentração do analito/separação da matriz), estratégias de calibração (uso de padrão interno ou adição de padrão) e otimização dos parâmetros instrumentais para tornar o plasma mais robusto. Outra estratégia que pode ser adotada é a adição de N<sub>2</sub> ao ICP, que pode melhorar a transferência de energia pelo aumento da condutividade térmica no mesmo<sup>1-4</sup>. Neste contexto, o presente trabalho teve por objetivo avaliar a influência do N<sub>2</sub> adicionado ao nebulizador pneumático (APEX-Q) com sistema de dessolvatação do aerossol associado ao espectrômetro de ICP OES com configuração axial do plasma.

## Resultados e Discussão

Primeiramente foi realizada uma avaliação da temperatura de aquecimento e resfriamento no sistema de dessolvatação do aerossol empregado, sendo fixadas em 140 °C e 2 °C, respectivamente. Posteriormente, a influência das vazões do gás nebulizador e da potência de radiofrequência aplicada ao ICP foi avaliada, sendo fixadas em 0,6 L min<sup>-1</sup>, 0,65 mL min<sup>-1</sup> e 1500 W, respectivamente. Para a escolha da vazão do N<sub>2</sub> (avaliada de 0 a 20 mL min<sup>-1</sup>) foi utilizado o critério de robustez (razão Mg(II) 280,271 nm/Mg(I) 285,213 nm). Na Figura 1 é ilustrado o efeito do N<sub>2</sub> sobre a robustez do ICP. É possível observar que mediante adição de N<sub>2</sub> há um aumento da robustez de 12 para 26; o mesmo não é observado quando o N<sub>2</sub> é substituído pelo Ar, demonstrando que o efeito do N<sub>2</sub> ocorre no ICP e não na nebulização. A vazão de N<sub>2</sub> foi fixada em 20 mL min<sup>-1</sup>, para seleção das linhas espectrais de elementos mais sensíveis ao efeito do N<sub>2</sub> adicionado ao ICP e avaliar efeitos de matriz.

O efeito do N<sub>2</sub> sobre os sinais do Zn, Fe, Cd, Cr, Mn, Ni, Co, Cu, V e Pb em presença de 5000 mg L<sup>-1</sup> de Na ou K pode ser observado na Figura 2. Para este estudo, uma solução contendo 50 µg L<sup>-1</sup> dos analitos

na presença de cada interferente foi utilizada. Observa-se na Figura 2 que a adição de N<sub>2</sub> ao ICP reduz a supressão do sinal do analito causada por Na e K. Na etapa seguinte foram avaliados os limites de detecção, a precisão, exatidão (mediante análise de materiais de referência) e linearidade. Observou-se que esses parâmetros não foram praticamente alterados devido à adição de N<sub>2</sub>.

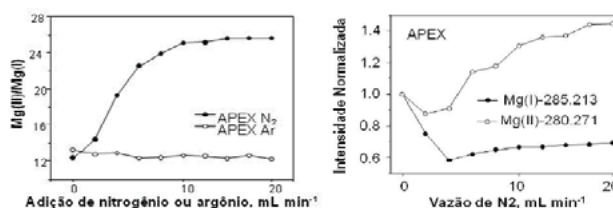


Figura 1. Efeito do N<sub>2</sub> sobre os sinais de emissão do Mg(II) 280,271 nm, Mg(I) 285,213 nm e razão dos mesmos (robustez do plasma).

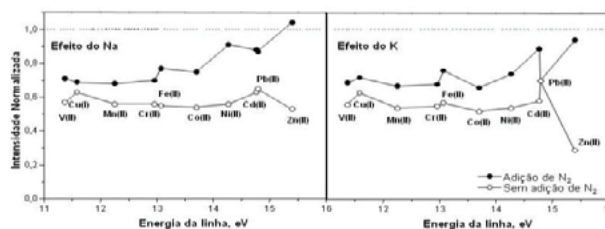


Figura 2. Efeito do Na e K na supressão do sinal analítico, com e sem a adição de N<sub>2</sub> ao plasma e em função da energia das linhas de emissão.

## Conclusões

A adição de uma pequena quantidade de N<sub>2</sub> (20 mL min<sup>-1</sup>) ao canal central do ICP de Ar, mediante o gás nebulizador, aumenta consideravelmente a robustez do ICP, possibilitando a análise de soluções contendo maior concentração de matriz interferente, sem prejudicar os limites de detecção, a precisão, exatidão e linearidade. O estudo revelou que o efeito do N<sub>2</sub> ocorre na atmosfera do plasma e não no processo de geração do aerossol.

## Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPERGS.

<sup>1</sup> Sesi, N.N.; MacKenzie, A.; Shanks, K.E.; Yang, P.; Hieftje, G.M. *Spectrochim. Acta B.* **1994**, 49, 1259

<sup>2</sup> Holliday, A.E.; Beauchemin, D. *J. Anal. At. Spectrom.* **2003**, 18, 1109.

<sup>3</sup> Agator, C.; Beauchemin, D. *Spectrochim. Acta B.* **2011**, 66, 1.

<sup>4</sup> Craig, J.M.; Beauchemin, D. *J. Anal. At. Spectrom.* **1992**, 7, 937.