

# Avaliação de Desempenho de Metodologia de Análise por Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Induzido (ICP-AES), conforme Método EPA 6010C

Rodrigo Cassani e Rodrigo Leandro Bonifácio.  
Laboratório De Poços De Caldas - LAPOC

## INTRODUÇÃO

ICP-AES é a técnica indicada para a análise de elementos em diferentes matrizes sólidas, líquidas, orgânicas e inorgânicas (materiais biológicos/proteínas, células animais e vegetais, leite, peixe, etc), águas, ligas metálicas, produtos de síntese/farmacêuticos ou outros), na gama de concentração de ppb-ppm, presentes em qualquer matriz que seja solúvel em meio aquoso (ácido, básico ou salino). O método 6010C [1] do SW-846 da EPA é um método analítico aplicável a uma ampla gama de amostras líquidas e sólidas que fornece procedimentos e referências específicas para coleta, preservação e preparação de amostras, além de procedimentos instrumentais recomendados para calibração, limites de detecção e correção de interferências. Este relatório apresenta os resultados da implementação dos parâmetros de Controle de Qualidade (QC criteria) conforme preconizado pelo método. Este método de análise pode ser associado a um método de digestão de amostras de solo e sedimento por microondas, que mimetiza a extração de metais ambientalmente disponíveis (EPA 3051A) [2].

## OBJETIVO

O objetivo do presente relatório é apresentar os resultados obtidos para demonstração de proficiência da análise de Al, Fe, Cu, Cr, Ni, Mn, Pb e Zn por ICP-AES realizada no setor de Química Analítica do LAPOC, conforme método SW-846 6010C [1] (revisão 3 de fevereiro de 2007)

da EPA (Environmental Protection Agency). Tais estudos visam a acreditação desta metodologia na norma ISO/IEC 17025, no LAPOC/CNEN.

## METODOLOGIA

Os estudos foram realizados utilizando-se o equipamento Liberty II (Varian), sequencial e de configuração radial. Todos os padrões foram preparados com utilizando-se água bidestilada e deionizada (Milli-Q 18,2 MΩ.cm), vidraria descontaminada por imersão *overnight* em ácido nítrico 20% e ácido nítrico p.a. purificado em destilador por sub-ebulição. Todas as soluções foram preparadas a partir de padrões certificados rastreáveis a padrões de alta confiabilidade metrológica e material volumétrico calibrado na RBC (Rede brasileira de calibração). A demonstração inicial de proficiência envolveu estudos de definição de posições de background para análise de traços, estudo de interferências espectrais, calibração com correção interelementar e verificação com soluções de verificação de interferências, levantamento dos limites de detecção instrumentais (IDL), determinação de faixa linear dinâmica e exatidão. Todas as soluções foram preparadas com Y 2 mg/L (padrão interno), a partir da diluição de solução estoque 1000 mg/L.

## RESULTADOS

### Definição de posições de background:

Inicialmente, foram definidas as posições de *background* para cada um dos elementos analisados. Foram realizadas varreduras espectrais com janela de 0,12 nm em

relação aos picos sugeridos para cada um dos elementos conforme método EPA. O elemento ítrio na concentração de 2 mg/L a 371,030 nm foi utilizado como padrão interno para todas as determinações. Para definição dos níveis de background do aparelho nas regiões espectrais de interesse, foi analisada uma solução de ácido nítrico 2%.

#### **Estudo de interferências espectrais:**

Foram analisadas soluções dos possíveis interferentes presentes na matriz de amostras ambientais de solo e sedimento utilizando-se as condições recomendadas pelo método 6010C [1]. O menor limite de quantificação de cada elemento foi posteriormente definido a partir de estudos de recuperação com padrão de verificação contínua do menor limite de determinação (LLCCV) e desvio padrão de leituras do branco.

#### **Calibração com interferentes:**

Foi levantada uma calibração com correção interelementar através da leitura das seguintes soluções:

- Padrões de calibração: branco (Y 2 mg/L em HNO<sub>3</sub> 2%) e padrões multi-elementares de Al 800 mg/L com Cr 5 mg/L e Fe 800 mg/L com Cu, Ni, Pb, Mn, V, Zn 5 mg/L.
- Padrões de interferência: Al 800 mg/L; Fe 800 mg/L; V 200 mg/L; Cu 200 mg/L e Mn 200 mg/L, com Y 2 mg/L em HNO<sub>3</sub> 2%.

#### **Determinação do menor limite de quantificação:**

O limite de quantificação foi estimado como sendo igual a 10 vezes o desvio-padrão amostral de um conjunto de medidas do branco realizadas sob condição de análise após calibração. Deste modo, foram preparadas duas soluções: uma contendo os analitos em concentração próxima ao valor definido como limite de quantificação (denominada LLCCV 1) e outra, contendo os analitos em concentração 50% acima do limite de quantificação (LLCCV 2).

#### **Limite de detecção instrumental:**

A estimativa do IDL (limite de detecção instrumental) foi realizada a partir de 3 séries de 7 leituras do branco, realizadas em dias não consecutivos. O IDL foi então calculado como a média dos 3 desvios-padrão para cada série de leituras.

#### **Exatidão:**

Em abril de 2012, participamos de programa de intercomparação laboratorial com um organismo ambiental da Itália, AQC [3]. Fomos o laboratório com melhor performance dentre os 16 participantes, demonstrando proficiência na análise de Cobre, Cromo total, Manganês, Zinco, Chumbo, Níquel e Vanádio por ICP-AES, realizada de acordo com a metodologia validada.

## **CONCLUSÕES**

Os resultados obtidos no programa de intercomparação laboratorial com um organismo ambiental da Itália, AQC [3] permitem concluir que o método foi convenientemente validado de acordo com os requisitos da SW 846 EPA 6010C [1].

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- [1] SW 846 EPA 6010C, "Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry", Rev. 3, Fevereiro de 2007.
- [2] SW 846 EPA 3051A, "Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils", Rev. 01, Fevereiro de 2007.
- [3] Relatório de participação no Programa de Proficiência do AQC-Itália, rodada 12CS1, 2012.

## **APOIO FINANCEIRO AO PROJETO**

Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG).