

DETERMINAÇÃO SEMIQUANTITATIVA DE ELEMENTOS MAIORES E TRAÇOS EM PADRÃO DE CARBONATO DE CÁLCIO POR ICP-MS

Ana M. C. M. Rolisola (PG)^{1,2*}, Karen S. Luko (PQ)¹, Hendryk Gemeiner (PG)^{1,2}, Jorge Pedrobom (PG)^{1,2}, Amauri A. Menegário (PG)^{1,2}, Didier Gastmans (PG)^{1,2}, Chang Hung Kiang (PQ)²
*e-mail: anamartarolisola@hotmail.com

¹Centro de Estudos Ambientais, Universidade Estadual Paulista, 13506-900, Rio Claro – SP, Brasil

²Programa de Pós-Graduação em Geociências e Meio Ambiente, IGCE, UNESP - Universidade Estadual Paulista, 13506-900, Rio Claro, SP, Brasil.

Introdução

A espectrometria de massas com plasma acoplado indutivamente (ICP-MS) é uma técnica capaz de determinação de vários elementos em níveis traços e ultratraços devido à sua capacidade multielementar e alta sensibilidade. Este trabalho teve por objetivo determinar quali e quantitativamente o maior número possíveis de elementos (maiores, traços e ultratraços) em uma amostra de carbonato de cálcio proveniente da Gruta do Rei do Mato (Sete Lagoas, Minas Gerais) por ICP-MS.



As concentrações de Mg, Al, Ni, Cu, Zn, As, Br, Sr, Sn, I e Ba (elementos traços) variaram entre $1,19 \pm 0,03$ e 368 ± 9 mg por quilograma de CaCO_3 . As concentrações de Y, Zr, Ag, Ce, Pr, Nd, Hg, Tl, Pb e U (elementos ultratraços) variaram entre $0,003 \pm 0,001$ e $0,96 \pm 0,25$ mg por quilograma de CaCO_3 .

Tabela 2: Concentração elemental em mg/kg para solução de CaCO_3 de 0,001% com os respectivos desvios-padrão (SD)

Solução 0,001% (m v ⁻¹)			
	mg kg ⁻¹	SD	
²³ Na	1718	109	maior
²⁴ Mg	368	9	traço
²⁷ Al	53,30	18,02	traço
⁸⁸ Sr	169,63	3,22	traço
¹¹⁸ Sn	42,33	0,57	traço
¹³⁷ Ba	19,13	1,51	traço

Condições Experimentais

- Foram preparadas soluções de CaCO_3 0,1%, 0,01% e 0,001% (m v⁻¹) em HNO_3 2% (v v⁻¹).
- A solução de concentração 0,001% (m v⁻¹) foi utilizada na análise para determinar os **elementos em maiores** concentrações e as soluções 0,01% (m v⁻¹) e 0,1% (m v⁻¹) para os **elementos traços e ultratraços**.
- O equipamento utilizado para as análises quali e semiquantitativa foi um ICP-MS modelo XSeries 2 (Thermo Scientific) com nebulizador Mira Mist® (Burgener Research Inc.), câmara de nebulização cônica com Peltier, tocha de quartzo de parte única com injetor de 1,5 mm e cones amostrador e skimmer de Ni.
- Uma solução 10 µg L⁻¹ contendo elementos com m/z = 7 até 238 em HNO_3 2% (v v⁻¹) (Ba, Be, Bi, Ce, Co, In, Li, Ni, Pb, U) foi usada para a análise semiquantitativa através de uma função do software PlasmaLab.
- O ICP-MS foi operado no modo padrão (sem cela de colisão ou reação).

Tabela 1: Parâmetros instrumentais do ICP-MS

Nebulizador		Mira Mist
Potência RF (W)		1300
Gás de nebulização (L min ⁻¹)		0,74
Gás de refrigeração (L min ⁻¹)		13
Gás auxiliar (L min ⁻¹)		0,7
Rotação da bomba peristáltica (rpm)		15
Tocha	Profundidade (mm)	150
	Vertical (mm)	187
	Horizontal (mm)	58

Resultados

Qualitativamente foram identificados na amostra os seguintes elementos: Na, Mg, Al, Mn, Ni, Cu, Zn, As, Br, Sr, Y, Zr, Ag, Sn, I, Ba, Ce, Pr, Nd, Hg, Tl, Pb e U. A concentração de Na (elemento maior) foi 1.718 ± 109 mg por quilograma de CaCO_3 .

Tabela 3: Concentração elemental em mg/kg para soluções de CaCO_3 de 0,01% e 0,1% com os respectivos desvios-padrão (SD)

Solução 0,01% (m v ⁻¹)				Solução 0,1% (m v ⁻¹)			
	mg kg ⁻¹	SD			mg kg ⁻¹	SD	
⁵⁵ Mn	0,37	0,02	ultra	⁵⁵ Mn	0,26	0,01	ultra
⁶⁰ Ni	13,51	0,91	traço	⁶⁰ Ni	104,44	39,25	traço
⁶⁵ Cu	1,19	0,03	traço	⁶⁵ Cu	0,92	0,28	ultra
⁶⁶ Zn	130,70	1,83	traço	⁶⁶ Zn	101,86	27,07	traço
⁷⁵ As	3,10	0,95	traço	⁷⁵ As	3,93	1,13	traço
⁸¹ Br	n.d.	n.d.	n.d.	⁸¹ Br	235,72	67,47	traço
⁸⁸ Sr	244,21	0,86	traço	⁸⁸ Sr	172,72	42,75	traço
⁸⁹ Y	0,06	0,01	ultra	⁸⁹ Y	0,05	0,01	ultra
⁹⁰ Zr	0,31	0,01	ultra	⁹⁰ Zr	0,15	0,04	ultra
¹⁰⁷ Ag	0,21	0,02	ultra	¹⁰⁷ Ag	0,02	0,01	ultra
¹¹⁸ Sn	0,89	0,08	ultra	¹¹⁸ Sn	0,06	0,05	ultra
¹²⁷ I	1,38	0,04	traço	¹²⁷ I	1,11	0,28	traço
¹³⁷ Ba	23,52	0,32	traço	¹³⁷ Ba	18,41	4,24	traço
¹⁴⁰ Ce	n.d.	n.d.	n.d.	¹⁴⁰ Ce	0,01	0,002	ultra
¹⁴¹ Pr	0,007	0,01	ultra	¹⁴¹ Pr	0,003	0,0001	ultra
¹⁴² Nd	0,013	0,01	ultra	¹⁴² Nd	0,011	0,003	ultra
²⁰² Hg	n.d.	n.d.	n.d.	²⁰² Hg	0,96	0,25	ultra
²⁰⁵ Tl	0,01	0,001	ultra	²⁰⁵ Tl	0,01	0,001	ultra
²⁰⁸ Pb	0,39	0,01	ultra	²⁰⁸ Pb	0,27	0,06	ultra
²³⁸ U	0,53	0,01	ultra	²³⁸ U	0,39	0,08	ultra

n.d. = não determinado

Conclusões

- O método apresentou desempenho satisfatório para a determinação quali e quantitativa dos analitos na matriz estudada.
- Este trabalho apresenta dados importantes sobre a concentração de elementos traços e ultratraços, assim como a pureza, nas rochas carbonáticas da região estudada.

Referências

- EVANS, E.H.; PISONERO, J.; SMITH, C.M.M.; TAYLOR, R.N. Atomic spectrometry updates: Review of advances in atomic spectrometry and related techniques. J. Anal. At. Spectrom., 29, 773, 2014.
- TAYLOR, E.H. Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry. Academic Press, San Diego 2001.