

EVALUACION DE INTERFERENTES EN ICPMS Y USO DE ECUACIONES DE CORRECCION

APLICACION EN AGUAS NATURALES DE CORDOBA PARA VALORES DE As, V y Se



Marcela Inga, Gabriel Spahn, Fernanda Mera, Mara Avendaño.
CEPROCOR, MinCyT- Córdoba. E-mail: cinga@ceprocor.uncor.edu



INTRODUCCION

La espectrometría de masa con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICPMS) es una de las técnicas de preferencia para el análisis multielemental de trazas en aguas y otras matrices. Se cuenta como ventaja la posibilidad de determinar con precisión y sensibilidad bajos niveles de elementos de manera prácticamente simultánea. El desarrollo de métodos para tal fin incluyen la selección de blancos analíticos, conjunto de estándares adecuados externos e internos y no menos relevante es la elección de métodos apropiados de cuantificación. De esta manera se debe contemplar la necesidad de incluir el uso de ecuaciones de corrección para minimizar la contribución de especies interferentes como las basadas en especies poliatómicas de argón y cloro. Si bien la incorporación de tecnologías con celdas de colisión/reacción contribuye a una notoria mejora en el control de interferencias, existen casos como el del 51V que requiere cambios en la utilización de gas de celda o uso de ecuaciones de corrección.

OBJETIVOS

- Desarrollar metodología analítica para la determinación de As, Se y V en aguas naturales con alto contenido salino por espectrometría de masas con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICPMS).
- Aplicar tecnología de celda de colisión/reacción con gas He/ 7% H2 para minimización de especies interferentes debidas al Ar y Cl.
- Estudiar el uso de ecuaciones de corrección para los analitos ensayados con el empleo de HNO₃ 1%/ HCl 0,5 %.

MATERIALES Y METODOS

Muestras analizadas:

- ✓ Aguas naturales de Córdoba, N = 25.
- ✓ Material de Referencia: **MRC IV-STOCK-1643** Inorganic Ventures (I. V.)
- Tratamiento: Filtración con membrana y acidificación con HNO₃ (1+1), 1% del volumen.
- Blanco para patrones y muestras: HNO₃ 1%/ HCl 0,5 %
- Dilución de muestras: 1: 10 con solución de blanco.
- Estándar Interno: Solución de HNO₃ 2% con In y Re.

Análisis

Espectrometría de plasma de acoplamiento inductivo con detección por espectrometría de masa (ICP-MS). Instrumental: Thermo Elemental X Series I.
Condiciones instrumentales
Celda de colisión/reacción (CCT) gas He/ 7% H2
Potencia de plasma: 1350 W
Conos para aplicaciones ambientales.

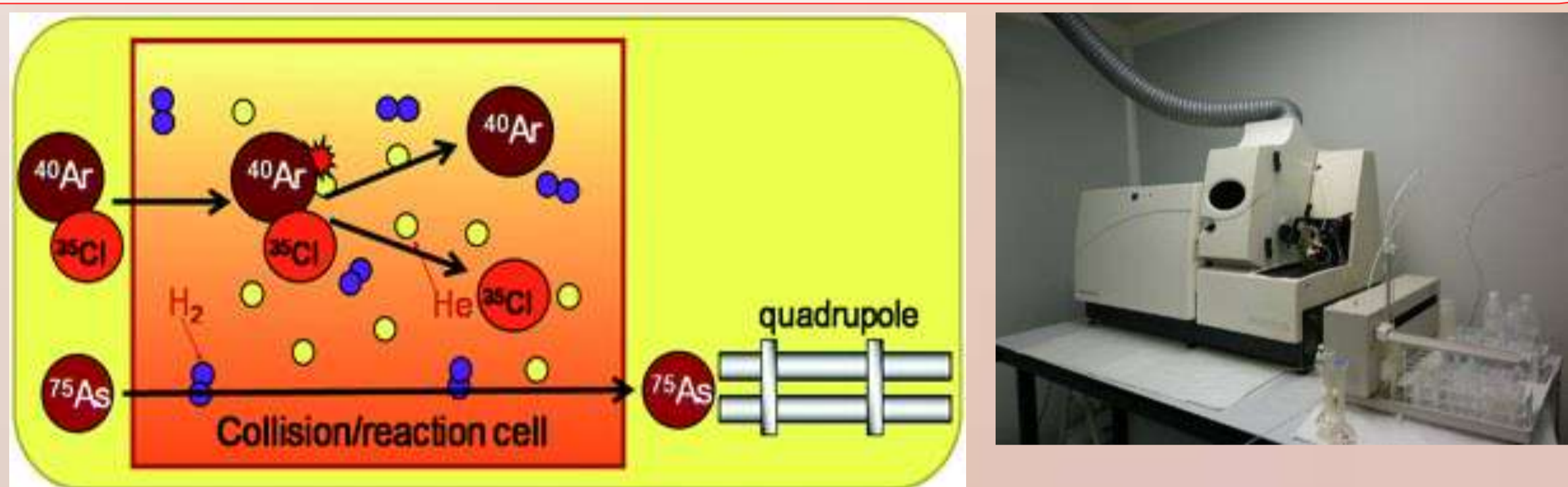


Fig. 1 Mecanismo de interacción de gas de celda, He/ 7% H2 con especies poliatómicas.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se presenta un estudio comparativo de los resultados obtenidos para 51V, 75As, 78Se y 82Se en aguas mediante la aplicación de ecuaciones de corrección que contemplan otras especies en el mismo valor de relación masa/carga. Se consideran las abundancias naturales de las especies involucradas, 51ClO, 53ClO, 53Cr, 52Cr, 75ArCl, 77ArCl, 77Se, 82Kr y 83Kr. Se ilustran en Fig.1 algunos mecanismos de interacción del gas de celda empleado. En Tabla 1 se exhiben los datos de las curvas de calibración y algunas propiedades analíticas.

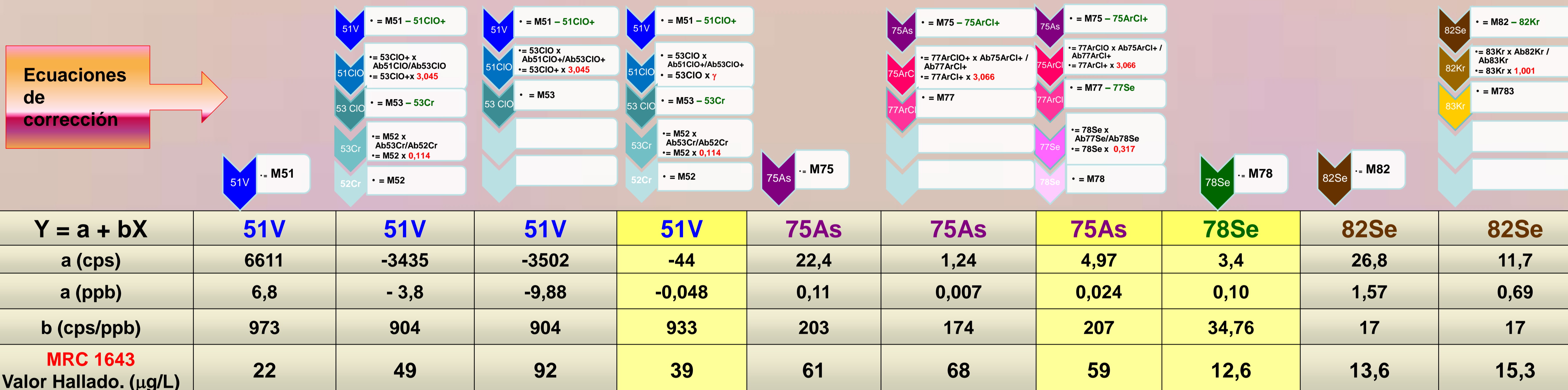


Tabla 1: Comparación de curvas de calibración con uso de ecuaciones de corrección. Propiedades Analíticas.

Los resultados obtenidos para el Mat. de Ref. 1643 MRC IV-STOCK-1643 I. V. se emplearon como herramienta de verificación y permitieron inferir las siguientes observaciones:

- 75As:** No hubo diferencias significativas entre los valores con y sin corrección. Esto se atribuye a que la especie interferente principal 75ArCl se resuelve correctamente con el empleo de la celda de colisión/reacción y el gas empleado.
- 78Se:** No fue necesario corregir para 78Se; esto es consistente con la baja señal del blanco verificada en el desempeño inicial del instrumento.
- 82Se:** Sí es necesario contemplar en la corrección la especie 82Kr aunque la sensibilidad y la abundancia natural son bajas por lo que es preferible la medición de 78Se.
- 51V:** La señal de 51V+ es interferida por 35Cl16O+. Esta especie no es destruida en las condiciones de trabajo de la celda de colisión debido a su alta energía de disociación (>4 eV), y su señal depende de la concentración de HCl. La especie 51ClO+ se estima a partir de la masa 53ClO+ previa discriminación de 53Cr. La aplicación de este modelo originó una curva de calibrado con ordenada al origen negativa por corrección en exceso y debió considerarse la necesidad de incluir un factor de ajuste γ para corregir con mejor exactitud los resultados. Se considera que existe la contribución de otra especie en la señal de la Masa 53.

Los resultados de las aguas analizadas se visualizan en la Tabla 2 y se expresan de acuerdo a las condiciones seleccionadas de análisis de la Fig.2.

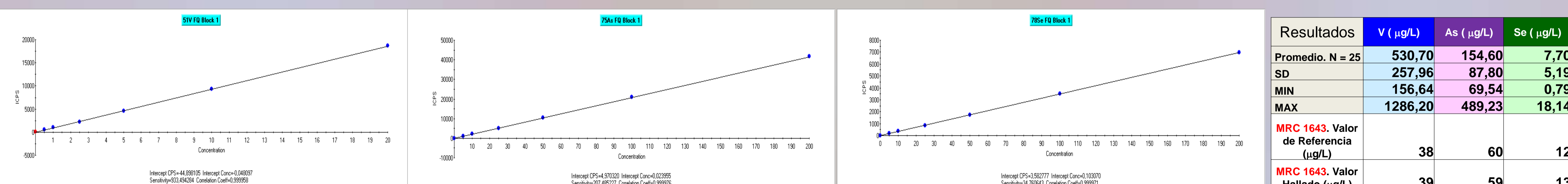


Fig. 2: Curvas de Calibración seleccionadas

Tabla 2: Resultados de las aguas analizadas.

CONCLUSIONES

- La aplicación de tecnología de celda de colisión/reacción permite la minimización de algunas especies poliatómicas lo cual es función en parte de la energía de disociación de las mismas.
- El uso de ecuaciones de corrección requiere una evaluación espectral y de las señales obtenidas y en ocasiones se deben introducir factores de ajuste empíricos.
- En las condiciones de trabajo definidas el sesgo obtenido para As, Se y V en MRC IV-STOCK-1643 Inorganic Ventures fue inferior al 5 % en los tres analitos.
- La metodología analítica en las condiciones seleccionadas fue adecuada para la determinación de As, Se y V en aguas naturales de estas características.

Agradecimientos:

Al Dr. Raúl. Badini por sus valiosos aportes en la interpretación de los resultados.