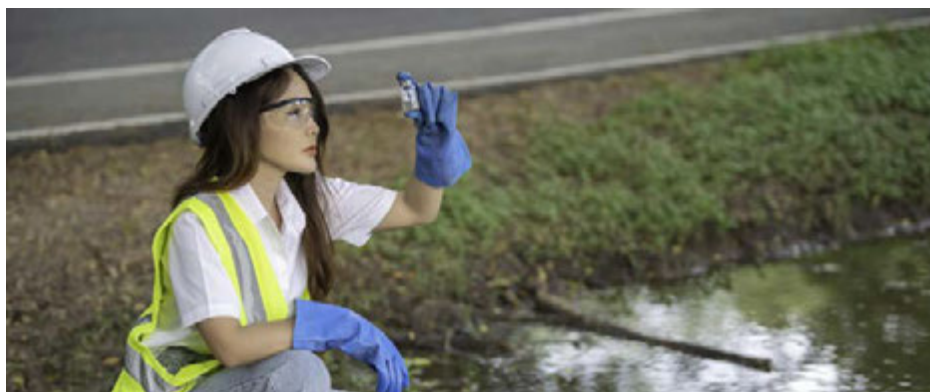


Análise automatizada de matrizes com baixo a alto teor de sólidos totais dissolvidos usando o método ICP-MS único

Análise multielementar eficiente de águas, sedimentos e solos por meio de ICP-MS Agilent 7850 com sistema de diluição avançada



Autor

Rentaro Yamashita
Agilent Technologies, Inc.

Introdução

O Sistema de diluição avançada Agilent 2 (ADS 2) é um novo sistema de diluição automática com duas seringas para instrumentos ICP-MS Agilent capaz de diluir automaticamente padrões estoque e amostras em até 400 vezes. A Agilent desenvolveu o ADS 2 para melhorar a eficiência e o custo por amostra de análises elementares, automatizando a calibração, a diluição da amostra e a reanálise de amostras fora da faixa.¹

Com os limites de detecção baixos, a faixa dinâmica ampla, a alta produtividade e as capacidades multielementares, o ICP-MS é amplamente utilizado em laboratórios ambientais para quantificar vários elementos em amostras com matrizes diversas. As instalações de testes ambientais inorgânicos desempenham um papel muito importante no monitoramento ambiental, nos testes de conformidade com as normas e no estudo do impacto dos poluentes elementares nos ecossistemas. Laboratórios contratados de médio a grande porte podem analisar centenas de amostras por dia, incluindo água potável e águas superficiais, solos, sedimentos, efluentes, produtos agrícolas e derramamentos de produtos químicos. Para gerenciar cargas de amostras grandes e variadas, os gerentes de laboratórios estão constantemente procurando novas maneiras de aumentar a eficiência e a produtividade de fluxos de trabalho e reduzir as demandas postas aos funcionários.

Muitos laboratórios geralmente fazem triagem de amostras desconhecidas antes do desenvolvimento de métodos ou análise quantitativa. No entanto, com o ADS 2 integrado, o ICP-MS Agilent consegue processar maior variedade de tipos de amostras sem triagem prévia, combinando as diluições prescritiva e reativa, o que melhora significativamente a produtividade das amostras.

O ICP-MS Agilent 7850 é ideal para a medição precisa de amostras ambientais, incluindo amostras com alto teor de sólidos totais dissolvidos (TDS).^{2,3} O ICP-MS 7850 inclui os seguintes recursos que beneficiam os laboratórios de testes de rotina:

- **Fonte robusta de íons de plasma:** o plasma otimizado (relação CeO^+/Ce^+ baixa) pode processar facilmente diversos tipos de amostras, garantindo dados precisos, boa estabilidade a longo prazo e a necessidade de manutenção reduzida.
- **Faixa dinâmica linear de dez ordens:** a faixa analítica ampla simplifica a configuração do método, já que os analitos-traço e principais podem ser medidos em uma única corrida, o que significa menos repetições devidas a resultados acima da faixa.
- **Modo de colisão com hélio (He) no sistema de cela de reação octopolar (ORS⁴):** o modo de colisão usando hélio é utilizado para controlar interferências espectrais comuns por meio da discriminação de energia cinética (KED), o que garante a exatidão dos dados.
- **Tecnologia de diluição de aerossol por introdução com alto teor de matriz (UHMI):** a UHMI aprimora a robustez do plasma do ICP-MS 7850 (que já é excepcional), permitindo que o instrumento manipule as amostras com níveis percentuais de TDS.
- **Agilent ICP-MS MassHunter:** o poderoso software inclui predefinições úteis, modelos integrados de métodos e relatórios e recursos que são fáceis de usar e simplificam todos os aspectos do fluxo de trabalho analítico.

Para melhorar ainda mais a produtividade do laboratório por meio da automação, um sistema totalmente integrado composto de ICP-MS 7850 e ADS 2 possibilita a execução automática das seguintes três importantes funções de economia de tempo:

- **Calibração automática:** todas as curvas de calibração podem ser preparadas automaticamente a partir de uma única solução estoque, reduzindo significativamente o tempo necessário para preparar soluções padrão.
- **Diluição prescritiva:** a diluição automática das amostras antes da medição reduz o tempo necessário para preparar amostras com as concentrações altas de matriz. A diluição automática online reduz o trabalho manual e evita o risco de erro humano e de contaminação durante o preparo de amostras.
- **Diluição reativa:** as amostras são automaticamente diluídas e imediatamente remediadas quando a concentração exceder a faixa de calibração ou quando os elementos do padrão interno (ISTD) exibirem supressão ou intensificação. Esta funcionalidade do ADS 2 evita o retrabalho pós-análise, a diluição manual de amostras fora da faixa e aumenta a produtividade, para que os analistas possam se concentrar em tarefas mais produtivas.

Esta nota de aplicação usa o ICP-MS Agilent 7850 equipado com ADS 2 e amostrador automático Agilent SPS 4 para medir 26 elementos principais, secundários e elementos-traço em diversas amostras ambientais usando um único método. A precisão da diluição e a estabilidade a longo prazo do ICP-MS 7850 com ADS 2 foram avaliadas por meio da análise de água potável, águas residuais, sedimentos fluviais, solo e água do mar sintética.

Parte Experimental

Instrumentação

O ICP-MS 7850 com um ADS 2 e amostrador automático SPS 4 integrados (Figura 1) foi totalmente controlado usando o software ICP-MS MassHunter, versão 5.3. O ADS 2 é um sistema de diluição modular pré-configurado, com duas seringas, que inclui um sistema avançado de válvula para ICP-MS (AVS MS)*. Ele conta com fácil instalação, operação, manutenção e solução de problemas. Todos esses fatores reduzirão os custos operacionais e melhorarão a produtividade das amostras, diminuindo a quantidade das operações manuais e a demanda de tempo do analista.



Figura 1. ICP-MS Agilent 7850 com o diluidor automático Agilent ADS 2 e amostrador automático Agilent SPS 4.

O ICP-MS 7850 foi equipado com o sistema de introdução de amostras padrão, que consiste em um nebulizador concêntrico de vidro MicroMist, câmara de nebulização de quartzo com temperatura controlada e tocha de quartzo com injetor com diâmetro interno (ID) de 2,5 mm. Um cone de amostragem de cobre níquelado foi usado com um skimmer de níquel.

Conforme mostrado na Tabela 1, o ORS⁴ foi operado em três modos de gás: sem gás (para Be), He (para 24 elementos) e He potencializado, de alta energia (modo HEHe para Se). A UHMI-4 foi selecionada como configuração de plasma, já vez que o conteúdo de TDS de algumas amostras era desconhecido. A Tabela 1 apresenta os parâmetros do plasma e do instrumento; as linhas sombreadas mostram as configurações da UHMI definidas automaticamente. As tensões da lente iônica foram otimizadas automaticamente para aumentar a sensibilidade.

Tabela 1. Parâmetros operacionais do ICP-MS Agilent 7850.

Parâmetro	Sem gás	He	HEHe
Modo de plasma	UHMI-4		
Potência de RF (W)	1.600		
Profundidade da amostra (mm)	10		
Gás do nebulizador (L/min)	0,83		
Gás de diluição (L/min)	0,15		
Ajuste da lente	Autotune		
Vazão do gás de célula (mL/min)	0	5	10
Discriminação de energia (V)	5	5	7

Os parâmetros sombreados são definidos automaticamente usando a UHMI. Configurações do modo HEHe potencializado usadas para selênio (Se).

O ADS 2 pode realizar diluição automática de soluções com fator de até 400, o que o torna altamente adequado para a preparação de calibrações multiníveis e para a diluição automática de matrizes com alto teor de sólidos totais dissolvidos (diluição prescritiva). Além da diluição prescritiva, o ADS 2 pode ser usado para diluição e remediação automáticas das amostras (diluição reativa) quando a concentração de alguns elementos exceder uma concentração definida pelo usuário, por exemplo, a concentração máxima de calibração.

Conforme mostrado na Figura 2, a função de diluição reativa pode ser configurada na guia QC do software como "Out of Calibration Curve Concentration Range" (Faixa de Concentração Fora da Curva de Calibração), escolhendo a opção "Dilute and Re-Run" (Diluir e Repetir a Corrida). A diluição e repetição de corrida também podem ser aplicadas ao sinal de padrão interno "ISTD Recovery" (Recuperação de ISTD).

Outlier	Minimum Value	Maximum Value	Method	
			Reference	Error Action
Calibration Curve Fit R	0.995			Ignore and Continue
Relative Standard Error %		90		Abort
Relative Error %		90		Abort
ISTD Recovery % [compared with CalBlk]	75	125		Dilute and Re-Run
Spike Recovery % [compared with SpikeRef]			Spike Ref	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC1' Sample]	90	110	QC1	Recalibrate and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC2' Sample]	85	115	QC2	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC3' Sample]			QC3	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC4' Sample]			QC4	Ignore and Continue
QC Sample Conc Stability % [use 'QC5' Sample]			QC5	Ignore and Continue
Count RSD %		5	>= 10000 cps	Ignore and Continue
Blank Conc Level % [use 'BlkVrfy' Sample]		100	BlkVrfy	Run Blank and Continue
▶ Out of Calibration Curve Concentration Range %		125		Dilute and Re-Run

Figura 2. Guia QC no software Agilent ICP-MS MassHunter, versão 5.3, mostrando ação em caso de resultados discrepantes (outliers) para recuperação do ISTD e/ou % de Faixa de Concentração Fora da Curva de Calibração.

Os detalhes da configuração de hardware para o ADS 2 e SPS 4 constam na Tabela 2 e os parâmetros de introdução das amostras do ADS 2 na Tabela 3.

Tabela 2. Configuração do Agilent ADS 2 e amostrador automático Agilent SPS 4.

Parâmetro	Detalhes
Loop de amostra	1,5 mL
Seringa com sol. transportadora	5 mL, vidro
Seringa com diluente	10 mL, quartzo
Tempo por análise	150 s (sem diluição), 175 a 190 s (com diluição)
Sonda	ID de 1,0 mm, 100 cm de comprimento (tubulação)
Tubulação da bomba perist.	Lado de suprimento: cinza/cinza. Lado de drenagem: roxo/branco.

Tabela 3. Parâmetros de introdução de amostras do Agilent ADS 2.

Fase	Tempo (s)	Velocidade da bomba (%)	Vial	Válvula
Carga da amostra	10	50	Amostra	Carregar
Estabilizar	8	5	Porta de enxágue	Injetar
Enxágue da sonda (amostra/STD)	15	5	Porta de enxágue	Injetar
Enxágue da sonda 1	5	50	Porta de enxágue	Injetar
Enxágue da sonda 2	20	0	Porta de enxágue	Injetar
Enxágue 3	1	0	Inicial	Injetar
Lavagem da sonda de loop opcional	10	50	Porta de enxágue	Carregar
Lavagem de loop opcional	1	5	Porta de enxágue	Injetar
Lavagem da sonda de loop opcional (diluição)	10	50	Porta de enxágue	Carregar

Enxágue da sonda 1: qualquer contaminação da solução de enxágue durante o "Enxágue da sonda (amostra/padrão)" é removida aumentando a velocidade da bomba por um curto período. Enxágue da sonda 2: a solução de enxágue nova é deixada para se acumular na porta de enxágue, pronta para o processo de lavagem de loop opcional. Enxágue da sonda 3 economiza o consumo da solução de enxágue colocando a sonda na posição "Inicial".

Amostras e soluções

Todas as soluções (transportadora, diluente, de enxágue, padrão interno e padrões de calibração) foram preparados usando o ácido nítrico (HNO_3) a 1% e o ácido clorídrico (HCl) a 0,5%. HCl foi incluído para garantir a estabilidade de elementos como Ag, Sb e Hg em solução.

Padrões de calibração, adições e padrões de controle de qualidade (QC) foram preparados a partir do Padrão de calibração ambiental da Agilent (part number 5183-4688). Padrões monoelementares também foram usados para Al, Mn, Zn, Hg e Pb (Kanto Chemicals, Japão)*. As curvas de calibração foram feitas a partir de um único padrão estoque misturado, que foi automaticamente diluído em 400x, 200x, 100x, 50x, 20x, 10x, 5x, 2x e 1x (não diluído) usando o ADS 2. A faixa de calibração de cada elemento consta na Tabela 4.

Tabela 4. Faixa de concentração das curvas de calibração.

Elementos	Faixa de calibração ($\mu\text{g/L}$)
Na, Mg, Al, K, Ca e Fe	25 a 10.000
Mn, Zn e Pb	2,5 a 1.000
Hg	0,005 a 2
Be, V, Cr, Co, Ni, Cu, As, Se, Mo, Ag, Cd, Sb, Ba, Tl, Th e U	0,25 a 100

Os detalhes da água potável, das águas residuais, dos sedimentos fluviais, dos materiais de referência certificados (CRM) do solo e da água do mar sintética são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5. A lista de amostras ambientais analisadas neste estudo.

Nome	Tipo	Fornecedor
NIST 1643f Trace Elements in Water (1643f)	Água potável	NIST, Gaithersburg MD
Certified Waste Water - Trace Metals Solution H (CWW-TM-H)	Águas residuais	High-Purity Standards, Charleston SC, USA
River Sediment Solution B (RS-B)	Sedimento fluvial	High-Purity Standards, Charleston SC, USA
Soil Solution B (Soil-B)	Solo	High-Purity Standards, Charleston SC, USA
Marine Art SF-1	Água do mar sintética	Osakayakken, Japan

Os padrões de verificação de calibração inicial (ICV) e verificação de calibração contínua (CCV), bem como as soluções de branco para calibração inicial (ICB) e calibração contínua (CCB) foram usados para verificações de QC durante a corrida. Os padrões ICV e CCV foram preparados utilizando o ADS 2 e diluindo o padrão de calibração estoque por um fator de dois.

A solução ISTD foi preparada a partir da Mistura de padrão interno Agilent (part number 5183-4681). Padrões monoelementares* foram utilizados para Ge (SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, EUA) e Ir (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, EUA). A solução ISTD composta de ^6Li , Sc, Ge, Y, In, Tb e Ir a 1 ppm foi adicionada automaticamente online. Tubulação estreita foi usada para minimizar a diluição da amostra, resultando em uma diluição aproximada de 15x do estoque do ISTD.

Fluxo de trabalho analítico

A precisão da diluição e os testes de estabilidade a longo prazo foram realizados separadamente, conforme descrito no fluxo de trabalho analítico mostrado na Figura 3.

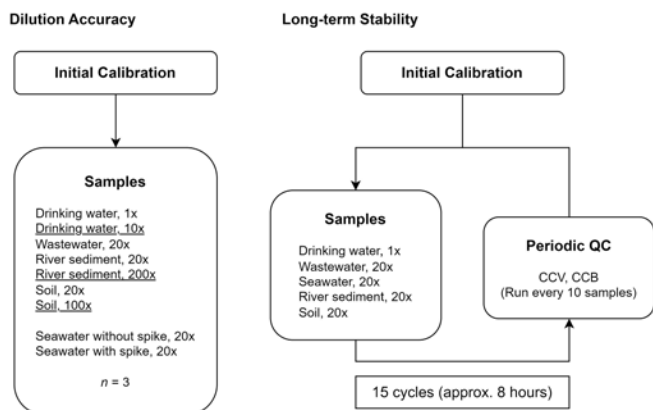


Figura 3. Sequência analítica mostrando os fatores de diluição da amostra. Para o teste de precisão de diluição, as amostras sublinhadas também foram medidas usando ICP-MS Agilent 7850 após diluição reativa automática realizada por Agilent ADS 2.

Para avaliar a precisão da diluição, a amostra de CRM de água potável foi medida sem diluição e as amostras de CRM com matrizes mais complexas foram medidas seguindo uma diluição automática prescritiva de 20x. Os resultados medidos foram comparados com os valores certificados. Se a concentração monoelementar estava acima a faixa de calibração, o ADS 2 repetia automaticamente a medição da amostra após a diluição automática reativa. Para avaliação adicional da precisão da diluição, uma amostra de água do mar sintética foi fortificada e as recuperações de adição padrão foram avaliadas.

No teste de estabilidade a longo prazo, foram utilizados os mesmos fatores de diluição e amostras, embora não tenha sido realizada nenhuma diluição reativa nem a fortificação da amostra de água do mar sintética. As soluções de CCV e CCB foram medidas a cada 10 amostras durante uma corrida de oito horas.

Resultados e análise

Limites de detecção do instrumento e calibração automática

Os limites de detecção do instrumento (IDL) para 26 elementos foram calculados a partir de três vezes o DP das medições de sete alíquotas replicadas do branco de calibração (Tabela 6).

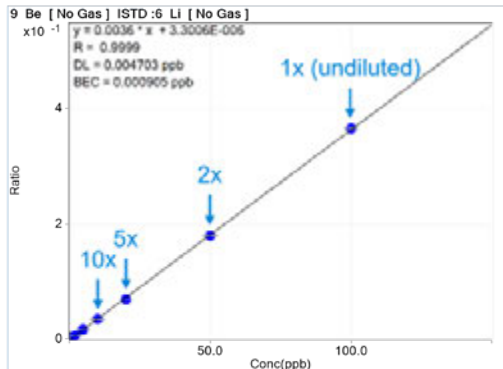
Todas as curvas de calibração automática mostraram linearidade excelente na ampla faixa dinâmica, desde não diluída (1x) até a diluição de 400x. Os coeficientes de calibração de todas as curvas foram superiores a 0,9995. Curvas de calibração representativas para elementos em toda a faixa de massa (Be, V, Cd e Tl) são mostradas em Figure 4, à esquerda e à direita, respectivamente. A linearidade excelente dos padrões de calibração de nível mais baixo mostra que o ADS 2 consegue fazer a diluição precisa dos padrões de até 400x.

Tabela 6. Analito, modo de gás de célula, padrão interno e os IDL.

Analito	Modo	ISTD	IDL (µg/L)
9 Be	Sem gás	6 Li	0,001
23 Na	He	45 Sc	1,8
24 Mg	He	45 Sc	0,041
27 Al	He	45 Sc	0,055
39 K	He	45 Sc	3,0
44 Ca	He	45 Sc	4,9
51 V	He	72 Ge	0,001
52 Cr	He	72 Ge	0,008
55 Mn	He	72 Ge	0,019
56 Fe	He	72 Ge	0,050
59 Co	He	72 Ge	0,002
60 Ni	He	72 Ge	0,009
63 Cu	He	72 Ge	0,012
66 Zn	He	72 Ge	0,016
75 As	He	72 Ge	0,020
78 Se	HEHe	72 Ge	0,040
95 Mo	He	115 In	0,001
107 Ag	He	115 In	0,001
111 Cd	He	115 In	0,001
121 Sb	He	115 In	0,002
137 Ba	He	115 In	0,019
201 Hg	He	193 Ir	0,003
205 Tl	He	193 Ir	0,0003
Pb*	He	193 Ir	0,0010
232 Th	He	193 Ir	0,0001
238 U	He	193 Ir	0,0001

*Os dados de Pb são baseados na soma dos isótopos 206, 207 e 208.

Full Scale Deflection



Zoomed Scale

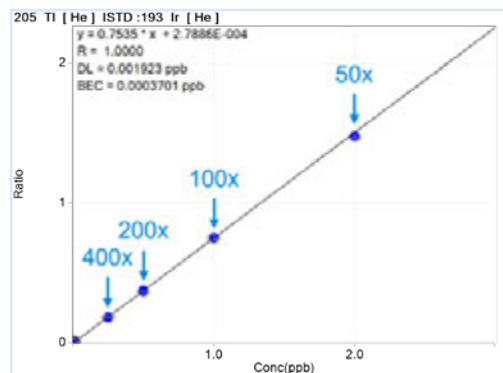
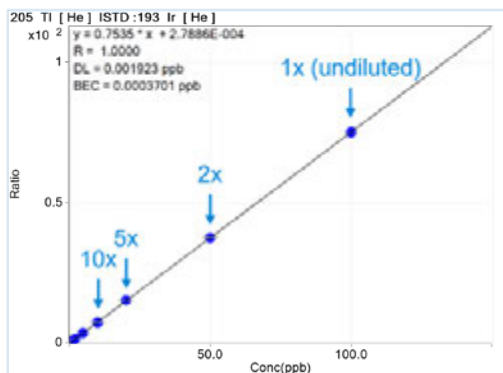
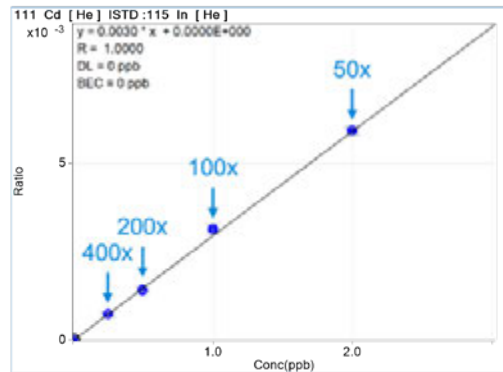
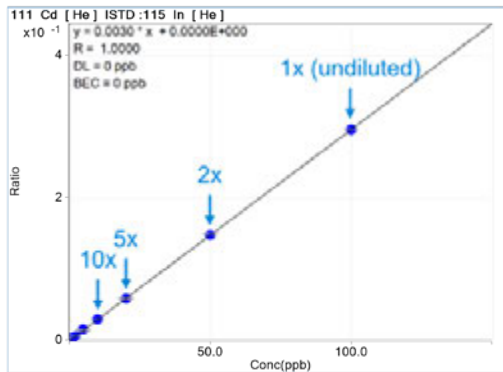
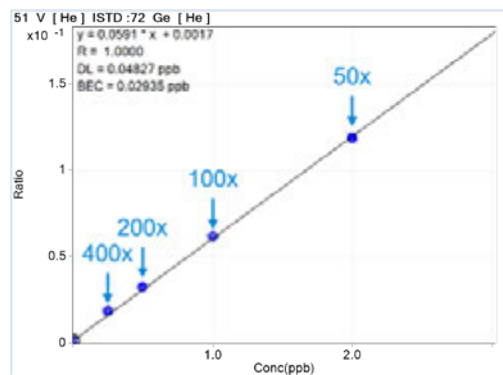
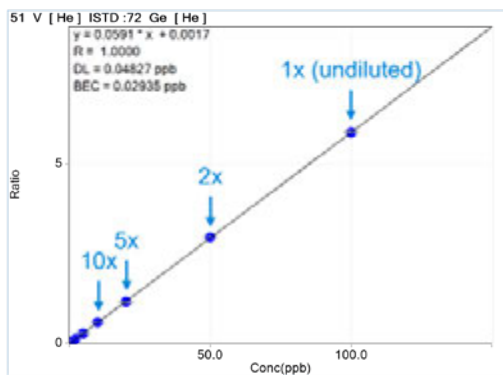
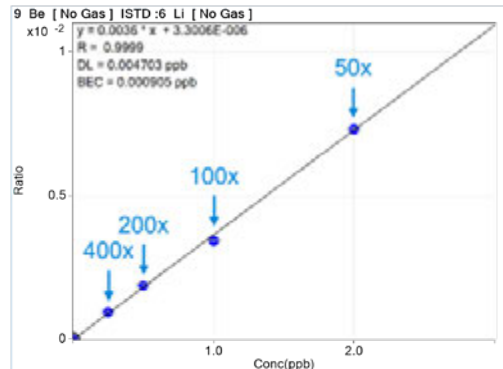


Figura 4. Curvas de calibração para Be, V, Cd e Tl. À esquerda: mostrando toda a faixa de calibração preparada usando o Agilent ADS 2, começando com diluição, de 400x e indo até sem diluição. À direita: mostrando apenas os padrões de baixa concentração, que foram diluídos automaticamente de 50x a 400x, usando o ADS 2.

Análise precisa dos CRM com diluição reativa

Durante a sequência, a água potável, as águas residuais, os sedimentos fluviais e os CRM do solo foram analisados três vezes cada e foram calculadas a concentração média e as recuperações de cada analito (Table 7). Os elementos não certificados são marcados como "NA" e as recuperações não são fornecidas. A concentração de alguns elementos (Na, Ca, Mo e Ba na água potável; Al, Ca, Cr, Fe e Ba nos sedimentos fluviais; e Al, K, Mn, Fe, Cu, Zn, As, Ba e Pb no solo) foram inicialmente medidos acima da faixa de calibração. Portanto, para esses elementos nessas matrizes, os dados mostrados nas células sombreadas foram adquiridos após diluição reativa realizada por ADS 2.

Como mostrado na Table 7, todos os elementos certificados apresentaram recuperações dentro de $100 \pm 10\%$, com a maioria dos elementos apresentando recuperações acima de $100 \pm 5\%$. Os resultados demonstram que o ICP-MS 7850 e o ADS 2 têm a capacidade de quantificar vários tipos de amostras ambientais usando um único método, que incluía a diluição automática reativa, quando houve necessidade.

Tabela 7. Concentrações e recuperações medidas de elementos certificados nos CRM, (n = 3). As unidades de concentração são µg/L. Os dados nas células sombreadas foram adquiridos por meio de ICP-MS Agilent 7850 após diluição reativa automática realizada por Agilent ADS 2.

Elemento	Água potável (1643f)				Águas residuais (CWW-TM-H)			
	Fator de diluição	Valor certificado	Conc. média	Recuperação (%)	Fator de diluição	Valor certificado	Conc. média	Recuperação (%)
9 Be	1	13,53	13,9	102	20	20	19,2	96
23 Na	10	18.640	19.500	105	20	NA	608	-
24 Mg	1	7.380	7.410	100	20	NA	< DL	
27 Al	1	132,5	137	104	20	100	104	104
39 K	1	1.913,3	1.980	103	20	NA	268	-
44 Ca	10	29.140	30.600	105	20	NA	253	-
51 V	1	35,71	35,9	100	20	500	508	102
52 Cr	1	18,32	18,4	100	20	500	522	104
55 Mn	1	36,77	37,3	102	20	100	98,8	99
56 Fe	1	92,51	96,7	105	20	250	266	107
59 Co	1	25,05	25,0	100	20	500	529	107
60 Ni	1	59,2	58,4	99	20	500	534	107
63 Cu	1	21,44	20,7	96	20	500	536	107
66 Zn	1	73,7	75,0	102	20	500	522	104
75 As	1	56,85	57,1	100	20	100	105	105
78 Se	1	11,583	11,7	101	20	50	49,6	99
95 Mo	10	114,2	116	102	20	100	104	104
107 Ag	1	0,9606	0,929	97	20	20	20,9	104
111 Cd	1	5,83	5,80	100	20	100	102	102
121 Sb	1	54,9	54,8	100	20	200	201	100
137 Ba	10	513,1	512	100	20	100	100	100
201 Hg	1	NA	0,021	-	20	NA	0,175	-
205 Tl	1	6,823	6,95	102	20	250	238	95
Pb*	1	18,303	18,7	102	20	500	485	97
232 Th	1	NA	0,007	-	20	NA	0,048	-
238 U	1	NA	0,006	-	20	NA	< DL	-

*Os dados de Pb são baseados na soma dos isótopos 206, 207 e 208.

Continuação da Tabela 7. Concentrações e recuperações medidas de elementos certificados nos CRM, (n = 3). As unidades de concentração são µg/L. Os dados nas células sombreadas foram adquiridos por meio de ICP-MS Agilent 7850 após diluição reativa automática realizada por Agilent ADS 2.

Elemento	Sedimento fluvial (RS-B)				Solo (Soil-B)			
	Fator de diluição	Valor certificado	Conc. média	Recuperação (%)	Fator de diluição	Valor certificado	Conc. média	Recuperação (%)
9 Be	20	NA	0,025	-	20	NA	< DL	-
23 Na	20	50.000	50.300	101	20	100.000	100.000	100
24 Mg	20	120.000	119.000	99	20	80.000	79.400	99
27 Al	200	600.000	589.000	98	100	700.000	680.000	97
39 K	20	200.000	197.000	98	100	210.000	204.000	97
44 Ca	200	300.000	303.000	101	20	125.000	121.000	97
51 V	20	1.000	959	96	20	800	772	97
52 Cr	200	15.000	14.800	98	20	400	389	97
55 Mn	20	6.000	5.800	97	100	100.000	97.600	98
56 Fe	200	400.000	409.000	102	100	350.000	351.000	100
59 Co	20	150	151	100	20	100	104	104
60 Ni	20	500	478	96	20	200	205	102
63 Cu	20	1.000	944	94	100	3.000	3.000	100
66 Zn	20	5.000	4.720	94	100	70.000	69.500	99
75 As	20	200	191	96	100	6.000	5.810	97
78 Se	20	10	10,7	107	20	NA	1,61	-
95 Mo	20	NA	0,83	-	20	NA	1,03	-
107 Ag	20	NA	0,19	-	20	NA	0	-
111 Cd	20	30	28,7	96	20	200	196	98
121 Sb	20	40	40,1	100	20	400	387	97
137 Ba	200	4.000	3.790	95	100	7.000	6.710	96
201 Hg	20	NA	0	-	20	NA	< DL	-
205 Tl	20	10	9,34	93	20	NA	0	-
Pb*	20	2.000	1.890	94	100	60.000	57.500	96
232 Th	20	100	95,1	95	20	100	95,6	96
238 U	20	30	28,9	96	20	250	239	95

*Os dados de Pb são baseados na soma dos isótopos 206, 207 e 208.

Recuperações de fortificação em amostras de água do mar

Os resultados de matriz fortificada para elementos-traço na amostra de água do mar sintética constam na Tabela 8. A concentração de fortificação foi 1/10 da solução padrão de calibração (Tabela 4) para a maioria dos elementos, exceto Ba (20 µg/L) e Hg (1 µg/L). A concentração dos elementos principais (Na, Mg, K e Ca) na amostra original de água do mar era muito elevada em comparação com o nível de fortificação. Portanto, as recuperações desses elementos não foram relatadas.

As recuperações de todos os elementos-traço na amostra de água do mar ficaram dentro de $100 \pm 10\%$ do nível de fortificação, demonstrando a precisão do método quantitativo ICP-MS 7850.

Tabela 8. Recuperações de adição de elementos-traço em água do mar sintética, (n = 3).

Elemento	Fator de diluição	Conc. de fortificação (µg/L)	Recuperação (%)
9 Be	20	10	94
27 Al	20	1.000	95
51 V	20	10	97
52 Cr	20	10	102
55 Mn	20	100	97
56 Fe	20	1.000	97
59 Co	20	10	96
60 Ni	20	10	94
63 Cu	20	10	95
66 Zn	20	100	93
75 As	20	10	93
78 Se	20	10	101
95 Mo	20	10	95
107 Ag	20	10	93
111 Cd	20	10	98
121 Sb	20	10	91
137 Ba	20	20	93
201 Hg	20	1	99
205 Tl	20	10	92
Pb*	20	100	96
232 Th	20	10	96
238 U	20	10	97

*Os dados de Pb são baseados na soma dos isótopos 206, 207 e 208.

Estabilidade a longo prazo (recuperações de CCV e ISTD)

As recuperações de todos os analitos nas soluções de ICV e CCV foram medidas automaticamente a cada 10 amostras durante a sequência analítica. O CCV foi medido 15 vezes no período de quase oito horas. Conforme mostrado na Figura 5, todas as recuperações de CCV ficaram dentro de $100 \pm 10\%$ da concentração esperada.

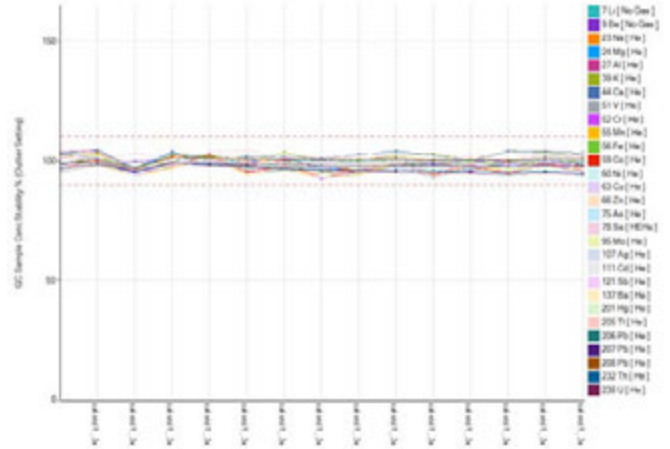


Figura 5. Recuperações de CCV ao longo da sequência de 8 horas. A solução padrão de calibração diluída 2x foi usada como CCV. As linhas pontilhadas vermelhas mostram os limites de controle de $\pm 10\%$.

As recuperações do ISTD também foram medidas em todas as amostras e padrões durante nove horas, sem precisar de reajuste ou recalibração. Conforme mostrado na Figura 6, todas as recuperações do ISTD ficaram dentro de $\pm 25\%$ durante toda a corrida, demonstrando a robustez e estabilidade do método.

Os excelentes resultados de estabilidade mostram que o ICP-MS 7850, em combinação com o ADS 2, é adequado para análise multielementar de rotina em amostras ambientais, incluindo as amostras com matriz com alto teor de sólidos totais dissolvidos, sem qualquer perda de sensibilidade.

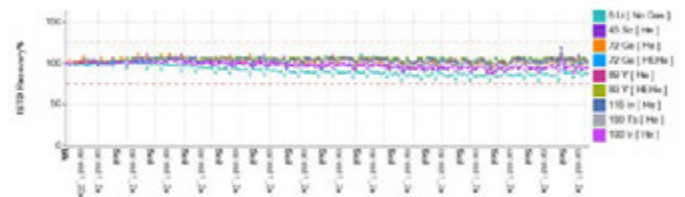


Figura 6. Estabilidade do ISTD de 140 amostras. As recuperações do ISTD foram normalizadas para o branco de calibração em todas as amostras. As linhas pontilhadas vermelhas mostram os limites de controle de $\pm 25\%$.

Conclusão

O ICP-MS Agilent 7850 equipado com o sistema de diluição avançada Agilent (ADS 2) simplificou a análise de águas, sedimentos e solos por meio de automatização de tarefas manuais demoradas. O sistema de diluição automatizado totalmente integrado foi usado para analisar uma longa sequência de amostras, incluindo matrizes com alto teor de sólidos totais dissolvidos, usando um único método.

A tecnologia de diluição de aerossol por UHMI do ICP-MS 7850 criou as condições robustas de plasma que são necessárias para minimizar os efeitos da matriz e o drift durante a análise dessas matrizes com alto teor de sólidos totais dissolvidos. Foi comprovado que o modo de cela de colisão He é eficaz na remoção de todas as interferências poliatômicas comuns derivadas da matriz, e que forneceu resultados precisos em toda a faixa de matrizes de amostras complexas. O ADS 2 melhorou a eficiência do fluxo de trabalho do ICP-MS, por meio de:

- Diluição automatizada de amostras e padrões estoque de calibração.
- Calibração automática do instrumento usando um único padrão estoque, embora seja possível usar dois ou mais padrões estoque, se for necessária uma faixa de calibração ainda mais ampla.
- Diluição automática prescritiva de amostras. Em geral, as amostras com concentrações altas de matriz são frequentemente diluídas antes da medição. Com essa função, é possível evitar as operações de diluição manual.
- Diluição reativa de amostras quando os elementos ficam acima a faixa de calibração, o que reduz a necessidade de retrabalho pós-análise e medições repetidas no lote de amostras.

O ICP-MS 7850 com ADS 2 reduz o tempo de processamento da amostra e o custo por amostra, além de melhorar a qualidade dos resultados quantitativos, pois elimina as tarefas manuais demoradas.

Referências

1. Agilent Advanced Dilution System (ADS 2) – Technical overview, Agilent publication, [5994-7211EN](#)
2. Yamanaka, K., Wilbur, S., Maximizing Productivity for High Matrix Sample Analysis using the Agilent 7900 ICP-MS with ISIS 3 Discrete Sampling System, Agilent publication, [5991-5208EN](#)
3. Kubota, T., Routine Analysis of Soils using ICP-MS and Discrete Sampling, Agilent publication, [5994-2933EN](#)

www.agilent.com/chem/7850icp-ms

DE57832086

Essas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2024
Impresso nos EUA, 19 de março de 2024
5994-7114PTBR

Informações relacionadas

Zou, A., Yamanaka, M., Intelligent Analysis of Wastewaters using an Agilent ICP-MS with Integrated Autodilutor, Agilent publication, [5994-7113EN](#)

Riles, P., Productive Analysis of High Matrix Samples using ICP-MS with Advanced Dilution System, Agilent publication, [5994-7232EN](#)

Lista de consumíveis

Tipo de produto	Part number Agilent	Descrição
Loop de amostra para AVS MS/ADS 2	5005-0425	1,50 mL ID de 1,00 mm 1/pcte
Kits de frascos	5005-0435	Kit de frasco de diluente/sol. transportadora 6 L, inclui uma vasilha de 6 L, uma tampa StaySafe GL45, conexões e válvula de quebra de vácuo
	5005-0436	Kit de frasco de PFA de 2 L de diluente para ICP-MS, inclui um frasco de PFA de 2 L, uma tampa StaySafe GL45, conexões e válvula de quebra de vácuo
	5005-0437	Kit de recipiente de resíduos, inclui um recipiente de resíduos de 10 L, tampa StaySafe S60, conexões e filtro de vapor ácido
Kit de tubulação para AVS MS	G8411-68202	Kit pré-configurado para AVS MS
Kits de tubulação para ADS 2	5005-0106	Kit de tubulação para ADS 2, configuração com válvula C, 2/pcte
	5005-0107	Kit de tubulação para ADS 2, válvula C - bomba AVS MS, 1/pcte
	5005-0182	Kit de tubulação para ADS 2, válvula C - válvula AVS MS, 1/pcte
	5005-0102	Kit de tubulação para ADS 2, configuração com válvula B, 4/pcte
	5005-0103	Kit de tubulação para ADS 2, válvula A - válvula C, 1/pcte
	5005-0105	Kit de tubulação para ADS 2, sol. transportadora/diluente, 2/pcte
	G8457-68004	Kit de tubulação para ADS 2, válvula A - válvula AVS MS, 1/pcte

