



Agilent ICP-MS Journal

Abril de 2017 – Edição 68

Nesta edição

- 2-3 Análise rápida e direta da água do mar não diluída usando ICP-MS com o Sistema de diluição de aerossol HMI
- 3 Webinar sob demanda : Padrões europeus atualizados para análise da água usando ICP-MS
- 5 Análise de especiação elementar ultrasensível de alta produtividade usando GC-ICP-MS
- 6 Visão geral da função do ICP-QQQ na Universidade de Gante na Bélgica; Resumo executivo: ICP-MS/MS: Muito mais do que um ICP-MS quadrupolo de alto desempenho
- 7 A Agilent orienta jovens cientistas na European Winter Plasma Conference 2017
- 8 Novidade! Plug-in ESI prepFAST ICP-MS do MassHunter
Destaque educacional: Gratuito
Acesso à Agilent EWGPS
Apresentações; conferências, reuniões, seminários;
Publicações mais recentes sobre o ICP-MS da Agilent

Extensão das capacidades do ICP-MS com:

- Opções de introdução de amostras
- Acoplamento cromatográfico
- Suporte para periféricos de terceiros



Agilent Technologies

Análise direta de água do mar usando o ICP-MS 7800 com HMI para diluição de aerossol

Shaun Fletcher¹ e Glenn Woods²

¹Agência do Meio Ambiente Exeter, Reino Unido

²Agilent Technologies, Reino Unido

Introdução

A Agência do Meio Ambiente (EA) é responsável pela proteção do ambiente natural da Inglaterra. A Agência também tem o dever de gerenciar e proteger águas de superfície e águas subterrâneas, inclusive fontes de água usadas para a separação de água potável e para aquicultura. Essa tarefa envolve a análise de muitas matrizes de água variáveis.

Um dos trabalhos mais complexos realizado nos laboratórios da EA é a determinação de metais em nível de traços possivelmente tóxicos em águas estuarinas e salinas. Essa análise ajuda a garantir a segurança dos frutos do mar provenientes da pesca em águas estuarinas e costeiras. A análise é complexa por várias razões:

- Os níveis altos e variáveis de sólidos totais dissolvidos (TDS) na solução.
- As possíveis interferências espectrais que surgem da matriz.
- Os limites de detecção baixos que devem ser atingidos durante a operação em produtividade das amostras alta.

Entre os elementos de interesse estão Ni, Cu, Zn, Cd e Pb, com valores mínimos de relatório de 0,3, 0,2, 0,4, 0,03 e 0,04 µg/L, respectivamente.

O método usado atualmente para essa aplicação no laboratório EA Starcross emprega um reagente de iminodiacetato suspenso para realizara função dupla de eliminação da matriz e pré-concentração do analito, seguida pela análise com ICP-MS. O método atinge o desempenho necessário, mas a etapa de preparo de amostras exige reagentes caros, é demorada, trabalhosa e precisa ser realizada por um analista qualificado.

Com o objetivo de simplificar a análise, a EA avaliou o ICP-MS Agilent 7800. O objetivo era desenvolver um método robusto e confiável capaz de analisar diretamente amostras de água estuarina e salina, sem a necessidade

de eliminação da matriz, pré-concentração ou diluição da amostra antes da análise. A eficiência tinha que ser aprimorada sem comprometer a qualidade de dados ou afetar a produtividade.

Parte experimental

Instrumentação

Um ICP-MS Agilent 7800, com o sistema de introdução de matriz complexa (HMI) padrão e o sistema integrado de introdução de amostras Agilent (ISIS 3) opcional, foi utilizado. A amostragem foi feita com o amostrador automático Agilent SPS 4.

O ICP-MS foi configurado com o sistema de introdução de amostras padrão com um nebulizador concêntrico Micromist, câmara de nebulização de quartzo e tocha de quartzo com injetor de 2,5 mm de DI. O umidificador de gás argônio Agilent também foi colocado no gás de arraste para evitar o acúmulo de sal no nebulizador. Padrões internos (Rh, Ir) foram adicionados on-line em uma razão de 1:1 usando tubulação de 0,76 mm de DI tanto para o ISTD quanto para os fluxos de arraste/amostra.

As condições de operação do instrumento estão listadas na Tabela 1. As configurações do HMI foram ajustadas automaticamente de acordo com o nível de matriz esperado para as amostras de interesse. Os analitos alvo (Ni, Cu, Zn, Cd, e Pb) foram todos adquiridos no modo de colisão com hélio (He). Utilizar um modo He simples, com uma única etapa de ajuste, reduz ou elimina todas as interferências poliatômicas comuns usando discriminação de energia cinética (KED).

Tabela 1. Parâmetros operacionais do ICP-MS 7800

Parâmetro	Valor
Potência de RF (W)	1600
Profundidade de amostragem (mm)	10
Gás de arraste (L/min)	0,68
Gás de diluição (L/min)	0,27
Gás de célula de hélio (mL/min)	5,0
Discriminação de energia (V)	5
Tamanho do loop do ISIS 3 (µL)	300

As condições de HMI (parâmetros sombreados) foram otimizadas automaticamente durante a inicialização.

Reagentes e amostras

Elementos em nível de traços de água do mar livre foram preparados por complexação em micropérolas de polímero funcionalizadas de iminodiacetato (CETAC). A água do mar foi usada para preparar as soluções de

calibração, QC e matriz em branco. Todas as soluções foram preparadas no laboratório da EA Starcross. A solução de arraste do ISIS 3 foi de 2% HNO₃/0,5% HCl (UpA Merck).

Novo método e fluxo de trabalho de ICP-MS

Na avaliação do novo método de ICP-MS, várias amostras de água do mar foram analisadas. O sistema HMI do 7800 usa a "diluição de aerossol" para reduzir o carregamento da matriz no ICP-MS. Essa tecnologia permite a introdução direta de amostras de matrizes complexas, como a água do mar. Como a produtividade das amostras também era um fator importante, o 7800 foi equipado com um sistema de injeção em loop ISIS 3. O sistema ISIS 3 injeta um volume discreto ou "plugue" da amostra em um fluxo transportador, reduzindo os tempos de corrida da amostra em aproximadamente 1 minuto. O ISIS 3 também aumenta ainda mais a tolerância da matriz ao minimizar o período em que a introdução de amostras, o plasma e a interface do instrumento de ICP-MS são expostos à matriz de amostras durante cada medição.

Diversas interferências poliatômicas da matriz podem dificultar a medição de muitos analitos durante a análise de águas salinas por ICP-MS. Por exemplo: ⁴⁴Ca¹⁶O em ⁶⁰Ni; ²³Na⁴⁰Ar em ⁶³Cu; ⁹⁵Mo¹⁶O em ¹¹¹Cd. Para atenuar esses íons poliatômicos com eficiência, o 7800 conta com uma célula ORS⁴ otimizada para operar no modo de colisão com hélio (He). O modo He oferece a simplicidade de um método com uma única etapa de ajuste e proporciona quantificação confiável e precisa de uma ampla gama de elementos. Além de reduzir a complexidade do método, a utilização do modo He elimina a otimização elemento por elemento e amostra por amostra, que geralmente é necessária nos métodos de ICP-MS quadrupolo que usam gases de célula reativa.

O 7800 – incluindo as configurações de HMI e o programa ISIS 3 – é totalmente controlado pelo software Agilent ICP-MS MassHunter. O MassHunter também fornece autotune simples e consistente e configuração de método automatizada usando o MassHunter Method Wizard.

Resultados e discussão

Várias matrizes de água do mar foram testadas, inclusive: Amostras de teste de desempenho interlaboratorial da Quasimeme (água estuarina e mar aberto); um AQC interno da EA; amostras de água estuarina e oceano aberto;

e adições de cada amostra natural. Todas essas matrizes de amostras foram mensuradas (n=4) em ordem aleatória, independentemente da salinidade, em relação ao conjunto de calibração multielementar única. A amostra de água do mar em branco também foi repetida aleatoriamente em toda a corrida (n=40) para determinar os limites de detecção do método (MDLs). Os DLs internos (3σ a calibração em branco; n=3) e os MDLs externos são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2. DLs e MDLs

Elemento	DL, µg/L	MDL, µg/L
⁶⁰ Ni	0,013	0,036
⁶³ Cu	0,0096	0,055
⁶⁶ Zn	0,049	0,22
¹¹¹ Cd	0,0038	0,011
²⁰⁸ Pb	0,013	0,022

Resultados analíticos das amostras de água do mar

Os resultados das várias amostras de água do mar são apresentados na Tabela 3. Os resultados médios estão de acordo com os valores esperados ou atribuídos quando fornecidos. Um bom acordo também foi alcançado entre os resultados médios obtidos usando o 7800 e os resultados obtidos no laboratório da EA Starcross. Os resultados da Starcross foram obtidos usando o método de ICP-MS atual seguido de eliminação de matriz e pré-concentração das amostras. Com a utilização do novo método de análise direta do 7800, excelentes recuperações de pico foram obtidas para todos os cinco elementos em amostras de água do mar e estuarinas fortificadas.

Tabela 3. Concentrações médias (µg/L) das medições de quatro repetidores aleatórios de cada amostra, inclusive a comparação com os dados adquiridos no laboratório da EA Starcross, onde apropriado.

Analito		⁶⁰ Ni	⁶³ Cu	⁶⁶ Zn	¹¹¹ Cd	²⁰⁸ Pb
AQC	Média	2,44	2,00	4,19	0,202	0,410
	Esperado	2,50	2,00	4,00	0,200	0,400
Estuarina da Quasimeme	Média	1,22	5,19	15,54	0,271	1,62
	*Starcross	1,17	4,95	15,00	0,270	1,41
	Atribuído	1,14	4,83	14,80	0,260	1,51
Salina da Quasimeme	Média	1,19	10,78	22,09	0,101	0,418
	*Starcross	1,14	10,40	21,10	0,095	0,380
	Atribuído	1,04	10,00	20,70	0,098	0,410
Salina	Média	1,13	0,91	2,52	0,021	0,081
Adição de salina	Média	8,21	8,09	39,01	0,732	3,64
	Recuperação, %	101,13	102,55	104,27	101,65	101,79
Estuarina	Média	0,73	1,87	1,17	0,02	0,02
Adição de estuarina	Média	7,78	9,02	36,64	0,716	3,52
	Recuperação, %	100,66	102,13	101,33	99,56	99,82
Padrão 4	Média	10,20	10,21	51,29	1,03	5,08
	Esperado	10,00	10,00	50,00	1,00	5,00

Conclusões

O ICP-MS Agilent 7800 com HMI pode ser usado para analisar diretamente amostras com níveis de matriz 10x acima do normal de 0,2% do limite de sólidos dissolvidos geralmente aceitos para ICP-MS. O sistema 7800, quando combinado com o ISIS 3 para injeção em loop, oferece um método de rotina para analisar grandes lotes de amostras variadas de água salina.

Essa configuração oferece um meio rápido e simples de medir concentrações elementares em nível de ultratrazo em amostras salinas, sem precisar de metodologias avançadas ou métodos complexos de cela de reação com vários ajustes. A utilização de uma diluição simples e automatizada na fase de aerossol também reduz a possibilidade de contaminação com reagentes do preparo de amostras, ou erros devido ao equipamento de diluição líquida ou etapas de manuseio de amostras relacionadas.

O tempo geral de análise da amostra diminui bastante com a simplificação do estágio de preparo de amostras e com a produtividade rápida da injeção em loop do ISIS 3.

O método provou ser adequado à finalidade para a medição de rotina direta de amostras de água do mar em um ambiente de laboratório de alta produtividade das amostras.

Informações adicionais

Consulte a nota de aplicação da Agilent: Análise direta de alta produtividade de água do mar usando o ICP-MS Agilent 7800 com HMI para diluição de aerossol, [5991-7936PTBR](#).

Webinar sob demanda: Padrões europeus atualizados para análise da água usando ICP-MS



A qualidade da água na União Europeia é controlada por padrões com base na evidência científica mais recente. O Padrão Europeu EN ISO 17294-2:2016 para a análise da qualidade de água usando ICP-MS é o padrão específico que deve ser seguido pelos 28 países da União Europeia. Após a análise pelo Comitê Técnico Internacional ISO/TC 147/SC 2 em 2016, esse padrão agora inclui novos limites de quantificação para cada isótopo/elemento regulamentado.

Neste webinar, o dr. Patrick Thomas, especialista no padrão de qualidade de água ISO TC/147/SC2, avalia as recentes modificações feitas aos limites permitidos dos 62 elementos regulamentados na água. Os tipos de amostras afetados incluem água potável, água de superfície, águas subterrâneas, águas residuais, eluatos e também digestos de água, lodo e sedimentos após os métodos de preparo de amostras específicos. Ele também discutiu a aplicação desse método padrão revisado para a análise da água em laboratórios acreditados.

Além disso, Jean-Pierre Lener da Agilent apresenta soluções e fluxos de trabalho que utilizam ICP-MS. Os métodos de ICP-MS permitem a quantificação e a identificação de elementos em água de superfície, subterrânea e potável em níveis baixos, mesmo com as matrizes mais complexas.

Transmitido pela primeira vez em 15 de março de 2017, esse webinar de 60 minutos agora está disponível sob demanda no site de Espectroscopia.

Clique na guia "webcasts" em www.spectroscopyonline.com

Análise de especiação elementar ultrasensível de alta produtividade usando GC-ICP-MS

Eckard Jantzen, Jasmin Mingo, Jürgen Kuballa, Sabrina Sievers

Departamento de P&D, GALAB
Laboratories, Hamburgo, Alemanha

GALAB é um laboratório de serviços independente que analisa e avalia elementos e compostos contaminantes em alimentos, embalagens de alimentos, produtos sanitários, produtos industriais, produtos biofarmacêuticos e amostras ambientais. Dispomos dos equipamentos analíticos mais recentes e usamos uma ampla gama de métodos analíticos padrão e personalizados para fornecer aos nossos clientes dados de alta qualidade. Nosso banco de dados analítico compreende mais de 5000 substâncias simples e mais de 1000 métodos analíticos distintos. Apesar desse grande número, estamos constantemente desenvolvendo novos métodos em nome de nossos clientes para garantir a qualidade e a segurança de seus produtos.

Especiação de compostos organoestânicos

Espécies organometálicas podem ocorrer naturalmente no ambiente ou podem ser resultado de atividade humana [1]. Geralmente, os compostos organometálicos são mais biodisponíveis e tóxicos do que os compostos inorgânicos do mesmo elemento. Isso se aplica principalmente aos compostos organoestânicos (OTCs), como tributilestanho (TBT) e trifenilestanho (TPhT). Os OTCs trissubstituídos são amplamente usados como biocidas em agroquímicos, tintas anti-incrustantes, preservativos de madeira e protetores de materiais. Os compostos de estanho monoalquil e dialquil são amplamente usados como estabilizadores de PVC em embalagens e materiais de revestimento, folhas e vários tipos de tubulação [2]. Tanto o TBT quanto o TPhT são disruptores endócrinos bem conhecidos que contaminam o ambiente há mais de 50 anos [3]. Os efeitos biológicos de OTCs nos organismos dependem da natureza e do número de grupos orgânicos ligados ao cátion Sn(IV), sendo que o maior nível de toxicidade é exibido pelos compostos trissubstituídos, como TBT [4].

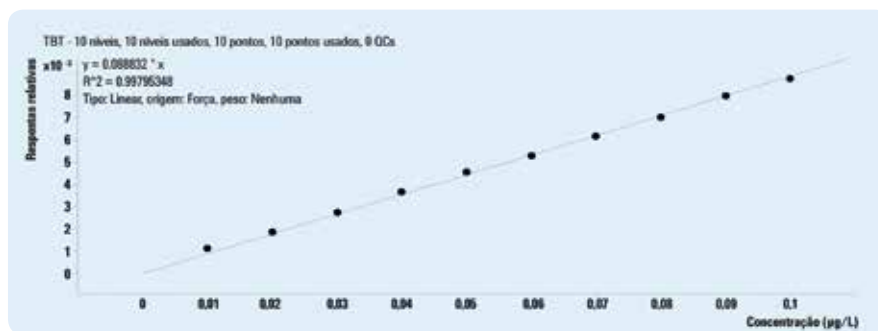


Figura 1. Curva de calibração do tributilestanho de 0 a 100 ng/L (ppt)

Há uma tendência para normas ambientais mais rigorosas, com controle mais rígido de possíveis contaminantes. As alterações reais ou esperadas à estrutura regulatória cria uma demanda por procedimentos analíticos mais sensíveis e mais robustos. Nesse artigo, uma técnica sensível de alta produtividade é apresentada para a detecção de espécies organometálicas em diferentes matrizes.

Atualmente, a maioria dos laboratórios utiliza GC/MSD, GC-FPD ou GC-AED para a detecção de compostos organometálicos. Nenhuma dessas técnicas oferece a sensibilidade, a estabilidade ou a robustez necessárias para atender aos dinâmicos requisitos regulatórios ambientais. No entanto, a análise de especiação elementar de alta produtividade ultrasensível (UHTESA) agora é possível usando GC-ICP-MS com uma técnica de preparo de amostras correta [5].

Parte experimental

Reagentes e amostras

Os reagentes de grau analítico foram comprados da Merck, Alemanha, e foram usados sem purificação adicional. O composto simples e os padrões organoestânicos mistos foram obtidos da Campro Scientific, Alemanha. O tetraborato de sódio era da Synthese Nord, Alemanha.

ICP-MS Agilent 7900 usando a interface Agilent GC-ICP-MS (G3158D). O GC foi equipado com uma coluna Agilent J&W DB-5ms Ultra Inert. O ICP-MS foi equipado com cones de interface com ponteira de platina.

Tabela 1. Parâmetros operacionais do GC-ICP-MS

Parâmetro	Valor
Potência de RF (W)	1100
Temperatura da porta de injeção (°C)	280
Vazão do gás de arraste hélio (mL/min)	19,6
Volume de injeção (µL)	1

Tabela 2. Programa de temperatura do GC

Temp inicial (°C)	50
Taxa de aquecimento (°C/min)	40
Temp máx (°C)	320
Tempo de espera (min)	3

Técnicas de preparo de amostras (extração e derivatização) corretas são um importante pré-requisito para a determinação precisa de espécies organometálicas por GC. As espécies devem ser transformadas em seus derivados não polares peralquilados. Uma descrição detalhada das etapas do preparo de amostras é fornecida na referência [1].

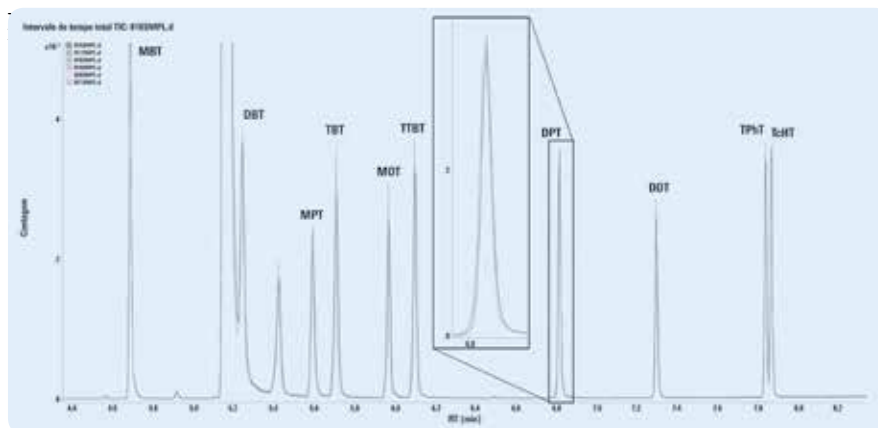


Figura 2. Seis injeções de um padrão contendo 10 espécies organoestânicas a 1,0 µg/L (ppb)

Resultados e discussão

Calibração

Uma curva de calibração foi gerada ao medir o Sn nas soluções de padrão de calibração de TBT, como mostrado na Figura 1. O limite de detecção (LOD) e o limite de quantificação (LOQ) obtidos para o TBT, calculados de acordo com o método definido na DIN 32645, foram de 2 ng/L (ppt) e 7 ng/L respectivamente.

Precisão excelente foi obtida com seis injeções de um padrão contendo 10 espécies organoestânicas a 1,0 µg/L, como mostrado na Figura 2.

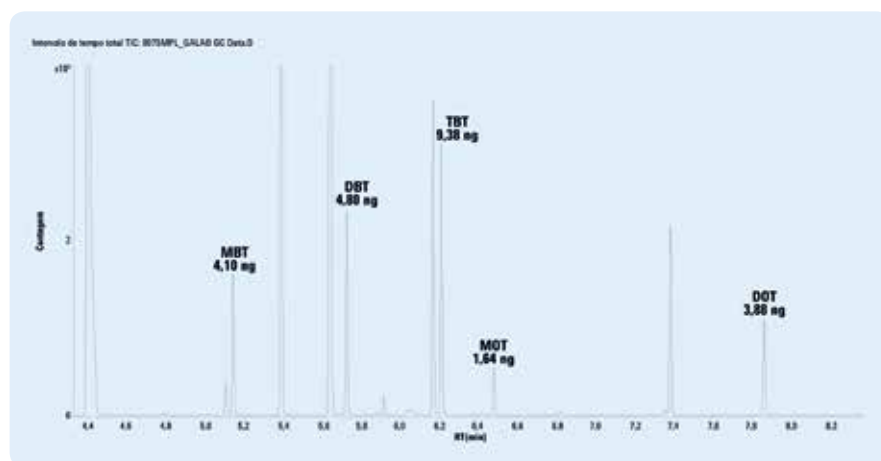


Figura 2. Cromatograma de GC-ICP-MS de uma amostra de sedimento mostrando OTCs da contaminação por lixiviados.

Tabela 3. Concentração de OTCs em vários tipos de amostras

OTC	RT, min	Amostra e concentração				
		Água potável, ng/L	Água de superfície, ng/L	Sedimento, µg/kg	Peixe, µg/kg	Brinquedo de PVC, µg/kg
Monobutilestanho (MBT)	5.13	0,07	1,66	4,1	0,35	14,01
Dibutilestanho (DBT)	5.71	0,06	0,75	4,8	0,71	55,04
Monofenilestanho (MPT)	6.03	<0,01	0,16	<0,1	<0,01	<1
Tributilestanho (TBT)	6.22	<0,01	1,05	9,38	0,05	3,16
Mono-octilestanho (MOT)	6.49	0,01	0,15	1,64	0,04	<1
Tetrabutilestanho (TTBT)	6.53	<0,01	<0,01	<0,1	<0,01	<1
Diocetilestanho (DOT)	7.74	<0,01	0,015	3,88	0,01	<1
Trifenilestanho (TPhT)	8.31	<0,01	0,07	<0,1	0,07	<1
Triciclohexilestanho (TcHT)	8.35	<0,01	<0,01	<0,1	<0,01	<1

Padrões internos: tripopilestanho (TPT), tetrapopilestanho (TTPT), monoheptilestanho (MHT) e dieptilestanho (DHT)

Resultados analíticos de amostras reais

Uma versão do método ligeiramente modificado, usando 1 minuto de espera da temperatura de início, foi implementada na análise de rotina de OTCs em vários tipos de amostra. O cromatograma na Figura 3 mostra espécies de estanho presentes em um sedimento. Os resultados na Tabela 4 mostram distribuições diferentes de espécies de estanho em amostras de água potável, água de superfície, sedimento, peixe e um brinquedo de PVC.

Diretivas de vigilância de água de superfície

No ano 2000, A Diretiva 2000/60/EC do Parlamento Europeu e do Conselho foi adotada. A Diretiva de estrutura da água da UE define os objetivos para ação da comunidade no campo de política sobre a água e estabelece uma estratégia para reduzir a poluição aquática. A estratégia envolve a identificação de substâncias prioritárias entre as substâncias que representam um grande risco ao ou através do ambiente aquático na União Europeia. A Decisão No 2455/2001/EC estabeleceu uma lista de 33 substâncias ou grupos de substâncias que foram priorizadas na UE para a inclusão no Anexo X da Diretiva 2000/60/EC [6]. A Diretiva 2013/39/EU especifica um conteúdo médio anual para o tributilestanho de 0,2 ng/L na água de superfície.

Conclusões

O método de GC-ICP-MS é robusto, reprodutível e altamente sensível. Ele atende aos requisitos da legislação vigente, inclusive as baixas especificações de tributilestanho determinadas na estrutura de WRLL da Alemanha (2013/39/EU) para monitoramento da água de superfície de 0,2 ng/L.

O método é adequado para uma grande variedade de matrizes de amostras, mas o preparo de amostras continua sendo a etapa mais complexa.

Atualmente, em nossos laboratórios na GALAB, usamos o GC-ICP-MS como rotina para medir OTCs em 300 a 400 amostras todos os meses. Os tipos mais comuns são amostras de alimentos e alimentos infantis, ração, bebidas, produtos de consumo e muitos outros tipos de amostras ambientais.

Referências

1. E H E Jantzen et al. Fresenius J Anal Chem (1995) 353, 28–33
2. R Airaksinnen et al. Environ Research (2010) 110, 544–547
3. A. Prange, E. Jantzen, J Anal At Spectrom (1995) 10, 105–109
4. J B Graceli et al. Reproductive Toxicology (2013) 36, 40–52
5. E H E Jantzen et al. J. of Chrom. A (2017), in press.
6. Diretiva 2013/39/EU do Parlamento Europeu e do Conselho, <http://eur-lex.europa.eu/homepage.html>

Visão geral da função do ICP-QQQ na Universidade de Gante

Dr. Lieve Balcaen

Universidade de Gante, Bélgica

O grupo de espectrometria de massas e atômica (A&MS) da Universidade de Gante, Bélgica, é especializado no desenvolvimento de métodos para a determinação, especiação e análise isotópica de metais e metalóides, usando ICP-MS para superar desafios analíticos em diferentes disciplinas.

Desde a entrega de seu primeiro instrumento de ICP-MS em 1987, a unidade de pesquisa do A&MS estabeleceu uma reputação internacional como autoridade líder em instrumentação, metodologia e aplicações de ICP-MS.

Gerenciada pelo Professor Frank Vanhaecke, a unidade é bem equipada com instrumentação ICP-MS, incluindo 3 instrumentos ICP-MS quadrupolo; um instrumento de alta resolução com setor magnético; um ICP-MS com setor magnético multicoletor; e, desde 2013, um ICP-MS Agilent 8800 triplo quadrupolo.

Gás de cela de reação fluoreto de metilo

Em um webinar recente apresentado pelo Prof. Vanhaecke, foram apresentados exemplos que ilustram os excelentes resultados obtidos usando fluoreto de metilo (uma mistura de 10% CH₃F e 90% de He) como um gás muito versátil para a célula de colisão/reação (CRC) para ICP-MS/MS.

Um exemplo foi a determinação de arsênio e selênio em amostras ambientais usando um método de desvio de massas. Em amostras contendo cloro, os íons poliatômicos ArCl⁺ e CaCl⁺ causam sobreposição espectral em *m/z* 75, afetando o único isótopo de arsênio, ⁷⁵As. No entanto, os íons As⁺ reagem com o gás de célula fluoreto de metilo, formando íons de produto AsCH₂⁺ em *m/z* 89, enquanto ArCl⁺ e CaCl⁺ não reagem, portanto permanecem em *m/z* 75. Como resultado, o As pode ser resolvido nas sobreposições poliatômicas, oferecendo limites de detecção abaixo de 1 ng/L (ppt). Com a utilização de MS/MS, qualquer possível sobreposição nos íons de produto AsCH₂⁺ em *m/z* 89 também é removida, uma vez que Q1 é definido como *m/z* 75.

Todos os isótopos de selênio analiticamente úteis podem sofrer interferências de íons poliatômicos, como ArCl⁺, CaCl⁺, ArAr⁺, ArCa⁺, CaCa⁺. Novamente, o CH₃F reage seletivamente com os íons de Se⁺ no CRC, afastando o Se das sobreposições poliatômicas. Com essa abordagem, o Se pode ser medido em limites de detecção abaixo de 10 ng/L (ppt).

Resultados representativos para a determinação de As em sete materiais de referência certificados são apresentados na Tabela 1. Em todos os casos, a concordância entre os valores medidos e os valores certificados foi excelente. Dados semelhantes para o Se (⁷⁷Se, ⁷⁸Se e ⁸⁰Se) podem ser encontrados no artigo do resumo executivo.

Tabela 1. Determinação de As em CRMs usando ICP-MS/MS.

Materiais de referência	Medido, µg/g	Certificado, µg/g
NIST SRM 1575 Aguilhas de pinheiro	0,24 ± 0,01	0,21 ± 0,04
Folhas de tomate NBS SRM 1573	0,31 ± 0,01	0,27 ± 0,05
NIST SRM 1568a Farinha de arroz	0,28 ± 0,01	0,29 ± 0,03
BCR CRM 526 Tecido de atum	4,95 ± 0,07	4,80 ± 0,30
NRC DORM-4 Proteína de peixe	6,69 ± 0,06	6,80 ± 0,64
BCR CRM 414 Plâncton	6,90 ± 0,13	6,82 ± 0,28
NIST SRM 1646 Sedimento de água estuarina	10,59 ± 0,28	11,60 ± 1,30

O grupo A&MS também usou o gás de célula CH₃F para analisar o isotópico de estrôncio 87/86 usando ICP-QQQ com ablação a laser (LA). A razão ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr é útil para identificar a origem de materiais como alimentos, populações de peixes; análise de amostras arqueológicas e forenses; e datação de rochas com Rb/Sr.

O desafio dessa aplicação é superar a interferência isobárica do Rb-87 no Sr-87 – o que não é possível usando até mesmo ICP-MS de alta resolução.

Usando ICP-QQQ e o gás de célula CH₃F, os íons de Sr 86 e 87 reagem para formar íons de produto SrF⁺ em *m/z* 105 e 106, respectivamente. Como os íons Rb⁺ não reagem da mesma forma com o CH₃F, a sobreposição isobárica do ⁸⁷Rb no ⁸⁷Sr é eliminada, permitindo que a razão ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr seja determinada com precisão. Materiais de referência com concentrações relativas de rubídio elevadas foram analisados com o método LA-ICP-QQQ calibrado usando vidro NIST SRM 610. Os resultados da razão do isótopo de Sr medidos estavam de acordo com os valores de referência, mesmo nas amostras com altas concentrações de Rb. A precisão da medição de IR do Sr foi tipicamente 0,05% RSD ou melhor.

Resumo executivo: ICP-MS/MS: Muito mais do que um ICP-MS quadrupolo de alto desempenho

Para complementar o webinar recente: **ICP-MS/MS: Muito mais do que apenas um ICP-MS quadrupolo de alto desempenho** apresentado pelo Professor Frank Vanhaecke da Universidade de Gante, a espectroscopia produziu um artigo gratuito e com livre acesso.



Publicado em 5 de janeiro de 2017, o documento de 6 páginas faz um breve relato das abordagens de ICP-MS para superar as interferências espectrais, até o lançamento do primeiro ICP-MS tandem (ICP-MS/MS) em 2012. Os princípios gerais da técnica são discutidos com exemplos para ilustrar os benefícios do ICP-MS/MS em várias aplicações, como:

- Determinação de metais em nível de ultratraços inclusive Ti em materiais biológicos
- Determinação de As e Se em amostras ambientais
- Análise isotópica de estrôncio usando ICP-QQQ com ablação a laser

Você pode ter acesso ao Resumo executivo em:

<http://www.spectroscopyonline.com/ICP-MSms-much-more-just-high-performance-single-quadrupole-ICP-MS>

Você também pode ver a gravação do webinar clicando na guia "Webcasts" em www.spectroscopyonline.com

A Agilent orienta jovens cientistas na European Winter Plasma Conference 2017

Isabel Cuesta

Agilent Technologies, Espanha

Cerca de 500 participantes de 40 países viajaram para os Alpes austríacos em fevereiro para a European Winter Conference on Plasma Spectrochemistry (EWCPs).

A conferência com duração de cinco dias continua sendo a mais importante do setor de espectroquímica de plasma, uma vez que reúne vários cientistas de diferentes disciplinas para compartilhar ideias. Esse ano, o programa científico contou com mais de 160 palestras e mais de 190 pôsteres. Conversas animadas também aconteceram nas exposições e áreas sociais.

A Agilent teve a honra de receber um grande número de visitantes em seu estande. Com o banner: **Mais de 30 anos viabilizando tecnologias para novos talentos**, a Agilent comemorou dois temas importantes. O reconhecimento de sua constante participação em muitos dos importantes desenvolvimentos de ICP-MS desde 1987, com enfoque em avanços recente, como:

- A experiência inigualável em tecnologia ICP-QQQ, obtida desde a introdução do primeiro ICP-QQQ em 2012.
- O lançamento da segunda geração do ICP-QQQ 8900 em 2016, reforçando o compromisso da Agilent em ajudar os clientes a resolver desafios analíticos mais complexos.

Igualmente importante é o compromisso da empresa em apoiar jovens cientistas que estão começando a carreira em espectroscopia atômica. Quatro dos especialistas em espectroscopia da Agilent, Jenny Nelson, Nahid Chalyavi, Sebastien Sannac e Alain Desprez, fizeram palestras individuais com jovens pesquisadores durante um evento de Carreiras da Agilent. Eles compartilharam informações úteis sobre experiências e oportunidades de trabalhar em uma empresa de ponta como a Agilent.

blog.indeed.com/2016/05/05/fortune-500-top-companies-to-work-for/



Joanna Szpunar, vencedora do prêmio Plasma, com Sayuri Otaki da Agilent

Jerome Darrouzes, Gerente de negócios de espectroscopia atômica da Europa, também participou da mesa redonda. Ele compartilhou suas experiências e conselhos de como seguir carreira nesse setor.

Eventos científicos da Agilent

Houve uma grande participação no seminário/fórum de discussão da Agilent que ocorreu no horário do almoço, com mais de 178 inscrições. O enfoque do evento era como a tecnologia de ICP-QQQ Agilent permitiu que cinco novos talentos em espectroscopia atômica desenvolvessem novos métodos e fluxos de trabalho. Moderada por Lieve Balcaen, Universidade de Gante e Glenn Woods da Agilent, Nor Laili Azua Jamari, TESLA, Universidade de Aberdeen, Reino Unido; Simone Bräuer, Universidade de Graz, Áustria; Raquel Larios, LGC Limited, Reino Unido; Diego Bouzas Ramos, Universidad de Oviedo, Espanha; e Naoki Sugiyama, Agilent, Japão, falaram sobre suas experiências em várias áreas de pesquisa, de geoquímica, ambiental e aplicações de alimentos a nanopartículas e pesquisa de biociências.

Para ajudar a compreender a tecnologia de ICP-MS, Glenn Woods e Naoki Sugiyama da Agilent ministraram o curso "Compreensão dos mecanismos de ICP-MS/MS para resolver interferência poliatômicas, isobáricas e espectrais". A sessão abordou os princípios de ICP-QQQ (espectrometria de massas tandem) e explicou os benefícios do MS/MS para resolver interferências espectrais problemáticas.

Tendências analíticas

Em relação à EWCPs 2015, houve um grande aumento no número de apresentações de pôsteres que usaram o ICP-QQQ Agilent, refletindo a importância dessa tecnologia para a comunidade científica. Analisando as conferências EWCPs dos últimos anos, o número de pôsteres citando as

tecnologias ICP-MS e ICP-OES/MP-AES Agilent continua aumentando. Uma análise de todos os pôsteres da conferência mostrou que 37% dos expositores usaram tecnologia da Agilent - muito mais do que qualquer outro fabricante. Além disso, a equipe da Agilent apresentou 22 pôsteres e fez 4 palestras. Consulte a página 8 para obter mais informações.

Eventos sociais da Agilent

O aguardado evento da Agilent foi inesquecível. Representantes foram convidados a degustar a tradicional culinária tirolesa em um chalé de esqui rústico, além de apreciar música ao vivo e um show de mágica! Cerca de 200 pessoas andaram no local de exposição com sapatos de neve ou viajaram em veículos especiais! Foi a oportunidade perfeita para criar novas amizades e estreitar laços, compartilhar experiências e se divertir.

Parabéns aos ganhadores do prêmio Plasma

Joanna Szpunar, Conselho de Pesquisa da França (CNRS), Pau, França, recebeu o prestigiado prêmio European Award for Plasma Spectrochemistry. Como patrocinadores do prêmio desde a sua criação em 2002, Sayuri Otaki da Agilent, Gerente de marketing de ICP-MS, apresentou o oitavo prêmio da série.



Ela também presenteou com o European Rising Star Award for Plasma Spectrochemistry, Johanna Irrgeher, Helmholtz-Zentrum Geesthacht, Alemanha. Ambos os prêmios têm como objetivo apoiar as aplicações e os desenvolvimentos espectroquímicos de plasma na Europa.

O patrocínio desses dois prêmios destaca o compromisso contínuo da Agilent em apoiar a inovação e a pesquisa de alta qualidade em espectroquímica de plasma, em todas as etapas da carreira de um cientista.

A próxima WPC acontecerá na Flórida em 2018, e a EWCPs 2019 acontecerá em Pau, França.

Novidade! Plug-in ESI prepFAST ICP-MS MassHunter

Steve Wilbur Agilent Technologies, EUA

Os usuários do ICP-MS Agilent podem simplificar a análise elementar de rotina de amostras ambientais, farmacêuticas e de outros tipos usando o sistema de autodiluição totalmente automatizado prepFAST da Elemental Scientific (ESI).

Com base no amostrador automático ESI FAST, o prepFAST utiliza a tecnologia de diluição com seringa precisa e exata, que é capaz de fazer:

- Amostras discretas para reduzir os tempos de corrida da amostra para cerca de 1 min ou menos.
- Preparo de padrões de calibração automatizado em tempo real a partir de uma única solução estoque localizada no rack do amostrador automático.
- Autodiluição prescritiva: O analista especifica o fator de diluição para cada amostra antecipadamente no arquivo de lote do método, e o prepFAST dilui a amostra corretamente, diretamente do amostrador automático.
- Autodiluição inteligente: O operador especifica os limites de QC para analitos fora do intervalo e os padrões internos. O MassHunter calcula os fatores de diluição necessários para qualquer amostra fora do intervalo de acordo com esses critérios. O prepFAST diluirá as amostras usando o fator de diluição calculado antes da reexecução.
- A precisão do carregamento de seringa com o prepFAST M5 permite a diluição de volumes pequenos de amostra ou de amostras viscosas.
- O ajuste automatizado com a válvula TuneSelect permite que o ICP-MS seja ajustado e otimizado sem intervenção do operador.

A operação e o controle do prepFAST é perfeitamente integrada ao software Agilent ICP-MS MassHunter. O plug-in do software ESI para o MassHunter 4.3 permite que todas as funções do prepFAST sejam controladas no software de lote do MassHunter. Ao integrar totalmente o controle do prepFAST dessa forma, as funcionalidades de autocalibração e autodiluição se tornam parte do método.

www.icpms.com/products/prepfast.php

Essas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2017
Impresso nos EUA. 27 de março de 2017
5991-7900PTBR

Destaque educacional: Acesso gratuito às apresentações da Agilent EWCPs 2017

- **Curso técnico:** Compreensão dos mecanismos de ICP-MS/MS para resolver interferências poliatômicas, isobáricas e espectrais.
Título do pôster científico
- Investigação do potencial do ICP-QQQ para a quantificação de metais em solventes orgânicos e LC-ICP-QQQ para a separação de metais complexos por GPC
- Análise de elemento do grupo de platina (PGEs) em poeira de estrada usando o ICP-MS Agilent 8900 triplo quadrupolo no modo MS/MS
- Determinação precisa de Eu e Sm em materiais de carbonato de bário ultrapuro por ICP-QQQ
- Análise de iodo-129 radioativo por ICP-QQQ usando o modo MS/MS e uma nova célula de reação octopolo com aceleração axial
- Determinação de impurezas em nível de ultratraços em amostras de metal de alta pureza por ICP-QQQ
- Benefícios práticos da sensibilidade abundante usando ICP-QQQ
- Análise multielementar de óleos brutos de petróleo usando um ICP-MS Agilent 7900
- Preparo de amostras alternativo e abordagem de análise para metais controlados pelo ICH/USP por ICP-MS
- Análise rápida e direta de água do mar não diluída usando ICP-MS com um sistema de diluição de aerossol
- Tendências atuais, fluxos de trabalho analíticos e um caso de estudo sobre análise de extraíveis e lixiviáveis, combinando análise de dados de LC/MS, GC/MS e ICP-MS
- Avaliação de métodos de preparo de amostras para a determinação de perfil elementar de vinho por ICP-MS: comparação de digestão e filtragem de microondas de diluição direta
- Diferenças elementares em vinhos Pinot Noir de um único vinhedo de seis áreas em uma região vinícola
- Perfis elementares de uísques permitem a diferenciação por tipo e região por espectroscopia de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES)
- Estudos fundamentais de um plasma de nitrogênio de microondas para a espectrometria de emissão analítica
- Análise de alta velocidade de extratos de solo usando um sistema avançado de válvula instalado em um ICP-OES SVDV Agilent 5110
- Melhoria da produtividade na determinação de metais em amostras de óleo com o ICP-OES de visualização radial (RV) Agilent 5110 com sistema avançado de válvula
- Análise de rotina de arsênio total em vinhos californianos usando o MP-AES 4200/4210
- Determinação direta de Al, B, Co, Cr, Mo, Ti, V e Zr em liga de níquel digerida por HF com o MP-AES Agilent 4210

Você pode baixar uma cópia dos cursos técnicos e dos pôsteres em:
www.agilent.com/en-us/promotions/did-you-miss-ewcps-2017.

Conferências. Reuniões. Seminários.

Pittcon 2017, 5 a 9 de março, Chicago, Illinois, EUA, www.pittcon.org/

Interphex, 28 a 30 de junho, Tóquio, Japão, www.interphex.jp/en/

International Conference on the Biogeochemistry of Trace Elements, 16 a 20 de julho, Zurique, Suíça, <http://icobte2017.ch/>

Goldschmidt 2017, 13 a 18 de agosto, Paris, França, <https://goldschmidt.info/2017/>
6º International Symposium on Metallomics, 14 a 17 de agosto, Viena, Áustria, www.metallomics2017.at/

JASIS, 6 a 8 de setembro, Makuhari Messe, Japão, www.jasis.jp/en/

Publicações sobre o Agilent ICP-MS

- **Nota de aplicação:** Análise multielementar de óleos brutos de petróleo usando um ICP-MS Agilent 7900, [5991-7826PTBR](http://www.agilent.com/chem/icpms/7900/7900PTBR)
- **Nota de aplicação:** Análise direta de alta produtividade de água do mar usando o ICP-MS Agilent 7800 com HMI para diluição de aerossol, [5991-7936PTBR](http://www.agilent.com/chem/icpms/7800/7800PTBR).

Editor do Agilent ICP-MS Journal

Karen Morton para Agilent Technologies e-mail:
icpms@agilent.com



Agilent Technologies