

Novembro de 2021,  
Edição 86



## Página 1

ICP-MS para oferecer suporte aos limites regulatórios e às necessidades da indústria

## Páginas 2-3

Método AOAC para a análise de amostras de cannabis e cânhamo por ICP-MS

## Página 4

Simpósio Virtual Agilent sobre o desempenho do ICP-MS para aplicações de semicondutores

## Página 5

Aplicações de ICP-MS de single nanoparticle em processos de semicondutores avançados

## Página 6

IC-ICP-MS para análise de Cr(VI) em nível de traços em água potável

## Página 7

Novidade de consumíveis: Consumíveis para semicondutores e de encaixe simples para ICP-MS

## Página 8

Recursos em vídeo da Agilent e novas publicações de ICP-MS

## ICP-MS para oferecer suporte aos limites regulatórios e às necessidades da indústria

Nesta edição, apresentamos dois desenvolvimentos regulatórios habilitados por ICP-MS. No primeiro artigo, descrevemos um novo método AOAC lançado para análise de metais pesados em produtos de cannabis e cânhamo. O segundo descreve um método de cromatografia de íons (IC) com ICP-MS que pode ser usado como uma alternativa ao HPLC-ICP-MS na análise de rotina em nível de traços de cromo hexavalente (Cr(VI)) em água potável.

Da ampla gama de indústrias que usam o ICP-MS, o desenvolvimento e a fabricação de semicondutores estão entre os que possuem os requisitos mais exigentes. Os contínuos avanços na tecnologia de semicondutores exigem um controle cada vez mais rígido das impurezas. A análise em nível de traços mais baixo foi possibilitada por desenvolvimentos paralelos na tecnologia de ICP-MS. A história e o desempenho atual do ICP-MS em aplicações de semicondutores são discutidos em um webinar e simpósio online da indústria realizado recentemente e revisado nesta edição.



**Figura 1.** ICP-MS Agilent 7900 com o amostrador automático integrado I-AS para análise de ultratraço.

# Avanços em direção a um método padrão na indústria para a análise de amostras de cannabis e cânhamo por ICP-MS

Jenny Nelson, Craig Jones, Agilent Technologies, Inc. Sam Heckle, Leanne Anderson, CEM Corporation, EUA

## Requisitos da indústria para cannabis

O rápido aumento na disponibilidade e no uso de produtos à base de cannabis para uso recreativo e médico trouxe uma necessidade crescente de métodos analíticos robustos que garantam a qualidade e segurança do produto. No entanto, a análise de metais em produtos de cannabis e cânhamo tem sido dificultada devido a falta de métodos oficiais na indústria. Em agosto de 2021, a AOAC adotou um método de ICP-MS recentemente desenvolvido para a análise de metais pesados em vários produtos à base de cannabis como o método oficial de análise no status "First Action" (primeira ação) (1). A reprodutibilidade e o desempenho do novo método serão rastreados por até dois anos e, se forem satisfatórios, o novo método será recomendado para o status "Final Action" (ação final).

O novo método de ICP-MS pode ser usado para determinar arsênio (As), cádmio (Cd), mercúrio (Hg) e chumbo (Pb) em uma variedade de produtos derivados de cannabis preparados por digestão por microondas. Outros elementos podem ser adicionados ao método após validação apropriada. O método é aplicável a uma ampla gama de tipos de amostra à base de cannabis e cânhamo, conforme listado na Tabela 1. No desenvolvimento do novo método, o objetivo era criar um método robusto e fácil de usar que atendessem aos Requisitos de desempenho do método padrão (SMPR) da AOAC.

O novo método foi descrito em um [webinar](#) (2) realizado recentemente, que também destaca a importância de um método de preparo de amostras rápido e confiável para amostras com matrizes variadas. Dispor de um método de preparo de amostras que funciona para todos os tipos de amostra é especialmente valioso para laboratórios de teste de cannabis de alta produtividade.

## Demonstração do preparo de amostras "ao vivo"

Durante o webinar, Sam Heckle da CEM demonstrou como o sistema de digestão por microondas MARS 6 pode digerir até 24 ou 40 amostras variadas de cannabis e cânhamo em um único lote. Sam recomendou o disco giratório de 24 posições

para lotes que incluem amostras do tipo oleosas.

A abordagem de digestão da amostra garante a digestão completa de diversos tipos de amostras de cannabis e cânhamo, enquanto leva em consideração a estabilidade química dos analitos alvo.

**Tabela 1.** Tipos de amostra à base de cannabis e cânhamo que podem ser analisados usando o novo método AOAC de ICP-MS.

Categoria da amostra	Amostra
Inalada	Flor de cânhamo
	Óleo de vape de canabinoide (CBD)
	Extrato isolado de cânhamo
Oral	Cápsulas de softgel de espectro completo
	Tintura de espectro total
	Tintura isolante
	Borras de café de CBD
	Manteiga de cânhamo
	Óleo de sementes de cânhamo
	Carne seca de CBD
	Balas de goma duras de CBD
	Bebida de ananás de CBD
	Tópica
Creme analgésico	
Bálsamo de CBD	
Óleo tópico de CBD	
Sabonete de cânhamo	
Em fabricação	Biomassa de cânhamo e biomassa de cânhamo usada
	Tricomas
	Extratos brutos, destilados e isolados de CBD

Dos quatro principais analitos AOAC (As, Cd, Hg e Pb), o Hg não é quimicamente estável em HNO<sub>3</sub> sozinho. A digestão da amostra deve, portanto, incluir HCl para que se formem complexos estáveis de Hg. Mas os íons cloreto do HCl podem se combinar, criando sobreposições de íons poliatômicos em vários analitos, incluindo o As, no espectro de ICP-MS. O ICP-MS deve, portanto, incluir uma abordagem simples e confiável para lidar com essas sobreposições espectrais usando o modo hélio (He) na célula de colisão/reação (CRC).

## Análise de cannabis e cânhamo por ICP-MS

O desenvolvimento do método AOAC foi realizado em um ICP-MS Agilent 7850 e o mesmo tipo de instrumento foi usado no trabalho descrito no webinar.

### Recursos do ICP-MS 7850 para garantir dados precisos

O CRC 7850 ORS<sup>4</sup> foi operado no modo de colisão de He, o que reduz as interferências poliatômicas comuns usando discriminação de energia cinética (KED). A KED permite que as mesmas condições de célula sejam usadas para a análise quantitativa de diversos elementos em vários tipos das amostras, simplificando o desenvolvimento de métodos e a operação de rotina.

O 7850 também aborda sobreposições potenciais de elementos de terras raras (REEs) duplamente carregados usando a correção de meia massa automatizada no software ICP-MS MassHunter (versão 5.1 ou posterior). Essa correção garante uma análise precisa de As, Se e Zn na presença de REEs (4).

Para permitir que matrizes de amostras complexas e variáveis sejam analisadas rotineiramente, o 7850 inclui o sistema de diluição de aerossol de introdução com UHMI (Ultra High Matrix Introduction) A operação do 7850 com a UHMI-4 fornece condições de plasma robustas que garantiram que os sinais do padrão interno (ISTD) permanecessem estáveis ao longo de uma análise que durou quase 24 horas, conforme mostrado na Figura 1. Os detalhes das condições de operação do ICP-MS 7850 e do programa de digestão por microondas são fornecidos na nota de aplicação (3).

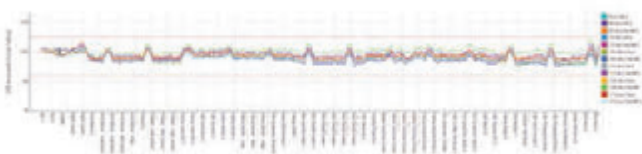


Figura 1. Recuperações do ISTD em aproximadamente 24 horas.

Além da análise quantitativa, o 7850 pode usar dados do QuickScan para fornecer resultados semiquantitativos do IntelliQuant. Os resultados do IntelliQuant são baseados em uma varredura completa do espectro de massas de dois segundos medida no modo He. Os dados do IntelliQuant podem ser exibidos como um mapa de intensidade da tabela periódica, conforme mostrado na Figura 2 para uma amostra de softgel. A cor mais escura do mapa de intensidade indica claramente uma concentração relativamente alta de Hg e Pb na amostra de softgel.



Figura 2. Resultados do mapa de intensidade do IntelliQuant do ICP-MS para um produto de softgel.

Como Jenny Nelson descreveu no webinar (2) realizado recentemente, os dados do IntelliQuant no modo He permitem que modelos isotópicos sejam usados para confirmação de elementos. Os resultados confirmatórios são recomendados em diversos métodos regulamentados, pois permitem uma verificação independente dos resultados quantitativos. A presença de Hg e Pb na amostra de softgel foi confirmada a partir de uma boa correspondência entre os picos do espectro e os modelos do IntelliQuant (Figura 3).

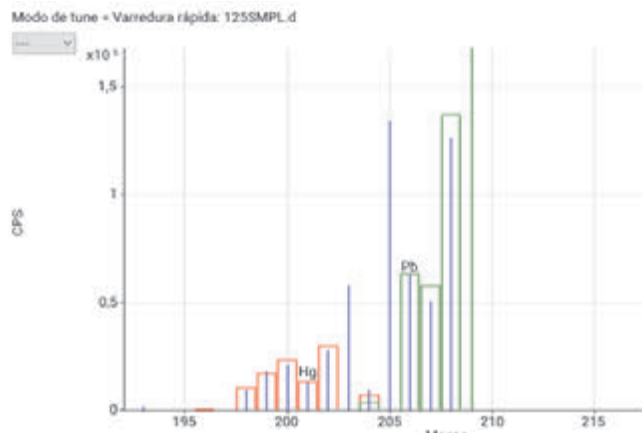


Figura 3. Os modelos isotópicos do IntelliQuant confirmam a presença de Hg e Pb (TI na  $m/z$  203 e 205 não está identificado). O pico na  $m/z$  209 é ISTD Bi.

### Mais informações

1. AOAC Expert Review Panel (ERP) for Chemical Contaminants in Cannabis Methods, Agosto, 2021 <https://www.aoac.org/news/august-2021-analytical-methods-week-highlights/>
2. Link do webinar: <https://cem.com/en/heavy-metals-in-cannabis-efforts-towards-an-official-aoac-method>
3. J. Nelson et al, publicação Agilent 5994-4080EN
4. T. Kubota, publicação Agilent 5994-1435EN

Os produtos e soluções da Agilent foram projetados para serem usados no controle de qualidade e testes de segurança de cannabis em laboratórios onde tal uso é permitido pela legislação estadual/nacional.

# Simpósio Virtual Agilent sobre avanços no desempenho do ICP-MS para aplicações de semicondutores

Abe Gutierrez, Bert Woods, Emmett Soffey, e Yan Cheung, Agilent Technologies, Inc.

## Status e tendências da indústria de semicondutores

Os semicondutores têm sido notícia recentemente devido à falta de chips causada por um aumento da demanda devido ao uso em produtos como eletrônicos de consumo, juntamente com a interrupção da cadeia de suprimentos e fabricação durante a pandemia.

Os fabricantes de semicondutores também estão constantemente se esforçando para aumentar os rendimentos de fabricação e desenvolver dispositivos eletrônicos mais avançados em menor escala, maior densidade de transistores, maior velocidade e menores requisitos de energia.

O ICP-MS tem sido uma ferramenta essencial para fabricantes de semicondutores e fornecedores de produtos químicos de alta pureza por décadas. Em um simpósio virtual em setembro de 2021, os especialistas em ICP-MS da Agilent discutiram como as principais inovações permitiram que o ICP-MS Agilent continuasse a atender às necessidades de análise em constante evolução da indústria de semicondutores.



Uma gravação de 3 horas do simpósio pode ser acessada em [Simpósio virtual de semicondutores Agilent \(on24\)](#), incluindo sessões sobre:

- Chasing Zero: Análise ultratraço por ICP-QQQ (começa aproximadamente 4 minutos após o início do webinar gravado)
- História do ICP-MS e ICP-QQ na Indústria de Semicondutores (começa em ~45 minutos)
- Determinação em nível traço de elementos não tradicionais (começa em ~92 minutos)
- Medindo nanopartículas (NPs) e análise multielementar de NPs por ICP-QQQ (começa em ~119 minutos)
- Q&A (começa em ~131 minutos)

- "Chasing zero". Por meio do link para o vídeo, o especialista de aplicações Bert Woods fornece dicas práticas sobre o controle dos níveis de contaminação de background no laboratório de elemento em nível traço e a otimização para limites de detecção baixos.



- "História do ICP-MS e ICP-QQ na Indústria de Semicondutores". Bert se juntou ao especialista de aplicações da Agilent Yan Cheung e aos especialistas de produto Abe Gutierrez e Emmett Soffey para uma mesa redonda. Esses especialistas da indústria fornecem perspectivas inovadoras e divertidas sobre os desenvolvimentos significativos de hardware que permitiram que o ICP-MS continuasse a lidar com as aplicações mais desafiadoras de semicondutores.
- "Determinação em nível traço de elementos não tradicionais e nanopartículas usando ICP-QQQ". Abe e Bert mostram como o ICP-QQQ melhora a detecção dos elementos desafiadores Si, P, S e Cl e permite a análise de menores NPs.

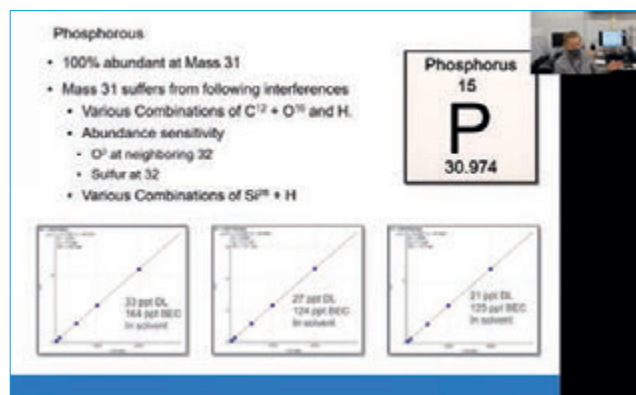


Figura 1. Calibrações de fósforo mostrando DL de 30 ppt em solvente orgânico usando o ICP-QQQ Agilent 8900.

# Aplicações de ICP-MS de single nanoparticle em processos de semicondutores avançados

Análise do webinar por Ed McCurdy e Jenny Nelson, Agilent Technologies, Inc.

## Análise de single nanoparticle pelo ICP-MS



Charlie (Qilin) Chan, PhD, PMP, é um especialista em pesquisa avançada e líder corporativo em tecnologia de análise elementar na 3M Corporate Research Analytical Laboratory em St. Paul, Minnesota, EUA.

Charlie apresentou recentemente um webinar fascinante sobre como ele usa o single nanoparticle ICP-MS (spICP-MS) em aplicações relacionadas a processos de semicondutores avançados. No webinar, ele fornece uma visão de como o spICP-MS ajuda os estudos sobre os processos de ultrafiltração e planarização químico-mecânica.

### Ultrafiltração

A ultrafiltração é um processo crítico na produção de água ultrapura e produtos químicos de processo de alta pureza usados na fabricação de semicondutores. Charlie mostrou dados de spICP-MS ilustrando como a eficiência de retenção para tamanhos de partícula uniformes é drasticamente alterada por cargas na superfície na membrana de filtro e na partícula. Embora a retenção por exclusão de tamanho da sílica e nanopartículas de ouro seja consistente com a medida de poro da membrana, a retenção geral é fortemente afetada pelas interações membrana-partículas (1).

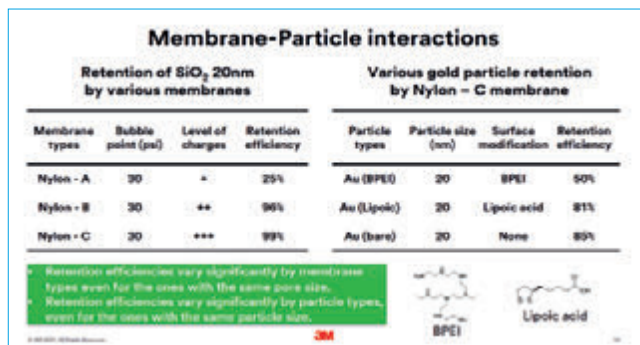


Figura 1. Slide mostrando a variação na eficiência de retenção de partículas de SiO<sub>2</sub> para diferentes tipos de membrana e revestimentos de partícula.

© 3M. Reproduzido com permissão.

## Planarização químico-mecânica (CMP)

A CMP é uma etapa essencial na fabricação de chips semicondutores. Uma pasta de CMP contendo sílica, alumina ou céria é posicionada em um suporte rotativo e o wafer de silício é pressionado para baixo na superfície do suporte. A CMP remove uma quantidade precisa de material e suaviza a superfície do wafer entre as etapas de processamento do chip.

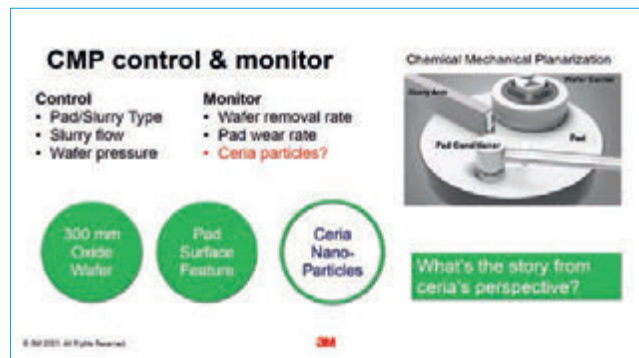


Figura 2. Slide mostrando variáveis críticas no processo de CMP. © 3M. Reproduzido com permissão.

No webinar, Charlie explica como ele utilizou o spICP-MS para demonstrar que o processamento do wafer causou uma mudança pequena, mas estatisticamente significativa, nos tamanhos de partícula de céria (2).

Esses resultados de spICP-MS permitem um maior entendimento sobre como as partículas de céria respondem aos tipos de suporte da CMP e as condições, como vazão da pasta e pressão do wafer.

A gravação do webinar sob demanda está disponível em: [Semiconductor and Specialty Chemical Industry](#)

## Referências

1. Q. Chan, M. Entezarian, J. Zhou, R. Osterloh, Q. Huang, M. Ellefson, B. Mader, Y. Liu, M. Swierczek, *J. Memb. Sci.* **599**, 2020, 117822
2. L. Zazzera, Q. Chan, J. Stomberg, A. Simpson, C. Loesch, D. LeHuu, D. Muradian, U.R.K. Lagudu, B. Mader, *ECS J. Solid State Sci. Technol.* **10**, 2021, 34009

# Determinação de cromo hexavalente em água potável por cromatografia de íons (IC)-ICP-MS

Yan Cheung, Agilent Technologies, Inc., Jayesh Gandhi and Amy Furreness, Metrohm Inc., Lori Allen, Matthew Natschke, Hannah Tangen, e Chris LeValley, University of Wisconsin, Parkside, EUA

## Limites regulatórios para cromo

Definir limites regulatórios para o cromo (Cr) pode ser problemático porque suas diferentes formas químicas apresentam riscos muito diferentes para a saúde. O Cr(III) é um nutriente em nível de traços essencial e não causa uma preocupação significativa para a saúde, enquanto o Cr(VI) é tóxico e cancerígeno (1) e deve, portanto, estar sujeito a uma norma rígida.

No entanto, a interconversão de espécies entre Cr(III) e Cr(VI) dependem do pH e podem ocorrer facilmente em amostras antes e durante a coleta de amostra e a preservação de amostra. Um outro problema é que os métodos para análise de Cr(VI) que identificam as espécies não estão amplamente disponíveis em laboratórios de testes de rotina. As normas para Cr(VI) incluem a Meta de saúde pública do Departamento de Avaliação de Danos Ambientais (OEHHA) da Califórnia, que especifica uma concentração máxima de 0,02 µg/L de Cr(VI) em água potável.

## Determinação de Cr(VI) usando IC-ICP-MS

O ICP-MS é uma técnica para análise elementar, normalmente usada para quantificar as concentrações totais. No entanto, o ICP-MS pode ser facilmente acoplado a um dispositivo de cromatografia, mais comumente uma cromatografia líquida de alto desempenho, para separar as diferentes formas químicas antes de serem introduzidos no ICP-MS, fornecendo resultados específicos para cada espécie. Os sistemas HPLC Agilent normalmente usam componentes de aço inoxidável, portanto, medir as espécies de Cr em níveis de traço requer que esses componentes sejam substituídos por materiais inertes, aumentando o custo do sistema.

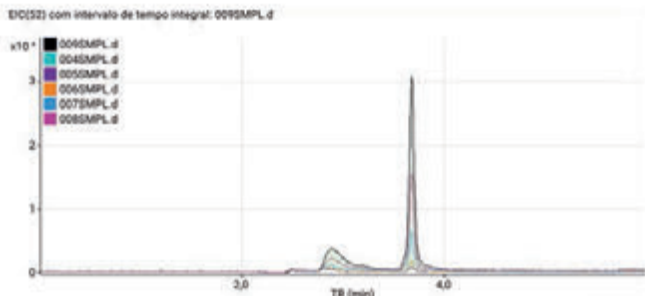


Figura 1. Cromatogramas sobrepostos de padrões de Cr(VI) de 0,01 a 1 ppb usando IC-ICP-MS (padrão alto em 10 ppb removido para clareza).

Uma alternativa simples e barata está disponível usando um cromatógrafo de íons (IC) conectado ao ICP-MS. Uma nota de aplicação Agilent publicada recentemente mostra o desempenho de um novo método para análise de Cr(VI) em nível de traços em água potável (2). O novo método usou um IC Metrohm 940 Professional equipado com uma coluna Metrosep ASUPP4 250/4.0, conectado a um ICP-MS Agilent 7800.

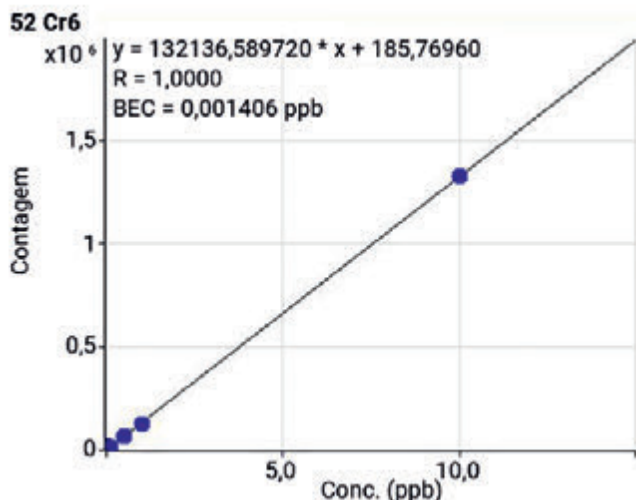


Figura 2. Calibração para Cr(VI) de 0,01 a 10 ppb usando IC-ICP-MS.

Cromatogramas sobrepostos para os níveis baixos dos padrões de Cr(VI) e uma calibração para Cr(VI) são mostrados nas Figuras 1 e 2, respectivamente. A validação do método foi realizada de acordo com as diretrizes do Método da Agência de Proteção Ambiental (EPA) 218.7. Os testes de desempenho do método resultaram em um Limite de detecção do método (MDL) de 0,003 µg/L. O Limite mínimo de relatório (MRL) foi confirmado em 0,020 µg/L, atendendo aos requisitos da Meta de saúde pública do Departamento de Avaliação de Danos Ambientais (OEHHA) da Califórnia.

## Referências

1. L. M. Calder, in: J. O. Nriagu and E. Nieboer, Eds., Chromium in the Natural and Human Environments, Wiley and Sons, New York, 1988, 215–229.
2. Yan Cheung et al, publicação Agilent [5994-4295EN](#)

# Novidade de consumíveis: Consumíveis específicos da aplicação para semicondutores e consumíveis de encaixe simples para ICP-MS

**Gareth Pearson, Agilent Technologies, Inc.**

## Consumíveis específicos para aplicações de semicondutores

A Agilent trabalha em estreita colaboração com os usuários da indústria de semicondutores para desenvolver e otimizar os sistemas e consumíveis de ICP-MS para atender as aplicações mais exigentes. Com base nas informações fornecidas pelos analistas, a Agilent desenvolveu uma versão com ponta de platina de nosso popular cone de amostragem revestido de níquel e um injetor da tocha sem o-ring para os kits de introdução de amostra inerte PFA.

Os cones de amostragem revestidos de Ni e com ponta de Pt da Agilent são projetados para análises de rotina de substâncias químicas corrosivas, incluindo HNO<sub>3</sub> concentrado, HCl, HF, 9,8% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> e NH<sub>4</sub>OH e Si digerido com HF. O teste em sistemas de ICP-MS Agilent indicou que os novos cones com ponta de Pt oferecem:

- Resistência à abrasão da base de cobre por matrizes agressivas de ácido, maximizando a vida útil do cone.
- Redução da necessidade de limpeza e risco minimizado de danos por limpeza excessiva.

Saiba mais em <https://explore.agilent.com/semi-con>

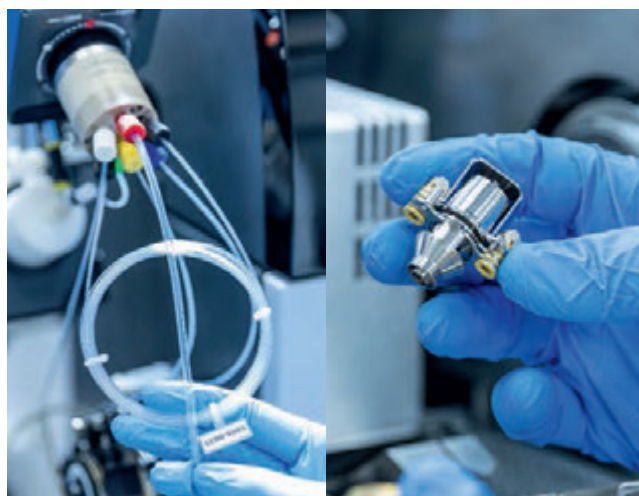
Os laboratórios de ICP-MS que trabalham com aplicações de semicondutores, onde são necessários os menores backgrounds possíveis, ou que analisam amostras contendo HF ou outras substâncias químicas agressivas, normalmente usam um sistema de introdução de amostra inerte. Os kits inertes de ICP-MS Agilent contêm agora uma tocha sem o-ring, facilitando a remoção do injetor do corpo externo da tocha de quartzo durante a manutenção. Para saber mais, baixe o flyer [5994-3839EN](#).

## Loops de amostra fáceis de ajustar e sem corte para ISIS 3

O Agilent ICP-MS Journal 85 incluiu um artigo sobre a [tubulação da bomba peristáltica de encaixe simples](#), que vem pré-cortada e alargada para um encaixe fácil, consistente e sem vazamentos. As opções de consumíveis de encaixe simples agora incluem loops de amostra pré-cortados para o dispositivo de amostragem discreta do Sistema Integrado de Introdução de Amostras Agilent (ISIS-3).

Os loops ISIS 3 pré-cortados e de volume fixo garantem a consistência dos métodos e a uniformidade do tempo para as etapas de carregamento, aquisição e lavagem da amostra, permitindo uma configuração rápida e simples. Não há necessidade de corte e montagem do loop ou temporização manual do sinal durante a configuração do método.

[Saiba mais e encomende online](#)



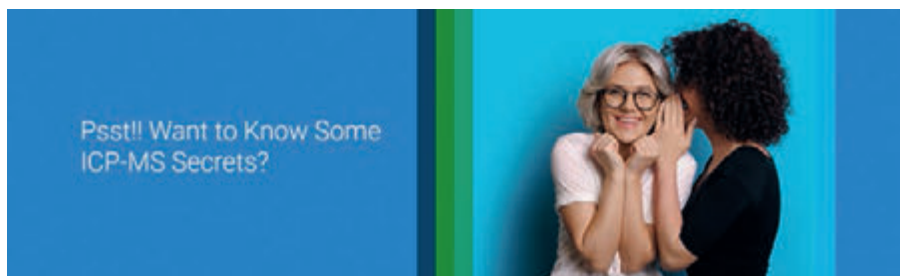
## Lentes x de fácil ajuste e sem necessidade de manutenção

A limpeza da lente nos sistemas de ICP-MS Agilent é uma tarefa de manutenção rápida e simples, pois a lente fica na frente da válvula de entrada. A maioria dos laboratórios de rotina limpa o conjunto de lente extratora do tipo x e lente ômega entre as análises de milhares de amostras, dependendo dos tipos de amostra analisadas.

Para laboratórios que buscam operação de rotina 24 horas por dia, 7 dias por semana, a Agilent pode agora oferecer uma abordagem alternativa com a lente x opcional de peça única. O conjunto de lentes de encaixe simples é econômico para aplicações de rotina, o que significa que pode ser tratado como um consumível. Não há necessidade de limpar a lente, basta substituí-la para retomar o desempenho máximo do seu ICP-MS.

[Encontre o conjunto de lente x de encaixe simples para o seu modelo de ICP-MS online](#)

## Desmistificar o ICP-MS: Como aprimorar a precisão e minimizar as atividades demoradas e desnecessárias na análise de ICP-MS



Confira os quatro vídeos curtos estrelados pelo especialista Agilent em ICP-MS, Glenn Woods. Glenn usa linguagem simples, humor e analogias para explicar quatro funções importantes de ICP-MS que simplificam a análise de rotina no ICP-MS Agilent 7850:

- Lidar com problemas de instabilidade química em suas amostras
- Como diluir amostras de ICP-MS sem usar diluentes líquidos
- O segredo para confirmar um resultado sem reanalisar uma amostra
- Como fazer uma análise de ICP-MS de fora do laboratório

Link: <https://explore.agilent.com/7850-icp-ms-tips-videos>

**Últimas notícias:** A Agilent se compromete em zerar as emissões de gases de efeito estufa até o ano de 2050. [Saiba mais](#)

### Últimas publicações de ICP-MS Agilent

- **Nota de aplicação:** Determination of Heavy Metals in Cannabis and Hemp Products Following AOAC Method for ICP-MS, [5994-4080EN](#)
- **Nota de aplicação:** Ultrapure Process Chemicals Analysis by ICP-QQQ with Hot Plasma Conditions, [5994-4025EN](#)
- **Nota de aplicação:** Authenticating Rice by Elemental Profiling Using ICP-MS and Statistical Modeling, [5994-4043EN](#)
- **Nota de aplicação (atualizado):** USP <232>/<233> and ICH Q3D Elemental Impurities Analysis, [5991-8149EN](#)
- **Nota de aplicação (atualizado):** Determination of Trivalent and Hexavalent Chromium in Toy Materials, [5991-2878EN](#)
- **Resumo de aplicação:** Determining Compliance with Baby Food Heavy Metals Levels, [5994-3714EN](#)
- **Descrição técnica:** Resolving REE<sup>2+</sup> Overlaps on Arsenic and Selenium With Hydrogen Cell Gas, [5994-4071EN](#)
- **Flyer técnico:** Importance of Controlling Space Charge Effects in ICP-MS, [5994-3967EN](#)

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.