

DETERMINAÇÃO DE ÍTERBIO EM FEZES DE CARNEIRO EMPREGANDO FILAMENTO DE TUNGSTÊNIO COMO ATOMIZADOR ELETROTÉRMICO.

Éder C. Lima (PG)¹; Francisco J. Krug (PQ)²;
Ana Rita A. Nogueira(PQ)³; Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹.

¹ Departamento de Química da UFSCar ² Centro de Energia Nuclear na Agricultura-USP ³ Centro de Pesquisa de Pecuária do Sudeste-EMBRAPA

palavras-chave: itérbio, filamento de tungstênio, fezes de carneiro.

Filamento de tungstênio tem sido utilizado como atomizador eletrotérmico, com sucesso no Laboratório de Química Analítica do CENA para a determinação de cádmio em materiais vegetais, bário em águas, chumbo em sangue, alumínio em fluido de hemodiálise, chumbo em águas após concentração em linha.

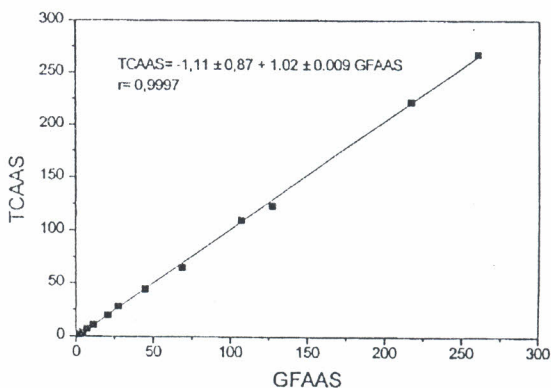
Ítérbio é largamente utilizado como marcador de fase sólida em estudos de nutrição animal. Este elemento é ministrado na dieta alimentar dos animais, e depois é determinado nas fezes ou na digesta dos mesmos. É possível estimar a taxa de passagem do alimento marcado no animal, através do coeficiente angular da curva do logaritmo natural da concentração do marcador em função do tempo. Destes valores é possível calcular a digestibilidade do alimento para o animal. Ítérbio é geralmente determinado empregando espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). Como esta técnica não é muito sensível, grandes quantidades do marcador são adicionadas à dieta alimentar dos animais, o que torna os experimentos de campo bastante dispendiosos. Utilizando-se uma técnica mais sensível, como espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica em tubo de grafite, é possível reduzir a quantidade do marcador utilizado em até cem vezes¹. O objetivo deste trabalho é a utilização de um atomizador alternativo ao tubo de grafite, para a determinação de Yb como marcador em estudos de nutrição animal.

Os experimentos foram realizados num Espectrômetro de Absorção Atômica Varian SpectrAA-40, com filamento de tungstênio (Osram 150 W) inserida numa câmara de quartzo, conectado a uma fonte de tensão de 15 V- 150 mA (Anacon Científica). As medidas foram realizadas a 398,8 nm.

O programa de aquecimento utilizado foi: secagem por 30 s a temperatura não superior a 150°C; pirólise 20 s a 1000°C; atomização 1 s a 2250°C. Utilizou-se como gás de purga uma mistura 10% H₂ + 90% Ar, para proteger o filamento de tungstênio, bem como auxiliar na etapa de atomização, como já verificado em estudos anteriores.

As amostras de fezes de carneiro sofreram decomposição em mufla, a 650°C por tempos não inferiores a 15 h. As cinzas obtidas foram tratadas com 1,0 mL ácido clorídrico concentrado e posteriormente diluídas a 100 mL com água.

Um estudo sistemático de interferências para a determinação de itérbio em matrizes biológicas, demonstrou que elementos mais voláteis, tais como sódio e potássio para massas até 10 µg não apresentaram efeito significativo na atomização de 100 pg Yb, entretanto elementos mais refratários, apresentaram supressão do sinal atômico de Yb tais como: 100 ng Ca depressão 50%; 500 ng Mg depressão 27% ; 25 ng Al depressão 19%; 25 ng Cr depressão 16%; 100 ng Si depressão 22%; 50 ng Co depressão 20%. Provavelmente, deve ocorrer a oclusão do analito na matriz destes elementos interferentes, formando óxidos mistos de baixa volatilidade, durante os processos de fase condensada. Entretanto foi possível determinar Yb com exatidão em filamento de tungstênio após a utilização de um procedimento com ajuste de matriz. Amostras de fezes não marcadas foram digeridas e nas soluções obtidas, construiu-se uma curva analítica de calibração para itérbio. Houve uma concordância muito boa da concentração de itérbio determinada por filamento de tungstênio (com ajuste de matriz) e por forno de grafite com aquecimento transversal, como pode ser observado na figura abaixo.



A utilização do filamento de tungstênio como atomizador eletrotérmico para a determinação de itérbio em matrizes biológicas é uma alternativa viável, aos estudos de nutrição animal, permitindo uma redução de dez vezes a concentração do marcador adicionada em relação aos experimentos realizados com FAAS.

Bibliografia

¹ Lima, E.C.; Krug, F.J., Nóbrega, J.A., Fernandes, E.N., J. Anal. At. Spectrom., no prelo