

ATOMIZAÇÃO ELETROTÉRMICA DE COBALTO EM ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA COM FILAMENTO DE TUNGSTÊNIO

Gisele S. Lopes (PG)¹, Eduardo F. A. Neves (PQ)¹, Pedro V. Oliveira (PG)¹, Ana Rita A. Nogueira (PQ)², Zilvanir F. Queiroz (PG)³, Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹, Francisco J. Krug (PQ)³

¹ Departamento de Química - Universidade Federal de São Carlos

² Centro de Pesquisa de Pecuária do Sudeste - EMBRAPA

³ Centro de Energia Nuclear na Agricultura - USP

palavras-chave: espectrometria de absorção atômica, filamento de tungstênio, cobalto

Em estudos referentes a nutrição animal, usualmente é necessária a determinação de cobalto. Devido a baixa concentração em vegetais e animais, os métodos disponíveis para sua quantificação são pouco sensíveis e/ou de alto custo. A alternativa que tem se mostrado viável é a atomização eletrotérmica com atomizador de filamento de tungstênio.

A partir de 1988, diversos grupos de pesquisa vem investigando a utilização de filamento de tungstênio como atomizador eletrotérmico para espectrometria de absorção atômica [1]. As principais características desse atomizador são simplicidade e baixo custo operacional. O atomizador de filamento de tungstênio requer uma fonte de tensão de baixa potência (150 W), dispensando sistemas de refrigeração. Como consequência portáteis espectrômetros de absorção atômica com atomização eletrotérmica começam a despontar como uma realidade [2,3].

A proposta do presente trabalho é estudar o comportamento eletrotérmico de cobalto em atomizador de filamento de tungstênio, visando futura aplicação em estudos de nutrição animal.

O forno com filamento de tungstênio foi adaptado a um espectrômetro de absorção atômica com chama VARIAN modelo SpectrAA-640, equipado com lâmpada de cátodo oco de cobalto, lâmpada de deutério para correção do sinal de fundo e sistema para controle e aquisição de dados. Depositaram-se manualmente 10 µL das soluções de referência (20 µg Co L⁻¹ em diferentes meios ácidos) na superfície do filamento, que foi posteriormente aquecido em três etapas (secagem, pirólise e atomização), com fonte de tensão constante (ANACOM). O gás de purga foi uma mistura de 90% v/v Argônio ou 10% v/v de hidrogênio e 100% v/v Argônio (1,0 L min⁻¹). Foram estudados: o comportamento térmico através das curvas de temperatura e tempo de pirólise de 20 µg Co L⁻¹ em 0,012 mol L⁻¹ HCl, 0,014 mol L⁻¹ de HNO₃ e HClO₄; a vazão e composição do gás de purga e interferências de até 500 mg L⁻¹ de ferro, cálcio, magnésio e manganês na atomização de 20 µg Co L⁻¹.

As curvas de pirólise e atomização de cobalto (Figura 1) apresentaram perfis semelhantes, sendo que em meio de HCl e HClO₄ esse elemento é estável termicamente até 2,30 V (910 °C), em meio de HNO₃ até 2,50 V (980 °C). A voltagem máxima de atomização adotada foi de 13,0 V (2190 °C). O estudo do tempo de pirólise mostrou que cobalto é termicamente estável em intervalo de 0 a 30 s, para temperatura de pirólise de 910 °C (2,30 V). Sódio, potássio, cálcio e magnésio são interferentes na maioria das determinações em atomizadores de filamento de tungstênio [4]. No entanto esses elementos, apresentam estabilidade térmica inferior aquela apresentada pelo cobalto, podendo ser eliminados com adequado programa de aquecimento. A vazão do gás de purga não afetou significativamente o sinal analítico, sendo fixada a vazão de 1,0 L min⁻¹ para os estudos posteriores. A presença de hidrogênio na etapa de pirólise e atomização foi indispensável, indicando que o hidrogênio esta diretamente envolvido no mecanismo de atomização do cobalto.

Testes preliminares empregando concomitantes mostraram que o ferro interfere drasticamente na atomização de 20 µg Co L⁻¹, a presença de até 10 mg L⁻¹ desse elemento suprimiu o sinal analítico.

A utilização do filamento de tungstênio como atomizador eletrotérmico na atomização de cobalto mostrou-se viável até o momento. O desenvolvimento de metodologia para aplicação desta técnica na determinação de cobalto como marcador biológico dependerá de estudos empregando modificadores químicos que permitirão a eliminação de interferências.

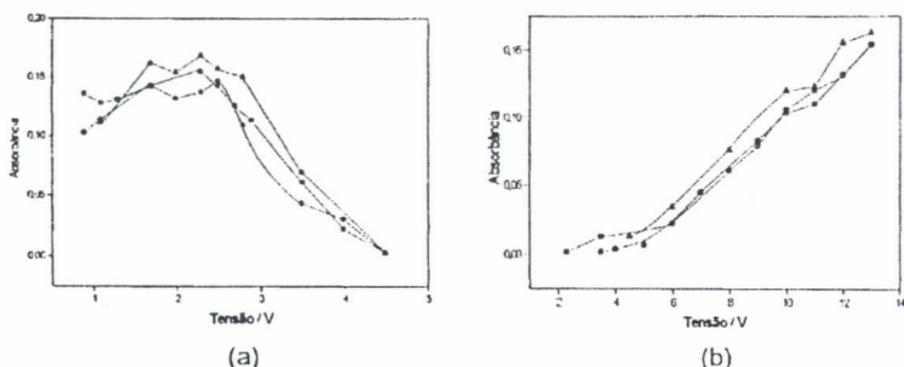


Figura 1: Curvas de pirólise (a) e de atomização (b) de 20 µg Co L⁻¹ em: (■) 0,012 mol L⁻¹ HCl, (●) 0,014 mol L⁻¹ HNO₃ e (▲) 0,014 mol L⁻¹ HClO₄.

Referências Bibliográficas

1. J. A. Nóbrega, M. M. Silva, P. V. Oliveira, N. Bacan; *Quim. Nova*, **18** (1995) 555.
2. P. J. Parsons, H. Qiao, K. M. Aldous, E. Mills e W. Slavin; *Spectrochim. Acta*, **50B** (1995) 1475.
3. C. L. Sanford, S. E. Thomas e B. T. Jones; *Applied Spectroscopy*, **50** (1996) 174.
4. F. J. Krug, M. M. Silva, P. V. Oliveira e J. A. Nóbrega; *Spectrochim. Acta*, **50B** (1995) 1469.