

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

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

<sup>1</sup> Departamento de Química - Universidade Federal de São Carlos

<sup>2</sup> Centro de Pesquisa de Pecuária do Sudeste - EMBRAPA

<sup>3</sup> 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 catodo oco de cobalto, lâmpada de deutério para correção do sinal de fundo e sistema para controle e aquisição de dados. Depositaram-se manualmente 10  $\mu\text{L}$  das soluções de referência (20  $\mu\text{g Co L}^{-1}$  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  $\text{L min}^{-1}$ ). Foram estudados: o comportamento térmico através das curvas de temperatura e tempo de pirólise de 20  $\mu\text{g Co L}^{-1}$  em 0,012 mol  $\text{L}^{-1}$  HCl, 0,014 mol  $\text{L}^{-1}$  de  $\text{HNO}_3$  e  $\text{HClO}_4$ ; a vazão e composição do gás de purga e interferências de até 500  $\text{mg L}^{-1}$  de ferro, cálcio, magnésio e manganês na atomização de 20  $\mu\text{g Co L}^{-1}$ .

As curvas de pirólise e atomização de cobalto (Figura 1) apresentaram perfis semelhantes, sendo que em meio de HCl e  $\text{HClO}_4$  esse elemento é estável termicamente até 2,30 V (910 °C), em meio de  $\text{HNO}_3$  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  $\text{L min}^{-1}$  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  $\mu\text{g Co L}^{-1}$ , a presença de até 10  $\text{mg L}^{-1}$  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.

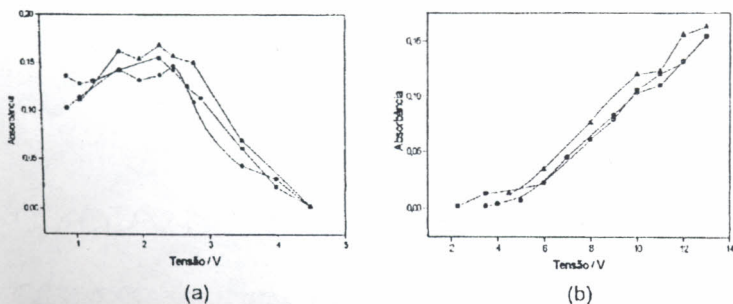


Figura 1: Curvas de pirólise (a) e de atomização (b) de 20  $\mu\text{g Co L}^{-1}$  em: (■) 0,012 mol  $\text{L}^{-1}$  HCl, (●) 0,014 mol  $\text{L}^{-1}$   $\text{HNO}_3$  e (∧) 0,014 mol  $\text{L}^{-1}$   $\text{HClO}_4$ .