

Efeitos de Na, K, Ca e Mg na determinação de Al por espectrometria de absorção atômica com filamento de tungstênio

Quienly Godoi¹ (PG)*, Paulo dos Santos Roldan² (PG), Flávio de Oliveira Leme¹ (PG), Iolanda Aparecida Rufini² (TC), Francisco José Krug² (PQ). *qgodoi@yahoo.com.br

1 - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, CP 369, CEP 13560-970 São Carlos –SP

2 - Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, CP 96, CEP 13400-970 Piracicaba – SP

Palavras Chave: Filamento de tungstênio, interferências, WCAAS, Al

Introdução

Filamentos de tungstênio de dupla camada têm sido avaliados como atomizadores eletrotérmicos em espectrometria de absorção atômica para determinação de diversos elementos. Os filamentos apresentam taxa de aquecimento de até 10 K ms⁻¹ com fonte de aquecimento de apenas 150 W, gerando sinais transientes de 200-400 ms. Como a massa do filamento é da ordem de 100 mg e o calor específico do W é baixo, o sistema de atomização dispensa uma unidade de refrigeração, tornando-o muito simples e relativamente portátil. Um filamento de tungstênio custa cerca de R\$ 7,00 e permite acima de 500 determinações. Os limites de detecção são da ordem de µg l⁻¹, injetando-se 10 µl de amostra.

Este trabalho teve por objetivo avaliar os efeitos causados pela presença de Na, K, Ca, Mg e a misturas desses elementos na atomização do alumínio por WCAAS.

Resultados e Discussão

Para avaliar o efeito dos concomitantes na atomização do Al, utilizaram-se as seguintes condições operacionais:

Parâmetros	Condição
Comprimento de onda	309,3 nm
Corrente da lâmpada	10 mA
Temperatura de atomização	2860 oC
Temperatura de pirólise	1630 oC
Volume injetado	20 µl

Medidas de absorbância em quadruplicata (altura de pico) foram feitas em alturas de observação de 0,0 a 2,0 mm e variou-se o gás de proteção: 90 % Ar + 10 % H₂, 80 % Ar + 20 % H₂ e 65 % Ar + 35 % H₂.

A Figura 1 mostra os efeitos dos concomitantes para as alturas de observação entre 0,0 a 2,0 mm e gás de proteção 90%Ar + 10%H₂. Na e K apresentaram comportamento semelhante para as três composições do gás de proteção. Para Ca, Mg e a mistura, as interferências foram mais severas.

A existência de um gradiente de 600-700°C a 2mm acima da superfície do filamento não afetou significativamente os efeitos dos concomitantes. As interferências causadas por Ca e Mg ocorrem predominantemente na fase condensada devido à formação de compostos refratários formados por misturas de óxidos do analito e concomitantes¹⁻².

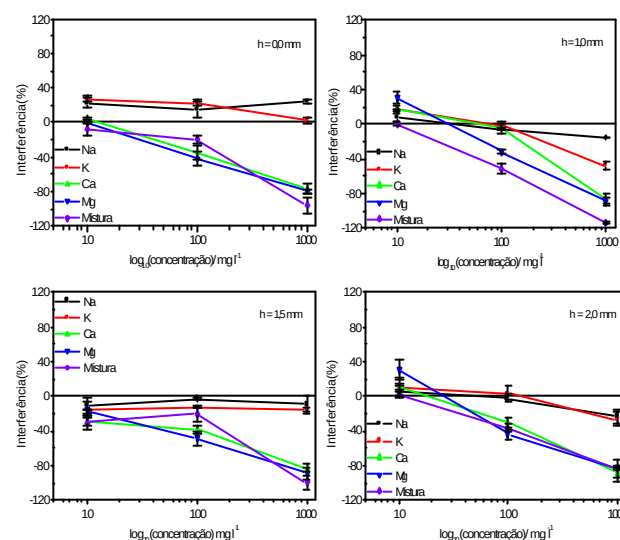


Figura 1. Efeitos de Na, K, Ca, Mg e a mistura desses interferentes na atomização de 100 µg l⁻¹ Al em 0,1 % v/v HNO₃ com filamento de tungstênio em diferentes alturas de observação.

Conclusões

O aumento do teor de hidrogênio na composição do gás de proteção/atomização, não promoveu melhora significativa na ação dos concomitantes sobre a atomização do analito, uma vez que os processos ocorrem na fase condensada. A atomização de Al pode ser feita na presença de altas concentrações de Na e K. Recomenda-se que o feixe de radiação intercepte o filamento (0,0 mm) e se utiliza mistura 90%Ar + 10%H₂.

Agradecimentos

IQSC/USP, CENA/USP, CNPq Proc.306352/2003-6

¹ Queiroz, Z. F.; Krug, F. J.; Oliveira, P. V.; Silva M. M. e Nóbrega, J. A. Spectrochimica Acta Part B, **2002**, 57, 49.

² Roldan, P. S., Krug, F.J., Nóbrega, J. A. Analytica, **2006**, 25, 58.

