Análise direta de amostras geológicas para determinação de itérbio empregando HR-CS AAS em forno de grafite

Fabiola Vignola (IC)^{1*}, Daniel L. G. Borges (PG)¹, Bernhard Welz (PQ)¹,
Adilson J. Curtius (PQ)¹e Uwe Heitmann (PQ)²

* fabivignola@yahoo.com.br

1. Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Campus Trindade, 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil

2. ISAS – Institute for Analytical Sciences, Department of Interface Spectroscopy, Albert Einstein Str. 9, 12489, Berlin, Alemanha

Palavras Chave: HR-CS AAS, Análise de sólidos, Itérbio.

Introdução

A análise direta de sólidos (SS) constitui uma importante ferramenta analítica, proporcionando obtenção rápida de resultados e alto poder de detecção, entre outras características. Entretanto, uma das maiores limitações do uso de SS reside no fato de grandes quantidades de matriz serem introduzidas no atomizador, aumentando o sinal de fundo e o risco de interferências espectrais. Assim, a espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS AAS) torna-se uma técnica atrativa para o desenvolvimento de métodos analíticos com SS, especialmente devido ao fato de possuir um incomparável sistema de correção de fundo, capaz de corrigir automaticamente para eventos contínuos, permitindo a separação temporal e/ou espacial entre fundo e sinal atômico pela capacidade de processamento de dados pós-leitura e a correção de fundo estruturado com uso de um algoritmo de mínimos quadrados. A importância da determinação de Yb advém do interesse econômico proveniente de suas aplicações industriais, especialmente na metalurgia e no desenvolvimento de semicondutores. Por ser usualmente encontrado em níveis traço, requer uso de técnicas analíticas sensíveis para determinação. Assim, propõe-se um método para determinação de Yb em amostras geológicas com análise direta de sólidos e detecção por HR-CS AAS, utilizando a linha principal 398,799 nm.

Resultados e Discussão

Todas as medidas foram realizadas em um protótipo de HR-CS AAS, construído no ISAS (Berlim, Alemanha), com base no modelo comercial Vario 6 AAS (Analytik Jena AG, Alemanha). As amostras foram moídas e massas variando de 0,05 a 0,3 mg foram pesadas sobre plataformas de grafite pirolítico e inseridas diretamente no forno de grafite. A temperatura de atomização foi otimizada em 2500 °C. Com o intuito de aumentar a eficiência de

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

atomização, testes foram efetuados recobrando a plataforma SS com W (300 µg) e adicionando NaF (20 µg) em solução sobre a plataforma; entretanto, não foi detectada nenhuma melhora significativa na sensibilidade, de modo que os experimentos posteriores foram conduzidos sem uso de modificadores químicos. Devido à elevada capacidade de correção para eventos espectrais contínuos em HR-CS AAS, a etapa de pirólise pôde ser eliminada do programa de temperaturas, uma vez que o fundo proveniente do espalhamento de radiação por partículas foi completamente corrigido pelo sistema. Assim, uma elevada frequência analítica pôde ser obtida, como consequência do uso de um programa de temperaturas de apenas 25 s. O efeito de matriz pouco pronunciado permitiu a calibração com padrões aquosos. Seis materiais de referência certificados, incluindo solo, sedimento, carvão e rochas foram analisados, e boa concordância entre os valores determinados e os certificados foi obtida a um nível estatístico de 95%. Um limite de detecção de 0,008 µg g⁻¹ foi obtido, indicando a boa sensibilidade do método proposto.

Conclusões

O procedimento mostrou-se rápido, sensível e confiável para a determinação de Yb por HR-CS AAS em forno de grafite e análise direta de sólidos. O método proposto apresentou baixo limite de detecção, bem como valores concordantes com os valores certificados para as amostras geológicas analisadas. Foi possível o uso de calibração com padrões aquosos para a análise das amostras, sem problemas de interferências.

Agradecimentos

CNPq, PIBIC-UFSC, FAPESB, Analytik Jena

¹ M.G.R. Vale, N. Oleszczuk, W.N.L. Santos, Applied Spectroscopy Reviews, 41 (2006) 377- 400.

² Borges, D.L.G.; Curtius, A.J.; Welz, B.; Heitmann, U. Analytica, 18 (2005) 58-67.