

## Uso de tubo de quartzo em espectrometria de absorção atômica com chama visando expansão de sensibilidade analítica.

Michelle C. Ignacio\*<sup>1</sup>, Daniela Schiavo<sup>2</sup>, Lucimar L. Fialho<sup>3</sup>, Mariana O. Garcia<sup>4</sup>, Joaquim A. Nóbrega<sup>5</sup>

1. Bolsista PIBIC-CNPq, Grupo de Análise Instrumental Aplicada – GAIA, Departamento de Química, UFSCar, São Carlos/SP; \*mihignacio@gmail.com

2. Agilent Technologies Brasil, Barueri, SP, Brasil

3. Co-orientadora, Grupo de Análise Instrumental Aplicada – GAIA, Departamentode Química, UFScar, São Carlos/SP

4. Analítica, São Paulo, SP, Brasil

5. Orientador, Grupo de Análise Instrumental Aplicada – GAIA, Departamento de Química, UFScar, São Carlos/SP

Palavras Chave: FAAS, tubo de quartzo, sensibilidade.

### Introdução

Apesar de apresentar vários atrativos em relação a outras técnicas, a espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) possui algumas limitações, tais como, a ineficiência da nebulização, o curto tempo de residência dos átomos livres na zona de observação e a diluição da nuvem atômica nos gases da chama, o que implica em uma diminuição significativa da sensibilidade analítica. Este trabalho baseia-se no uso de tubo de quartzo acoplado sobre o queimador de um espectrômetro de absorção atômica com chama (FF-AAS) visando aumentar o sinal do analito. Esse dispositivo minimiza a diluição da nuvem atômica na chama, concentrando os átomos na zona de observação. O objetivo do estudo é verificar se existe, de fato, ganho de sensibilidade e se esse aumento de sensibilidade é significativo para aplicações analíticas. Os elementos químicos estudados são Cd, Cr, Cu, Mo, Ni e Pb.

### Resultados e Discussão

Foram preparadas soluções de calibração em diferentes meios ácidos para cada analito e foram feitos estudos individuais, analisando o ganho de sensibilidade com o uso do tubo de quartzo. Após estudo individual, foi realizado um estudo de interferentes, com soluções analíticas multi-elementares, contendo os analitos que obtiveram resposta adequada no estudo individual. Cadmio, Cu Ni e Pb obtiveram ganhos de sensibilidade de 60 até 130%. Crômio obteve ganho de sensibilidade de 20% apenas em meio 5% v/v HCl. Não foi possível obter sinal para Mo, visto que a composição da chama utilizada para todos analitos foi ar/acetileno. Os melhores resultados foram obtidos utilizando concentrações de 5% v/v HNO<sub>3</sub> ou 5% v/v HCl. Foram observados melhores LODs e LOQs com o uso do tubo de quartzo.



Figura 1. Tubo de quartzo acoplado sobre o queimador do espectrômetro de absorção atômica por chama.

Tabela 1. Ganho percentual de sensibilidade do FF-AAS em relação ao FAAS convencional.

	HNO <sub>3</sub> 1%	HCl 1%	HNO <sub>3</sub> 5%	HCl 5%
Cd	88.4	140.4	95.2	132.4
Cu	55.6	93.7	62.0	87.6
Cr	7.4	12.4	-0.7	20.6
Ni	37.5	69.4	41.4	65.2
Pb	92.1	102.2	70.9	114.1

Tabela 2. Limites de quantificação em mg.L<sup>-1</sup>

	HNO <sub>3</sub> 1%		HCl 1%		HNO <sub>3</sub> 5%		HCl 5%	
	FF-AAS	FAAS	FF-AAS	FAAS	FF-AAS	FAAS	FF-AAS	FAAS
Cd	0.015	0.022	0.005	0.342	0.004	0.019	0.009	0.028
Cu	0.16	0.14	0.07	0.10	0.18	0.19	0.07	0.08
Cr	0.32	0.43	0.63	0.22	0.28	0.57	0.20	0.22
Ni	0.28	0.46	0.23	0.41	0.17	0.62	0.12	0.41
Pb	0.69	1.53	0.72	2.37	0.24	2.27	0.27	1.51

### Conclusões

O uso do FF-AAS proporcionou aumento de sensibilidade para os elementos estudados, exceto Mo.

Todos os elementos obtiveram menores limites de detecção e quantificação quando determinados por FF-AAS, exceto o elemento Cr.

A próxima etapa do trabalho investigará a aplicação desse método para determinação de contaminantes em medicamentos de acordo com as normas USP 232 e USP 233.

### Agradecimentos

PIBIC-CNPq UFSCar, Pró-Reitoria de Pesquisa, Grupo de Análise Instrumental Aplicada –GAIA, DQ, UFSCar.