

Desenvolvimento de método de extração em ponto nuvem para determinação de bismuto em amostras de ligas de níquel por GF AAS

Natália Tostes Canevari¹ (PG)*, Márcia A. M. S. da Veiga¹ (PQ), nataliacanevari@usp.br

¹ Departamento de Química – FFCLRP – Universidade de São Paulo (USP)

Palavras Chave: extração em ponto nuvem, bismuto, liga de níquel, GF AAS

Introdução

A produção e o comércio mundial de metais e ligas metálicas são componentes críticos da infraestrutura industrial moderna, e os avanços nos processos de fabricação da indústria metalúrgica foram responsáveis pelo desenvolvimento das ligas de níquel. Esses materiais são empregados em circunstâncias que exigem maior resistência em altas temperaturas, por exemplo, em centrais nucleares, instalações petroquímicas e indústrias de navegação¹. As propriedades mecânicas e magnéticas das ligas de níquel podem ser negativamente afetadas pela presença de elementos traço como As, Bi, Pb e Se, quando suas concentrações estão acima dos limites de especificação permitidos². Considerando a alta complexidade da liga de níquel, o emprego de métodos de separação de matriz é de grande importância, para garantir uma determinação exata e precisa, e minimizar possíveis interferências. Dentre os métodos existentes está a extração em ponto nuvem, baseada na formação de micelas e subsequente separação de fases, caracterizada pela simplicidade, versatilidade e segurança operacional³. Dessa maneira, nesse trabalho foi desenvolvido um método para determinação de Bi em ligas de níquel por GF AAS, após separação de matriz com emprego da extração em ponto nuvem.

Resultados e Discussão

O método proposto baseou-se na extração de um complexo hidrofóbico formado entre Bi e o agente complexante dietilditiofosfato de amônio (DDTP), na presença do surfactante não iônico Triton X-114. As determinações de Bi foram realizadas no espectrômetro de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (ContrAA 700, Analytik Jena AG), com atomização eletrotérmica. A otimização das variáveis experimentais foi feita com solução padrão de Bi 20 µg L⁻¹ em triplicata para cada ponto de uma dada variável. Na Tabela 1 são mostradas as melhores condições obtidas para as variáveis estudadas.

Tabela 1. Otimização do método de extração em ponto nuvem para solução de Bi 20 µg L⁻¹

Variável	Melhor condição
Meio para complexação	HCl
DDTP (% m v ⁻¹)	1,5
HCl (mol L ⁻¹)	0,1 (pH = 1)
Triton X-114 (% m v ⁻¹)	0,025
Tipo de diluente	Metanol em HNO ₃
Tempo de complexação (min)	40

Na Tabela 2 são apresentadas as figuras de mérito para avaliação do desempenho analítico do método:

Tabela 2. Figuras de mérito do método de extração em ponto nuvem para Bi

Figura de mérito	Bismuto
Limite de detecção (µg L ⁻¹)	0,13
Limite de quantificação (µg L ⁻¹)	0,44
Coeficiente de correlação	0,995
Desvio padrão relativo (%) ^a	1,5
Fator de enriquecimento	17
Faixa linear (µg L ⁻¹)	2,5 - 20

a: n = 5 (Bi 20 µg L⁻¹)

O procedimento foi aplicado para solução padrão de Bi 10 µg L⁻¹ (n = 3) e o valor obtido foi concordante com o adicionado. Posteriormente, o método será aplicado para amostras de ligas de níquel.

Conclusões

O método de extração em ponto nuvem permitiu a determinação de Bi através de um procedimento de boa sensibilidade, precisão, viável do ponto de vista econômico e com menor geração de resíduos.

Agradecimentos

FAPESP (Processo 2012/13230-1) e CNPq.

¹Ashino, T. e Takada, K. *Anal. Chim. Acta.* **1995**, 312, 157.

²Shekhar, R.; Arunachalam, N.; Das, N. e Murthy, A.M.S. *At. Spectrosc.* **2005**, 26(5), 191.

³Bezerra, M.A.; Arruda, M.A.Z. e Ferreira, S.L.C. *Appl. Spectrosc. Rev.* **2005**, 40, 269.