

Estudo comparativo de diferentes tempos de extração em ácido nítrico na determinação de elementos traço em carvão por ICP OES

Suzana F. Ferrarini¹ (PG)*, Denise Santos de Souza¹ (IC), Sandra Maria Maia¹ (PQ), Dirce Pozebon¹ (PQ), *suzanaf@iq.ufrgs.br

¹Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 91501-970, Porto Alegre, RS.

Palavras Chave: carvão, elementos traço, ICP OES.

Introdução

O aumento crescente na demanda pelo monitoramento e controle de elementos traço presentes no carvão está relacionado à sua importância ambiental e, conseqüentemente, à sua relação com a saúde humana e animal. O uso de carvão na geração de energia elétrica, na indústria e na produção de líquidos combustíveis requer o consumo de muitas toneladas de carvão, resultando na produção de grandes quantidades de cinzas. Devido a este problema, existe um interesse considerável na determinação da composição elementar dos carvões e cinzas¹. Carvão é uma mistura complexa de matéria orgânica e mineral as quais estão associadas a muitos elementos traço. Deste modo, a decomposição completa de ambos os materiais é, normalmente, um pré-requisito para uma determinação quantitativa. Os métodos de decomposição baseiam-se, principalmente, nas digestões ácidas² e fusões alcalinas. Neste trabalho foi feito um estudo comparativo de diferentes tempos de extração em ácido nítrico para a determinação de As, Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Se, V e Zn em carvão, sem digestão prévia das amostras, por espectrometria de emissão ótica com fonte de plasma indutivamente acoplado (ICP-OES). O equipamento utilizado foi um Optima™ 2000 DV da PerkinElmer e um homogeneizador/disruptor da UNIQUE foi empregado para a homogeneização das suspensões. As amostras (0,15 - 0,2 g) foram extraídas em HNO₃ concentrado durante 45 minutos e por um tempo maior do que 15 horas, respectivamente, avolumadas com água desionizada e as suspensões resultantes foram homogeneizadas por uma sonda ultrasônica. Após, o volume foi completado para 30,00 ml (concentração ácida final 15 % v/v). A separação do resíduo sólido foi feita por centrifugação (3000 rpm, 32 min) e as medidas foram feitas no sobrenadante. As linhas espectrais monitoradas foram: As (188,979 nm), Cd (228,802 nm), Co (228,616 nm), Cu (327,393 nm), Mn (257,610 nm), Ni (231,604 nm), Pb (220,353 nm), Se (196,026 nm), V (292,464 nm) e Zn (213,857 nm).

Resultados e Discussão

Parâmetros instrumentais como potência, vazão do gás nebulizador e auxiliar foram otimizados na amostra certificada SARM 20. Uma potência de

1400 W, vazão do gás nebulizador de 0,6 L min⁻¹ (As e Pb), 0,7 L min⁻¹ (Co, Mn, Ni, V e Zn), 0,8 L min⁻¹ (Cd, Cu e Se) e vazão do gás auxiliar de 0,2 L min⁻¹, para todos os elementos, foram escolhidos para as medidas posteriores. A potência da sonda e tempo de sonicação foram otimizados na amostra SARM 19 extraída em HNO₃ durante 45 min. Uma potência de 70 W e tempo de sonicação de 60 s foram utilizados para a homogeneização das suspensões. Os resultados mostraram que para a amostra SARM 20, extraída em HNO₃ durante 45 min, os valores obtidos ficaram dentro do intervalo de confiança dos certificados somente para os elementos As, Pb e Zn. Nesta amostra os elementos Cd, Se, e V não foram determinados. Já para a amostra SARM 19 (45 min), os resultados obtidos ficaram abaixo dos valores certificados para todos os elementos. Para um tempo de extração maior do que 15 h, os valores obtidos foram concordantes com os valores certificados, para a maioria dos elementos investigados, com exceção do Mn e Ni, na amostra SARM 20 e do V, na amostra SARM 19. Os resultados preliminares demonstraram que um tempo de extração maior do que 15 h proporcionou uma extração quantitativa para a maioria dos elementos, nas amostras investigadas.

Conclusões

A análise dos resultados mostrou que um tempo de extração em HNO₃ por 45 min não é suficiente para a extração dos elementos estudados, sendo necessário um tempo maior do que 15 h para a extração quantitativa dos mesmos, nas amostras investigadas. Os resultados não satisfatórios obtidos para Mn, Ni e V sugerem que uma mistura de ácidos poderia ser utilizada para favorecer a extração.

Agradecimentos

CAPES, CNPq.

¹Pougnet, M. A. B.; Haraldsen, L. C. S. *Afr. J. Chem.* **1992**, 45, 50.

² Wang, J.; Nakazato, T.; Sakanishi, K.; Yamada, O.; Tao, H.; Saito, I. *Anal. Chem. Acta.* **2004** , 514, 124