

Determinação direta de prata em rochas e minérios por espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua

Ingrid Maria Dittert (IC)^{1*}, Daniel L. Gallindo Borges (PG)¹, Bernhard Welz (PQ)¹, Adilson José Curtius (PQ)¹ e Uwe Heitmann (PQ)² *ingrid@qmc.ufsc.br

1. Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900, Florianópolis – SC

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

Palavras Chave: prata, HR-CS AAS, materiais geológicos

Introdução

A prata é um dos elementos de menor abundância, constituindo apenas cerca de 10⁻⁶% da crosta terrestre. Entretanto, trata-se de um metal nobre, de grande interesse econômico e uso significativo. Por ser encontrada usualmente em níveis traço, a determinação de prata requer o uso de técnicas de amostragem e análise altamente sensíveis. Neste sentido, a análise direta de amostras sólidas apresenta uma série de vantagens, como a rápida obtenção de resultados e a elevada sensibilidade devida à ausência de diluição. A espectrometria de absorção atômica de alta resolução com fonte contínua (HR-CS AAS), por sua vez, constitui uma redefinição da técnica de AAS tradicionalmente conhecida, permitindo, entre outros, a avaliação de todo o ambiente espectral na vizinhança da linha analítica e possuindo um sistema incomparável de correção de fundo. Neste trabalho, a amostragem direta de sólidos, aliada à HR-CS AAS, foi utilizada para a determinação de prata em rochas e minérios.

Resultados e Discussão

A análise teve início com a moagem das amostras em gral de ágata, seguida de passagem por malha de poliéster para diâmetro de partícula $\leq 50 \mu\text{m}$. Alíquotas contendo entre 0,1 e 1 mg de amostra foram então pesadas diretamente sobre a plataforma SS de grafite pirolítico, e inseridas no tubo de grafite com o acessório SSA-5. Tubos de grafite aquecidos transversalmente foram utilizados. O HR-CS AAS é um protótipo baseado no modelo AAS 6 Vario (Analytik Jena), conforme descrito anteriormente.¹ Seis amostras certificadas de referência de rochas e minérios foram utilizadas. A otimização teve início com a confecção de curvas de temperatura de pirólise sem uso de modificadores. Constatou-se que temperaturas máximas de pirólise de 800 °C para soluções aquosas e 900 °C para as amostras sólidas poderiam ser utilizadas, demonstrando que a matriz das amostras auxilia na estabilização térmica do 29ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

analito. O perfil da curva de atomização, entretanto, foi significativamente distinto para amostras e soluções aquosas, sendo que as amostras requereram uso de temperatura de atomização superior a 2000 °C. Com isto, a calibração com padrões aquosos resultou em valores de concentração não-concordantes com os valores de referência. A calibração foi, então, conduzida utilizando uma amostra de referência de peridotita (WPR-1), utilizando duas temperaturas de atomização (2100 °C e 2300 °C), com boa concordância entre os resultados obtidos e os valores de referência a um nível estatístico de confiança de 95%. Observou-se, ainda, a presença de fundo estruturado acompanhando o sinal atômico, certamente proveniente do espectro de excitação eletrônica de moléculas diatômicas com estrutura rotacional fina. Estas moléculas puderam ser sinteticamente geradas a partir de uma solução de (NH₄)₂SO₄ após inserção de Al₂O₃ em suspensão no tubo de grafite, caracterizando a presença de uma molécula contendo enxofre, possivelmente SH. Todavia, limites de integração puderam ser definidos de maneira a minimizar ou eliminar efeitos de interferência por sobreposição espectral. Foi obtido o limite de detecção de 0,8 ng g⁻¹, demonstrando a elevada sensibilidade do método.

Conclusões

O procedimento mostrou-se sensível, rápido e confiável, conforme demonstrado. A HR-CS AAS permitiu a identificação de fundo estruturado, mas devido ao eficiente sistema de correção de fundo e processamento de dados pós-leitura, a determinação foi efetuada sem interferências, com calibração contra um padrão sólido. O procedimento certamente é extensível à determinação de outros elementos em outros materiais.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e à Analytik Jena AG.

¹ Heitmann, U.; Schütz, M.; Becker-Ross, H.; Florek, S.;
Spectrochim. Acta Part B **1996**, 51, 1095.