

Avaliação do efeito de ácidos minerais e interferentes na determinação de platina empregando um ICP OES com configuração axial

Neyla Margarida Lopo de Araújo¹ (PQ)*, Sérgio Luis Costa Ferreira¹ (PQ), Maria das Graças Andrade Korn¹ (PQ) *nmla@ufba.br

1. NQA-PRONEX-GPQA, Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus de Ondina, 40170-280, Salvador - BA

Palavras Chave: Platina, ICP OES, ácidos minerais

Introdução

A espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES) tem sido empregada para a determinação de platina. Entretanto, os ácidos inorgânicos, que são normalmente usados para dissolução de amostras, tipo rochas e catalisadores, quando submetidos a nebulização pneumática podem causar interferências que podem ser classificadas em dois grupos: efeitos físicos e os processos que ocorrem no plasma. Os efeitos físicos são provenientes das propriedades que os ácidos conferem à solução. Este tipo de interferência pode levar à redução na vazão de aspiração da amostra, quando a aspiração é feita sem bomba peristáltica; mudança no tamanho da gota do aerossol, modificando sua distribuição; modificação na massa da solução transportada ao plasma e a diferenças na concentração do elemento como função do tamanho da gota (perda de sensibilidade). Além disso, mudanças na viscosidade e tensão superficial dos ácidos, levam a mudança na aspiração e nebulização, enquanto a densidade e volatilidade afetam o transporte do aerossol através da câmara de nebulização¹. Estes efeitos de matriz são mais acentuados quando se utiliza ICP OES com configuração axial.

Neste trabalho foram estudadas cinco linhas espectrais de platina, em diferentes ácidos, de forma a investigar o efeito de nebulização e transporte até o plasma e comparar diferentes linhas de emissão em termos de interferência espectral, efeito de matriz e sensibilidade, visando determinação de platina em baixas concentrações em amostras de rochas e catalisadores empregando ICP OES com visão axial.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foi utilizado um ICP OES Vista PRO (Varian, Mullgrave, Austrália) com visão axial e detector de estado sólido, com o sistema de introdução de amostra nebulizador concêntrico-câmara ciclônica. As variáveis investigadas foram tipos de ácidos (CH₃COOH, HCl, HNO₃, H₂SO₄ e H₃PO₄), concentrações dos ácidos (0,50; 1,0; 2,0 mol/L), linhas de emissão (Pt II 214,423 nm, Pt II 29^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

203,646 nm, Pt II 204,937 nm, Pt II 193,917 e Pt I 265,945 nm) e os interferentes Fe (1:5000), Cu (1:400), Ni (1:1000), Al (1:1000), Ti (1:160), Mn (1:160), Mg (1:1600), Ca (1:1600), P (1:50), V (1:40) e Cr (1:1000), nas proporções esperadas em amostras de rochas e catalisadores. Os resultados foram avaliados através de: razão sinal/radiação de fundo (SBR), intensidade líquida (*I*_{liq}) e concentração equivalente à radiação de fundo (BEC).

Os resultados indicam que o comportamento do sinal de intensidade da platina depende da concentração e do tipo de ácido, para todas as linhas estudadas. Considerando os valores calculados para SBR (1528), *I*_{liq} (50654), BEC (6,5 µg L⁻¹) e inclinação da curva analítica (5079), o melhor desempenho foi obtido para a linha de emissão Pt II 214,423 nm em meio de ácido acético 2 mol L⁻¹. Este comportamento pode ser explicado pela geração de um aerossol mais fino e homogêneo, devido a menor tensão superficial da solução contendo ácido acético, propiciando, assim, um transporte de massa mais eficiente para o plasma, com o conseqüente aumento na população das espécies ionizadas e excitadas. Entretanto, nesta linha foi observada interferência por sobreposição espectral de Fe e Cr, e diminuição acentuada nos valores de SBR na presença de Al (77%), Mg (75%), Ca (65%), Mn (60%), P (45%), Cu (62%) e Ni (70%). Para todas as linhas foi observada interferência significativa da maioria dos elementos maiores nos valores de SBR.

Conclusões

Os resultados obtidos neste estudo indicaram que para a determinação de baixas concentrações de platina em matrizes complexas, com precisão e exatidão aceitáveis, se faz necessário que sejam utilizados procedimentos de separação dos interferentes da matriz. Além disso, a curva analítica deve ser preparada com concentrações ácidas similares a da amostra resultante da digestão..

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB, PRONEX

¹ Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.

² Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.