

Análise de Aço Inoxidável por Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente com Configuração Axial

Lilian C. Trevizan (PQ)¹, Telma B. Matias (PG)², Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹.

E-mail: lilian@conectcor.com.br

1. Grupo de Análise Instrumental Aplicada (GAIA), Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP.

2. Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais, UFSCar-UNESP, São Carlos, SP.

Palavras Chave: ICP OES, configuração axial, efeitos de matriz, aço.

Introdução

O conhecimento da composição química do aço é importante para a determinação de impurezas e classificação. A presença de elementos majoritários pode causar interferências nas determinações por espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES).

O objetivo deste trabalho é avaliar a viabilidade da análise de amostra de aço inoxidável por ICP OES com configuração axial utilizando diversas estratégias de calibração instrumental. Dessa forma, pretende-se questionar a visão geral de que equipamentos com configuração axial têm aplicação somente para amostras com menor complexidade.

Resultados e Discussão

Uma massa de 500 mg de material de referência certificado de aço inoxidável 316 (IPT 24A) foi pesada em triplicata e digerida em banho de areia com 6 mL de água régia. A solução resultante foi diluída com água destilada até um volume de 50 mL. Para análise, a solução foi ainda diluída 10 vezes.

Quatro estratégias de calibração foram avaliadas. A calibração em meio de água régia 1,2 % v v⁻¹ (Calibração I) foi utilizada por proporcionar um procedimento mais rápido de análise. A compatibilização de matriz foi efetuada nas Calibrações II e III, que consistiram em água régia + Fe e água régia + Fe + Cr + Ni, respectivamente. As concentrações dos elementos majoritários (Fe, Cr e Ni) nas soluções de referência foram similares aos teores na amostra. O método das adições de padrão foi utilizado na Calibração IV para comparação.

A Tabela 1 apresenta as recuperações obtidas para as diversas estratégias de calibração avaliadas. Observam-se desvios de recuperação menores que 10 % para a maioria dos elementos determinados, principalmente quando a calibração foi realizada em meio ácido sem a compatibilização da matriz. É importante ressaltar que foi utilizada condição robusta de operação do ICP OES para o sistema nebulizador com ranhura em V e câmara Sturman-Masters (1,3 kW de potência aplicada e 0,9 L min⁻¹ de vazão do gás de nebulização).

Tabela 1. Recuperação de Cr, Cu, Mn, Mo, Ni e Si em aço inoxidável.

Elemento / Comp. onda (nm)*	Recuperação (%)			
	Calib. I**	Calib. II**	Calib. III**	Calib. IV**
Cr I 205,560	106 ± 2	110 ± 2	-	-
Cr I 276,653	103 ± 2	108 ± 2	-	-
Cu I 223,009	92 ± 1	95 ± 1	99 ± 1	104
Cu II 224,700	98 ± 1	91 ± 1	97 ± 1	107
Mn II 260,568	99 ± 6	99 ± 1	105 ± 1	125
Mn II 294,921	95 ± 9	93 ± 1	100 ± 1	114
Mo II 202,032	98 ± 6	96 ± 1	105 ± 1	116
Mo II 281,615	95 ± 8	93 ± 1	102 ± 1	111
Ni II 216,555	100 ± 1	105 ± 1	-	-
Ni II 221,648	103 ± 1	107 ± 2	-	-
Si I 250,690	94 ± 1	94 ± 1	92 ± 1	95
Si I 251,611	92 ± 1	90 ± 1	92 ± 1	95

* I: linha atômica; II: linha iônica. ** Calibração I: meio de água régia 1,2 % v v⁻¹; Calibração II: meio de água régia 1,2 % v v⁻¹ + Fe; Calibração III: meio de água régia 1,2 % v v⁻¹ + Fe + Cr + Ni; Calibração IV: método das adições de padrão

Conclusões

O uso de condição robusta de operação possibilitou a análise de aço inoxidável por ICP OES com configuração axial utilizando soluções de referência preparadas no mesmo meio ácido, porém isentas dos elementos maiores. A determinação de dos elementos pode ser realizada em uma mesma diluição, independentemente da concentração. Não ocorreram severos efeitos de matriz. A compatibilização da matriz e o método das adições de padrão não foram necessários. O senso comum sobre severas interferências espectrais em sistemas axiais deve ser criticamente avaliado em aplicações específicas. Além disso, é fundamental que as condições de operação do ICP OES sejam cuidadosamente ajustadas.

Agradecimentos

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

Os autores são gratos ao apoio financeiro das agências CNPq, CAPES e FAPESP.