

Determinação de Al, Fe, Mn, Sr e Zn em elastômeros por ICP OES após combustão iniciada por microondas em sistema fechado

Diogo P. Moraes (PG), Márcia F. Mesko (PG), Paola A. Mello (PG), Liange O. Diehl (IC), José Neri G. Paniz (PQ), Valderi L. Dressler (PQ), Érico M. M. Flores (PQ)* (flores@quimica.ufsm.br)

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS

Palavras Chave: elastômeros, microondas, combustão, determinação de metais, ICP OES.

Introdução

Elastômeros constituem uma classe importante de materiais poliméricos, principalmente, devido as suas propriedades especiais como: elevada resistência mecânica, térmica e elástica, que podem ser melhoradas com adição de elementos inorgânicos durante o processo de fabricação. Desta forma, o controle de elementos inorgânicos em elastômeros é de grande importância, principalmente, para a obtenção de propriedades específicas. Atualmente, os sistemas fechados assistidos por microondas têm sido amplamente utilizados devido, principalmente, à eficiência de decomposição e segurança do operador. Porém, os elastômeros, geralmente, apresentam dificuldades de decomposição utilizando ácidos concentrados, mesmo em condições drásticas (pressão de 80 bar e temperatura de 220 °C). A decomposição destes materiais pode ser feita através do uso de técnicas de combustão em sistema aberto, segundo a norma ASTM 4004-06¹ para a determinação de Cu, Mn, Pb e Zn por espectrometria de absorção atômica com chama (F AAS). No entanto, o preparo para este tipo de amostra não acompanhou as novas tendências (minimização de erros devido a perdas e/ou contaminação e miniaturização), além de ser susceptível a interferências, principalmente, de sílica e halogênios, quando estes fazem parte da constituição do material. Adicionalmente, a presença de negro de fumo como aditivo em alguns elastômeros pode dificultar, ainda mais, a etapa de decomposição. Sendo assim, neste trabalho é proposto um novo método para a decomposição de elastômeros, do tipo etileno-propileno-dieno monômero (EPDM) e NBR (borracha nitrílica) com teores de 30 a 40% de negro de fumo em sua constituição, por combustão iniciada por microondas em sistema fechado² com posterior determinação de Al, Fe, Mn, Sr e Zn por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

Resultados e Discussão

As amostras de elastômeros previamente moídas (= 0,84 mm) foram prensadas na forma de comprimidos (cerca de 400 mg) e colocadas em um 30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

suporte de quartzo sobre um disco de papel. Após adição de 50 µL de solução de NH₄NO₃ 50% (m/V) ao papel, o suporte contendo a amostra foi posicionado no interior de um frasco, também de quartzo, de um sistema comercial de decomposição assistido por microondas. Cerca de 6 mL de água ou ácido nítrico (2, 4 e 14 mol L⁻¹) foram colocados no frasco que, posteriormente, foi fechado e preenchido com oxigênio a uma pressão de 25 bar. Para a combustão das amostras, um forno de microondas (Multiwave 3000® - Anton Paar) foi utilizado, sendo que, apenas 1 min de irradiação a uma potência de 1400 W foi necessário para a completa decomposição. Para Al, Mn, Sr e Zn as recuperações obtidas foram superiores a 97% com ácido nítrico 4 mol L⁻¹, dentre as soluções absorvedoras testadas. Contudo, para obtenção de recuperações quantitativas de ferro após o processo de combustão, foi necessário aplicar uma etapa adicional de refluxo em que o sistema permanece por mais 4 min sob irradiação microondas.

Conclusões

O procedimento proposto, por combustão iniciada por microondas em sistema fechado é adequado para a decomposição de elastômeros com elevado teor de negro de fumo de maneira rápida, eficiente e segura. Além disso, o método apresentou bons resultados para Mn e Zn quando comparado com a metodologia oficial ASTM. Até 8 amostras podem ser preparadas em um mesmo ciclo de decomposição e o carbono residual dos digeridos foi inferior a 0,5% em relação à quantidade inicial de carbono das amostras.

Agradecimentos

FAPERGS, CNPq, Caribor Tecn. Da Borracha Ltda.

¹ Annual Book of ASTM Standards, *Standards test methods for rubber – Determination of metals content by flame atomic absorption (AAS) analysis*, D 4004-06.

² Flores, E. M. M. ; Barin, J. S. ; Paniz, J. N. G. ; Medeiros, J. A. e Knapp, G. *Anal.Chem.* **2004**, 76, 3525.