

Aplicação da extração ácida assistida por ultra-som na determinação de As, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, V e Zn em amostras de carvão por ICP OES

Suzana Frighetto Ferrarini¹ (PG)*, 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, ICP OES, ultra-som, extração ácida.

Introdução

Os elementos que constituem a matriz do carvão podem estar associados com constituintes inorgânicos ocorrendo como silicatos, sulfetos, sulfatos, óxidos, carbonatos, fosfatos, etc., ou como constituintes orgânicos em uma variedade de modos menos conhecidos de ocorrência, sendo esta mistura complexa associada a muitos elementos traço. O conteúdo destes elementos pode fornecer informações valiosas sobre a origem dos carvões, bem como sobre o impacto ambiental durante o seu processamento e uso.² Os produtos gerados no processo de combustão do carvão possuem muitos elementos tóxicos que são facilmente lixiviados, causando contaminações de águas superficiais e subterrâneas. Os métodos de decomposição de amostras de carvão baseiam-se, principalmente, na digestão ácida e fusão alcalina, mas alguns destes métodos são demorados e estão sujeitos à perda do analito e contaminação. Neste trabalho, desenvolveu-se uma metodologia analítica alternativa, utilizando a extração ácida assistida por ultra-som para a determinação de elementos traço em carvão pela técnica de espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). No desenvolvimento da metodologia parâmetros relacionados ao ICP OES e à sonda ultra-sônica foram otimizados, assim como tempo de extração em HNO₃ e granulometria das amostras. As amostras de carvão (0,2 g) foram extraídas com 4,5 mL de HNO₃ concentrado e aquecidas em banho de vapor durante 2 horas a uma temperatura de 80 °C e então deixadas em repouso por 24 horas. Após o volume foi completado com água desionizada e, as suspensões resultantes homogeneizadas com uma sonda ultra-sônica. O volume foi completado para 30 ml e a separação do resíduo sólido feita por centrifugação (3000 rpm, 30 min), sendo as medidas realizadas no sobrenadante.

Resultados e Discussão

Os parâmetros instrumentais do ICP OES como vazão do gás de nebulização, vazão do gás auxiliar e potência de radiofrequência, assim como os parâmetros da sonda ultra-sônica (potência e tempo de sonicação), foram otimizados utilizando material

certificado de carvão. As condições ótimas para os elementos estudados foram: vazão do gás auxiliar (L min⁻¹) de 0,2 para Co, Cu, Mn, Ni, V e Zn e 0,3 para As e Pb; vazão do gás de nebulização (L min⁻¹) de 0,6 para As, Co, Ni e Pb, 0,7 para Mn, V e Zn e 0,8 para Cu; potência de radiofrequência de 1400 W para todos os elementos; potência da sonda de 70 W e tempo de sonicação de 60s. O estudo da influência do tempo de repouso em HNO₃ e do tamanho de partícula mostrou que os melhores resultados foram obtidos para 24 horas de repouso e tamanho de partícula < 45 µm. Além disso, foi necessário um aquecimento de 2 h a 80°C, para favorecer a extração dos analitos investigados. A metodologia foi então aplicada para 4 materiais de referência certificados de carvão, SARM 18, SARM 19, SARM 20 (AS Bureau of Standards) e 1635 (NIST). Os resultados foram concordantes com os intervalos de concentração dos materiais certificados para os elementos Pb e Mn (SARM 19, SARM 20 e 1635), Ni (SARM 19 e 1635), V (1635), Zn (SARM 18, SARM 19, SARM 20 e 1635), As (SARM 20 e SARM 19), e Co (SARM 18 e 1635). Os resultados obtidos pela metodologia investigada foram comparados com a decomposição em forno de microondas. Para elementos com Cu, Ni e V, a decomposição em forno de microondas mostrou-se mais eficiente do que extração ácida assistida por ultra-som, provavelmente, devido à dissolução total da matriz do carvão. Na análise de amostras reais de carvão, provenientes de jazidas dos estados de RS, SC e PR, isto também foi observado.

Conclusões

A metodologia proposta mostrou-se adequada para a determinação de Pb e Mn (SARM 19, SARM 20 e 1635), Ni (SARM 19 e 1635), V (1635), Zn (SARM 18, SARM 19, SARM 20 e 1635), As (SARM 20 e SARM 19), e Co (SARM 18 e 1635) pela técnica de ICP OES, utilizando a calibração externa. Fatores como: aquecimento (80 °C/2h), tempo de repouso em HNO₃ durante 24 h e tamanho de partícula < 45 µm favoreceram a extração dos analitos nas amostras analisadas. A metodologia apresentou baixos limites de detecção e desvios padrão relativos < 10%.

Agradecimentos

CAPES

¹ Finkelman, R. B.; Gross, P. M. K. *International Journal of Coal Geology*. **1999**, 40, 91.

² Sager, M. *Fuel*. **1993**, 72, 1327.