

Análise por injeção em fluxo com difusão gasosa para determinação espectrofotométrica de baixas concentrações de etil-xantato

Aline S. Nóbile (IC)¹, Thiago G. Cordeiro (IC)¹, Pilar Hidalgo (PQ)², Ivano G.R. Gutz (PQ)², Jairo J. Pedrotti (PQ)*¹ (jpedrotti@mackenzie.com.br)

1- Depto. de Química – Universidade Presbiteriana Mackenzie, Rua da Consolação, 896, 01302-907 – São Paulo, SP.

2- Depto. Química Fundamental, IQ/USP, Av. Prof. Lineu Prestes, 748, B12S. 05508-090, São Paulo, SP.

Palavras Chave: análise em fluxo, difusão gasosa, etil-xantato, agente de flotação, indústria de mineração.

Introdução

Etil-xantato de potássio é um sal orgânico muito utilizado na indústria de mineração como coletor na flotação de minérios sulfetados. A maior eficiência de adsorção do ânion coletor sobre o minério ocorre quando a concentração do sal de xantato na célula de flotação é mantida usualmente no intervalo de 10^{-5} a 10^{-4} mol L⁻¹. Do ponto de vista ambiental, os sais de xantatos e os seus produtos de decomposição são tóxicos à fauna e flora, justificando a necessidade de monitoramento destes compostos nas soluções de descarte.

Métodos analíticos simples e rápidos capazes de determinar xantatos em diferentes etapas do processo são exigências na indústria de mineração. Neste trabalho, descreve-se um procedimento analítico em fluxo para determinação espectrofotométrica de baixas concentrações do ânion etil-xantato, EtX. O método baseia-se na medida do sinal de absorbância em 206 nm, obtido quando CS₂ gerado na reação de decomposição do EtX em meio ácido difunde através de uma membrana de PTFE para um canal receptor contendo água deionizada.

Resultados e Discussão

Métodos analíticos para determinação espectrofotométrica direta de EtX em amostras da indústria da mineração sofrem a interferência de material em suspensão nas soluções. Para contornar este tipo de interferente, um sistema de análise em fluxo com célula de diálise em linha seguida de detecção de EtX em 301 nm ($\epsilon = 17500$ L mol⁻¹ cm⁻¹) foi desenvolvido recentemente¹. O método é adequado para determinação de EtX no intervalo de concentração de 10^{-4} a 5×10^{-6} mol L⁻¹. Com o objetivo de melhorar a sensibilidade na detecção espectrofotométrica de EtX um novo procedimento analítico em fluxo é proposto, baseado na detecção do CS₂ ($\epsilon = 65.000$ L mol⁻¹ cm⁻¹ em 206 nm).

O sistema FIA consiste de uma bomba peristáltica Ismatec, um injetor de amostras manual provido de

alça de amostragem de 300 μ L e uma célula de difusão gasosa com canais em geometria de dente de serra. As medidas de absorbância foram realizadas com espectrofotômetro FEMTO modelo 700 provido com célula de quartzo (b=1,0 cm) e volume interno de 18 μ L. Os sinais de absorbância foram obtidos com sistema de aquisição e tratamento de dados desenvolvido em linguagem Object Pascal. Uma solução de HCl 1,0 mol L⁻¹ sob vazão de 300 μ L min⁻¹ foi usada no canal doador enquanto H₂O desionizada sob vazão de 90 μ L min⁻¹ foi empregada no canal receptor de CS₂. O método analítico foi avaliado com amostras sintéticas de EtX na faixa de concentração de 2,0 a 80 μ mol L⁻¹. A análise de uma curva de calibração no intervalo de 2,0 a 8,0 μ mol L⁻¹ exibe sensibilidade de 3810 A. L mol⁻¹ e coeficiente de correlação de 0,998. A repetibilidade dos resultados, avaliada com injeções sucessivas de EtX 10 μ mol L⁻¹ apresentou coeficiente de variação inferior a 2% (n=15). O limite de detecção foi estimado em $4,5 \times 10^{-7}$ mol L⁻¹. Sob vazão de 90 μ L min⁻¹ de H₂O desionizada, a frequência analítica é de 15 determinações hora⁻¹. Aplicações práticas do método envolveram a determinação de EtX residual em processos de flotação de FeS. A exatidão do método foi avaliada através do método de adição de padrão em três amostras contendo minério de ferro. Os resultados revelaram recuperação na faixa entre 98 e 100%.

Conclusões

O procedimento analítico é simples, robusto, seletivo e suficientemente sensível para determinação espectrofotométrica de EtX em amostras do processo de flotação e em efluentes líquidos da indústria de mineração.

Agradecimentos

FAPESP e MACKPESQUISA.

¹ Fontenele, R. F.; Hidalgo, P.; Gutz, I.G.R.; Pedrotti, J.J. *Talanta*, 2007, 72, 1017.