

Desenvolvimento de sistema de injeção em fluxo para determinação de As, Bi, Sb, Se, Sn e Te por HG-ICP-MS

Jocelene Soares (PG), Tanize Bortoloto (IC), Érico M. M. Flores (PQ), José Neri G. Paniz (PQ), Valderi L. Dressler (PQ)*. valdres@quimica.ufsm.br

Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), Departamento de Química, Santa Maria – RS.

Palavras Chave: FI-HG-ICP-MS, liga de Pb, elementos traço

Introdução

A presença de elementos traço, tais como As, Se, Te, Sn, Sb, Bi, confere determinadas características a muitos materiais, principalmente àqueles denominados tecnológicos. No caso específico do chumbo usado em acumuladores elétricos (baterias), alguns destes elementos conferem melhor desempenho e durabilidade, enquanto outros são prejudiciais. Por exemplo, Te e Se, dependendo da concentração, podem causar perdas do eletrólito por decomposição, corroborando, para a diminuição da vida útil das baterias. Outros melhoram a maleabilidade do material. Portanto, é necessário um rigoroso controle de qualidade destes materiais. A espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) é amplamente aplicada para a análise multielementar de um grande número de amostras. Entretanto, dependendo da matriz da amostra, podem ocorrer severas interferências, o que prejudica a obtenção de resultados exatos. Porém, a técnica de geração de hidretos (HG), em consequência da separação do analito da matriz da amostra pode contornar algumas interferências, bem como, permitir obter melhores limites de detecção (LOD) devido a maior eficiência de introdução do analito no plasma. Neste sentido, a HG-ICP-MS permite determinar baixas concentrações dos elementos formadores de hidretos voláteis e, em alguns casos, minimizar problemas de interferência. Tendo em vista o que foi mencionado acima, neste trabalho foi desenvolvido um sistema de análise por injeção em fluxo (FI) para a geração de hidretos para posterior determinação de As, Bi, Sb, Se, Sn e Te por ICP-MS em liga de chumbo.

Resultados e Discussão

Devido a matriz da amostra (Pb e elementos minoritários, como Ag e Cu) e as características peculiares da reação de geração de hidretos de alguns elementos, foi desenvolvido um sistema FI para minimizar as interferências observadas e estabelecer condições adequadas para a reação. Para tal, o sistema foi projetado de forma a permitir a geração de hidretos empregando duas condições de reação: uma para Sn e Sb outra para As, Te, Se e Bi. A influência das condições físicas (vazões e tempo de reação) e químicas (tipo e concentração do HNO_3 e HCl , concentração do redutor e volume da amostra) de cada grupo de elementos foi

avaliada. A amostra foi solubilizada com auxílio de mistura de HNO_3 e HCl concentrados, sob aquecimento até a secura. O resíduo foi solubilizado com água. Para a análise, a amostra foi diluída em água de forma a conter 2000 mg L^{-1} de Pb. As vazões das soluções carregadoras, do NaBH_4 e do gás carreador foram fixadas em $7,4 \text{ mL min}^{-1}$, $2,6 \text{ mL min}^{-1}$ e $1,25 \text{ L min}^{-1}$, respectivamente. HCl foi o melhor meio reacional, sendo necessário o uso de $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ (carregador da amostra e amostra em água) para a determinação de Sb e Sn e 6 mol L^{-1} (amostra e carregador da amostra) para As, Bi, Se e Te. A concentração de NaBH_4 foi fixada em 0,6% m/v. Volume de amostra de até $90 \mu\text{L}$ pode ser usada para contornar a interferência da matriz da amostra. O reator foi fixado em 50 cm para ambas as condições. Empregando esta configuração do sistema FI (dois canais de reação) e as respectivas condições foi possível contornar a interferência de Pb, Cu, e Ag presentes em concentrações de até 2500 , 10 e 1 mg L^{-1} , permitindo a determinação dos analitos por calibração externa. A concentração As, Bi, Sb, Se, Sn e Te, é da ordem de $<0,17$, 146 , $2,7$, $0,86$, $0,3$, $6,9 \mu\text{g g}^{-1}$, respectivamente, para três amostras analisadas. As recuperações dos analitos superiores a 96% foram obtidas. Os LODs do método são de $0,17$; $0,01$; $0,13$; $0,12$; $0,12$ e $0,01 \mu\text{g g}^{-1}$ para As, Bi, Sb, Se, Sn e Te, respectivamente.

Conclusões

O sistema FI proposto permite a determinação sequencial dos elementos geradores de hidretos de acordo com as suas características reacionais. Assim, nas condições empregadas foi possível contornar as interferências na geração de hidretos devido a presença de Pb e outros elementos presentes na amostra.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e FAPERGS.