

Determinação de Si em alumina com amostragem direta de sólidos utilizando NbC como modificador de plataforma

Alexandre L. Souza* (PG), Fábio F. da Silva (PG), Pedro V. Oliveira (PQ)

*alexquim@iq.usp.br

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, C.P. 26077, 05508-000, São Paulo, SP, Brasil

Palavras Chave: absorção atômica, análise direta de sólidos, alumina, Si

Introdução

Determinações elementares em amostras sólidas são, tradicionalmente, executadas após digestão ou dissolução dos materiais seguindo a detecção com a técnica analítica apropriada. Em geral, a etapa de preparo da amostra consome o maior tempo da análise, podendo ocorrer perdas de analitos ou contaminações, comprometendo a precisão e exatidão dos resultados. Esses problemas podem ser potencializados quando se desejam determinar traços e ultratraços de elementos em amostras de alta pureza, alguns utilizados para fins tecnológicos^{1,2}. Muitos desses materiais, como no caso da alumina, são de difícil pré-tratamento, podendo resultar em dissoluções incompletas, afetando a precisão e a exatidão dos resultados analíticos². Neste contexto, a análise direta de sólidos via introdução direta da amostra sólida pode ser uma boa opção, devido às inúmeras vantagens, tais como, minimização de contaminação, de perda do analito, de geração de resíduos e da possibilidade de avaliar micro-homogeneidade.¹ Sendo assim, o objetivo desse trabalho é a proposição de um método para a determinação de Si em alumina por espectrometria de absorção atômica com atomização em forno de grafite e amostragem direta de sólidos (SS-GF AAS) com modificador de plataforma NbC.

Resultados e Discussão

Os experimentos foram realizados em um espectrômetro AnalytikJena, modelo Zenit-60. Com amostrador manual de sólidos. É sabido da literatura que em temperaturas acima de 1.560°C o Al₂O₃ reage com a plataforma de grafite pirolítico, danificando a sua superfície e o sinal analítico². Além disso, o Si pode formar SiC que é um composto altamente refratário (T_f = 2830)³, que prejudica sua sensibilidade e eficiência de atomização. Sendo assim, o modificador permanente com 350 µg de NbC, devido ao seu caráter extremamente refratário (T_f 3500 °C)⁴, foi crucial para evitar esse processo de desgaste, aumentando o tempo de vida da plataforma para, aproximadamente, 500 ciclos de aquecimento, sendo o tempo de vida do filme formado de ~ 250 ciclos. Foi observado que o NbC não tem ação de

modificador químico, entretanto, com a adequada otimização do programa de aquecimento e as características refratárias do Si não foi necessário o uso de modificadores químicos. O programa de aquecimento utilizado está descrito na Tabela 1.

Tabela 1. Programa de aquecimento utilizado na determinação de Si.

| Etapas | T (°C) | Rampa °C/(s) | Patamar(s) |
|------------|--------|--------------|------------|
| Secagem 1 | 150 | 15 | 15 |
| Secagem 2 | 180 | 36 | 10 |
| Pirólise | 1300 | 100 | 20 |
| Atomização | 2500 | 2400 | 5 |
| Limpeza | 2600 | 2600 | 3 |

A determinação desse elemento foi realizada com calibração aquosa, as concentrações variaram de 40 a 180 µg L⁻¹. A equação da reta obtida foi; (A = 0,0008x-0,0043, r²= 0,9997). Massas do material de referência certificado Alumina Reduction Grade – 699 (NIST), variando de 32 a 81 µg, foram pesadas diretamente na plataforma modificada (n=6 medidas). Os resultados obtidos (Tabela 2) foram concordantes em 95% no nível de confiança (*teste-t student*).

Tabela 2. Concentração de Si no material de referência certificado de alumina com amostragem direta de sólidos.

| Elemento | Valor encontrado µg g ⁻¹ ± dp (n=5) | Valor de referência µg g ⁻¹ ± dp |
|----------|---|--|
| Si | 0,0124 ± 0,0016 | 0,0120 ± 0,0008 |

Conclusões

O método proposto é simples e rápido podendo ser utilizado para o controle de qualidade de alumina. O uso do modificador químico permanente (NbC) mostrou-se eficiente na proteção da superfície gráfitica evitando sua danificação pela reação do Al₂O₃ e a formação do SiC, aumentando a precisão e a exatidão dos resultados.

Agradecimentos

FAPESP, CNPQ E IQ-USP.

¹Arruda, M.A.Z ed.; *Trends in sample preparation*, Nova Science Publishers, New York, USA, 2006.

²Lucic, M., Krivan, V, *J.Anal. Atom. Spectrom.*, 13 1998, 1133.

³Lide, D. R.; *CRC Handbook of Chem. and Phys.*, 89 th edition, 2009.

⁴Souza. A. L and Olivei. P. V, *J.Anal. Atom. Spectrom.*, 2010, DOI: 10.1039/b917373k.