

Preparo de amostra para determinação de Pd e Pt em catalisadores automotivos por ICP OES

Valeska M. Sousa (PG)*¹, Alexandre L. Souza (PG)¹, Pedro V. Oliveira (PQ)¹

¹ Instituto de Química, Universidade de São Paulo, SP, Laboratório de Espectrometria Aplicada, Bloco 8 inferior

* valeskams@gmail.com

Palavras Chave: Paládio, platina, HPA-S, micro-ondas, ICP OES, catalisadores automotivos

Introdução

O preparo da amostra é a etapa crítica dentro de um protocolo analítico e envolve desde a simples diluição até a decomposição parcial ou total¹. O desenvolvimento de novos métodos de preparo de amostras evoluiu, culminando no lançamento de modernos instrumentos baseados no uso de radiação de micro-ondas e aquecimento resistivo. Nesse trabalho foi feita uma avaliação comparativa de um forno com aquecimento assistido por micro-ondas com cavidade (MW) e forno de alta pressão com aquecimento resistivo (HPA-S) para a determinação de Pd e Pt em catalisadores automotivos por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Os catalisadores são constituídos de sílica mesoporosa ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$), tornando-os materiais de difícil dissolução. Por esse motivo, a combinação de reagentes e sistemas de altas temperaturas e pressão é importante para o sucesso do preparo desse tipo de amostra. Os elementos de interesse nesse trabalho (Pd e Pt) são suportados sobre a sílica mesoporosa que é utilizada como catalisadores automotivos. A determinação desses elementos é importante para controle de qualidade do produto final, visando atender normas regulatórias de combate a emissão desses elementos para o ambiente².

Resultados e Discussão

Amostras de catalisadores automotivos (~150 mg), previamente moídas, foram submetidas à dissolução parcial em forno de micro-ondas (Multiwave 3000, Anton Paar) e em forno com aquecimento resistivo (HPA-S, Anton Paar), usando os seguintes reagentes: (1) 6 mL de água régia com MW; (2) 6 mL de água régia com HPA; (3) 4,5 mL de HCl + 1,5 mL de H_2SO_4 com HPA; e (4) 4,5 mL de HNO_3 + 1,5 mL de HCl com HPA. Foram utilizados os seguintes programas de aquecimento (forno/temperatura/rampa/patamar): Multiwave3000/210°C/ 20min/ 50min); e HPA-S/ 300°C/ 20min/ 180min). Nos dois casos foi necessária uma etapa de resfriamento (~30 min). Após a dissolução parcial, a mistura resultante foi transferida, quantitativamente, para tubos Falcon®, diluída para 10 mL com água ultrapura e centrifugada para separação do resíduo sólido remanescente. O sobrenadante foi diluído cinco vezes para determinação de Pd e Pt por ICP OES, usando as condições instrumentais descritas na Tabela 1.

34ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 1. Condições instrumentais do ICP OES.

Potência	1250 W
Gás Plasma	12 L min ⁻¹
Gás Auxiliar	0,5 L min ⁻¹
Gás Nebulizador	0,2 MPa
Nebulizador	Concêntrico
Câmara de Nebulização	Ciclônica
Comprimento de onda (nm)	
Pd (II) 324,270	Pt (II) 214,423

Foi aplicado o teste de adição e recuperação do analito para verificar perdas durante os procedimentos e possíveis interferências no ICP. Os resultados das concentrações de Pd e Pt encontradas na amostra estão apresentados na Figura 1.

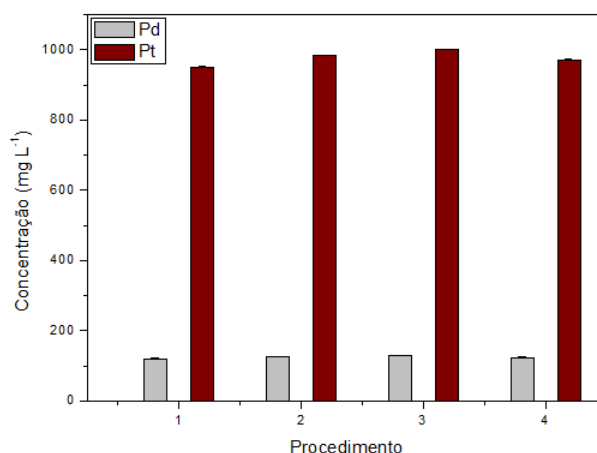


Figura 1. Valores de concentração de Pd e Pt na amostra em diferentes procedimentos.

Conclusões

Os resultados mostram que não há diferença significativa entre os resultados obtidos, com diferentes ácidos e formas de aquecimento, a um nível de 95% de confiança. As recuperações variaram de 92% a 95% para os elementos em todas as condições estudadas. Considerando o tempo gasto, o método 1 é o mais recomendado para as determinações de Pt e Pd propostas.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, INCTAA, IQ-USP

¹Vieira, E. C. R., Kamogawa, M. Y., Lemos, S. G. Nóbrega, J. A., Nogueira, A. R. A., Bras. Ci. Solo, 29:547-553, 2005

² Pennebaker, F. M., Denton, M. B., Applied Spectroscopy, v.55, n.4, p.504-509. 2001.