

Caracterização Química de Minérios, Concentrados e Rejeitos por Espectrometria de Absorção Atômica

Ana Luiza Pessanha Blanco

Bolsista do Programa de Capacitação Institucional, Técnico Químico, ETRR

Arnaldo Alcover Neto

Orientador, Geoquímico, D. Sc.

Resumo

A espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS - *Flame Atomic Absorption Spectrometry*) é uma técnica analítica quantitativa bem estabelecida e muito utilizada em laboratórios de rotina na determinação de elementos em baixas concentrações presentes em diversos tipos de amostras. Esta técnica consiste na atomização da amostra em fase líquida em uma chama, e na absorção de uma radiação específica pelos átomos do elemento a analisar (analito) produzidos nessa chama (célula de absorção). A concentração é medida pela intensidade da energia absorvida. Neste trabalho é apresentado o uso da FAAS em um laboratório de rotina para a determinação de chumbo e níquel em matrizes aquosas, oriundos do desenvolvimento de um projeto realizado no CETEM intitulado "Utilização de Minerais na Remoção de Metais e Poluentes Recalcitrantes (Litho)".

1. Introdução

A espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS) revolucionou a determinação de elementos metálicos durante as décadas de 1950 e 1960. Foi desenvolvida e proposta no início dos anos 50 por Alan Walsh, que publicou os resultados de seu trabalho na revista *Spectrochimica Acta*, em 1955 (RIBEIRO *et al*, 2002). Apesar de ser uma técnica antiga, ela é ainda muito utilizada nos dias de hoje, visto o crescente número de publicações e o grande número de laboratórios que possuem o equipamento, principalmente os laboratórios industriais (AMORIM *et al*, 2008).

O instrumental básico de um FAAS inclui uma fonte de emissão, que geralmente é uma lâmpada de cátodo oco, mas pode ser uma lâmpada de descarga sem eletrodo; a célula de absorção, que é uma chama; um monocromador; um fotodetector; um amplificador e um sistema de leitura.

O método baseia-se na absorção de uma energia radiante pelas espécies atômicas neutras, não excitadas, em estado gasoso. Diante disso, uma amostra em solução é introduzida, na forma de um aerossol, em uma chama apropriada. A chama cumpre, assim, a função de célula na absorciometria convencional. A extensão da absorção, que se processa a custa de transições eletrônicas do estado fundamental a um estado energético mais alto, é uma medida da população de átomos do analito presente na chama e, portanto, da concentração do analito na amostra.

Apesar de ser uma técnica com poucas interferências, as interferências existentes são muito bem determinadas possibilitando métodos acessíveis para a correção da maioria dos problemas. De um modo geral, as

interferências podem ser classificadas em espectrais e não espectrais. As primeiras são relacionadas à absorção da radiação específica por espécies que não são o analito, enquanto que as seguintes são aquelas que fazem variar a população de átomos do analito na célula de absorção (CAMPOS & CURTIUS, 1991).

As interferências espectrais devem-se às absorções não específicas, ou seja, uma parte da radiação incidente sobre a amostra é absorvida (ou espalhada) por outra(s) espécie(s) que não o analito. As interferências espectrais, também chamadas de *background*, podem ser eliminadas pelos desenhos atuais dos nebulizadores e queimadores, pela escolha correta da chama, pela utilização da solução-branco ou ainda por técnicas instrumentais que corrigem o *background* simultaneamente. Como exemplo, um corretor de *background* muito utilizado é a lâmpada de arco de deutério, que emite um espectro na faixa de 190 a 400 nm. De modo resumido, o princípio de funcionamento desse corretor se baseia na leitura da absorvância total (atômica + fundo) com a lâmpada de cátodo oco, enquanto que com a lâmpada contínua, apenas o fundo é lido (Figura 1) (SILVA JUNIOR, 2015).

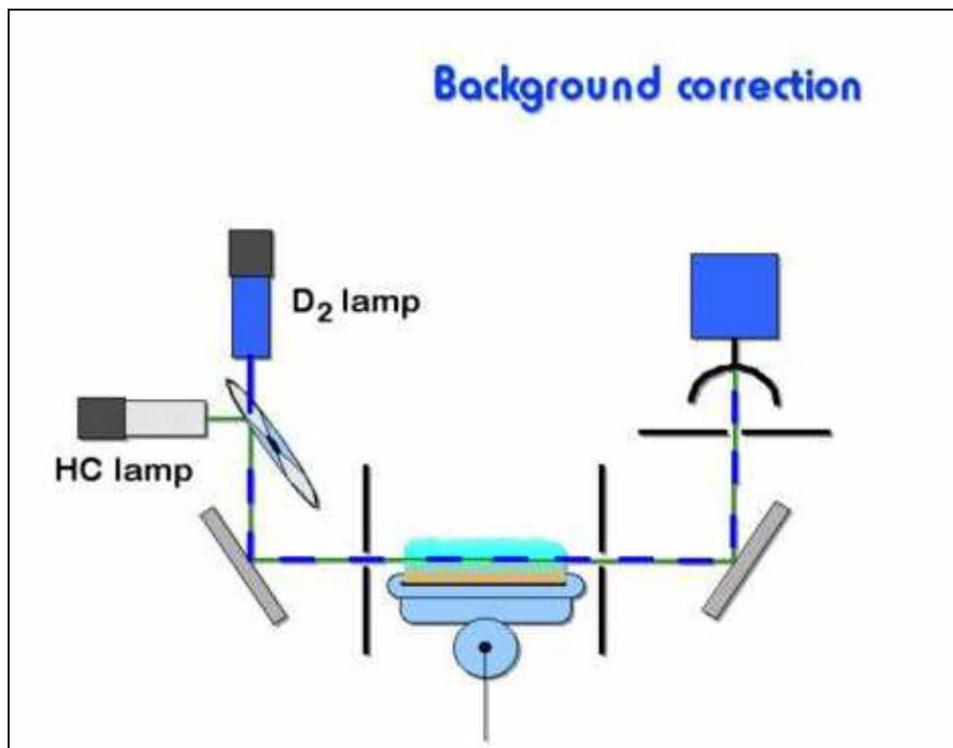


Figura 1. Esquema de correção de *background* utilizando um corretor de Deutério.

2. Objetivos

O trabalho tem como objetivo fornecer subsídios para o desenvolvimento de um projeto no CETEM intitulado "Utilização de Minerais na Remoção de Metais e Poluentes Recalcitrantes (Litho)". É apresentado o uso da FAAS em um laboratório de rotina para a determinação de chumbo e níquel em matrizes aquosas.

3. Materiais e Métodos

3.1. Equipamentos e materiais

No laboratório do GQA / COAM existem três espectrômetros de absorção atômica com chama: Agilent, modelo SpectrAA-55B; Agilent, modelo SpectrAA-50B; e Thermo, modelo Solaar S4. Qualquer um desses equipamentos pode ser utilizado para a determinação de chumbo e níquel. As condições operacionais para a determinação são: chama de ar / acetileno (99,7 a 99,8% de pureza), corrente da lâmpada igual a 10 mA para chumbo e 4,0 mA para níquel e comprimentos de onda iguais a 217,0 e 232,0 nm, respectivamente. O corretor de lâmpada de Deutério foi utilizado para a determinação de todos os elementos.

Todas as soluções são preparadas utilizando água deionizada e todos os reagentes utilizados são, pelo menos, de grau analítico (P.A.). Soluções padrão contendo 1000 mg L⁻¹ de cada um dos elementos foram fornecidas pela Ultra Scientific para o preparo de soluções padrão intermediárias.

3.2. Procedimento utilizado para a determinação de chumbo e níquel por FAAS

O procedimento consistiu em construir duas curvas de calibração contendo concentrações de 2,0; 10,0 e 20 mg L⁻¹ para o Pb e 0,5; 2,0 e 5,0 mgL⁻¹ para o Ni em solução de HNO₃ 5% v/v.

Testes de Adição e Recuperação foram realizados em duas amostras para validação do método analítico.

Os limites de quantificação foram de 0,1 mg L⁻¹ para Pb e Ni.

4. Resultados e Discussão

Os testes de adição e recuperação revelaram que as recuperações foram satisfatórias (100 – 102%) (Tabela 1). Os desvios padrão relativos foram ≤ 3%.

Tabela 1. Recuperações de chumbo e níquel em testes de Adição e Recuperação (n = 3)

Amostra	Analito	Concentração inicial (mg L ⁻¹)	Concentração adicionada (mg L ⁻¹)	Concentração final (mg L ⁻¹)	Recuperação (%)
3041	Pb	7,3 ± 0,1	5,0 ± 0,1	12,5 ± 0,1	101
3042	Pb	6,8 ± 0,1	5,0 ± 0,1	11,8 ± 0,1	100
3071	Ni	1,6 ± 0,1	1,5 ± 0,1	3,2 ± 0,1	102
3072	Ni	2,2 ± 0,1	1,5 ± 0,1	3,7 ± 0,1	100

5. Conclusão

A Espectrometria de Absorção Atômica com Chama utilizando corretor de Deutério foi uma técnica adequada para a determinação de chumbo e níquel. As recuperações encontradas nos testes de Adição e Recuperação variaram entre 100 e 102%. Os desvios padrão relativos foram $\leq 3\%$.

6. Agradecimentos

Agradeço ao CNPQ pela concessão da bolsa, ao meu orientador Arnaldo Alcover Neto pela oportunidade, a Dra. Maria Ines Couto Monteiro pela ajuda e por ser sempre tão solícita, e a todos aqueles presentes na realização deste trabalho.

7. Referências Bibliográficas

AMORIM, F. A. C.; LOBO, I. P.; SANTOS, V. L. C. S.; FERREIRA, S. L. C. Espectrometria de absorção atômica: O caminho para determinações multi-elementares. *Química Nova*, v. 31, nº. 7, p. 1784-1790, 2008.

CAMPOS, R. C.; CURTIUS, A. J. **1º Curso de Atualização em Análise de Elementos Traços: Espectrometria de Absorção Atômica, forno de grafite e técnica de geração de vapor**. Campo Grande - MS, 1991.

SILVA JUNIOR, A. I. da; BIDART, A. M. F.; CASELLA, R. J. **Absorção Atômica**. IFRJ. Disponível em: < http://www.ifrj.edu.br/webfm_send/545 >. Acesso em: 15 jun 2015.

RIBEIRO, A. S.; ARRUDA, M. A. Z.; CADORE, S. Espectrometria de absorção atômica com atomização eletrotérmica em filamento de tungstênio. uma re-visão crítica. *Química Nova*, v. 25, nº. 3, p. 396-405, 2002.

SILVA, E. C. da. **Análise Química Instrumental**. UFPB. João Pessoa, 2008. Disponível em: < <http://pt.slideshare.net/jmessiasbrt/analise-instrumental> >. Acesso em: 18 jun 2015.