

INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DE KCl E NH₄Cl NA
DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO POR ICP-AES

Francisca Valverde Garotti (Departamento de Química, Universidade Federal de Alagoas) e Elisabeth de Oliveira (Instituto de Química, Universidade de São Paulo)

ABSTRACT

Influence of the concentration of KCl and NH₄Cl in the determination of aluminium by ICP-AES.

With the variation of KCl (NH₄Cl) from 0.25 M to 1.00 M, it was observed a decrease in the aluminium recovery (1 to 10 ppm) measured by inductively coupled argon plasma - atomic emission spectrometry, and the effect of NH₄Cl was lower.

It was also observed a linear variation in the aluminium recovery in different concentrations of KCl (0.25 M to 1.0 M).

INTRODUÇÃO

Na espectroscopia de emissão atômica de plasma de argônio induzido (ICP-AES) a interferência física de matriz aparece quando mudanças na eficiência do transporte da amostra para o plasma, mudanças na subsequente evaporação do solvente ou vaporização do soluto, ocorrem como um resultado da mudança do tipo ou concentração do ácido ou sal na solução aquosa da amostra.

Botto⁽¹⁾ utilizou um método para corrigir a interferência de matriz de ácido (HCl, HNO₃ e H₂SO₄) ou sal (NH₄Cl) em ICP-AES baseado no uso da intensidade da linha de emissão do hidrogênio a 486,133 nm (H-Beta).

No presente trabalho estudou-se o efeito de KCl e NH₄Cl na determinação de alumínio por ICP-AES uma vez que essa técnica foi utilizada na determinação do alumínio em extratos de solo, obtidos com KCl e NH₄Cl⁽²⁾.

PARTE EXPERIMENTAL

Aparelho - Espectrômetro de Emissão Atômica Sequencial-Spectroflame da Spectro: potência do plasma 1,2 kw, altura de observação 12 mm, fluxo de gás refrigerante 12 L/min, fluxo de gás auxiliar 0,5 L/min, velocidade de introdução da amostra 1,5 mL/min, pressão do nebulizador 2,4 Bar, comprimento de onda do Al 309,27 nm.

Reagentes - Todos os reagentes utilizados foram de grau p.a., água destilada foi usada no preparo de todas as soluções. O padrão de alumínio (100 ppm) foi preparado a partir de alúmen de potássio e padronizado por gravimetria. Diluições convenientes foram preparadas a partir dessa solução.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Fixando a concentração de alumínio em 5 ppm e variando-se a concentração de KCl e NH₄Cl de 0,25 M a 1,00 M, observou-se um decréscimo na recuperação do alumínio como mostrado na figura 1.

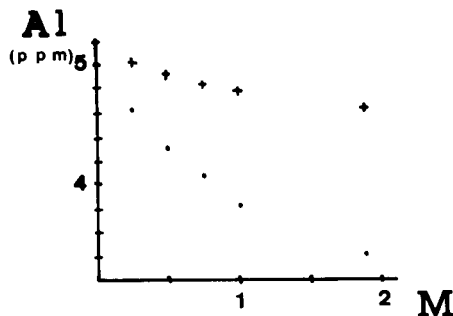


Figura 1. Influência da concentração de NH₄Cl e KCl na recuperação de alumínio (5 ppm)
• KCl; + NH₄Cl

Pelos resultados observou-se que a influência do NH₄Cl é significativamente menor, cerca de 90% a 1,00 M, do que a in-

fluência do KCl de 92 a 68% na faixa de 0,25 M a 1,00 M. O resultado obtido para o NH₄Cl concorda com o obtido por Botto⁽¹⁾ que também encontrou supressão de sinal para o alumínio, embora em outros comprimentos de onda (308,22 e 237,33 nm) de cerca de 90%.

Com base nos resultados anteriores, o estudo continuou apenas para o KCl. Fixando-se a concentração de KCl em 0,25 M, 0,5 M e 1,0 M, variou-se a concentração de alumínio de 1 a 10 ppm. Os resultados obtidos estão apresentados na figura 2.

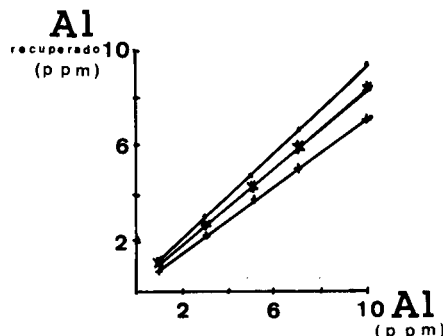


Figura 2. Influência da concentração de KCl em diferentes soluções padrão de alumínio
• 0,25 M KCl
◻ 0,50 M KCl
▲ 1,00 M KCl

Os resultados mostraram que para concentração de 1,0 ppm, a recuperação do alumínio foi maior que 100% para 0,25 M e 0,50 M de KCl. A partir de 5,0 ppm a recuperação torna-se praticamente constante ao redor de 93% para KCl 0,25 M e 85% para KCl 0,50 M. Para a concentração de 1,00 M em KCl, os resultados mostraram uma recuperação de 82% para a solução padrão de alumínio de 1,0 ppm e cerca de 73% para soluções padrão de alumínio entre 3,0 e 10,0 ppm.

Para confirmar o resultado de recuperação de alumínio maior de 100%, para concentrações \leq 1,0 ppm, foram feitas três determinações com solução padrão 0,50 ppm de alumínio em KCl 0,50M. Os resultados obtidos foram: 0,60 ppm, 0,59 ppm e 0,60 ppm, evidenciando uma recuperação de cerca de 119%, resultado que está de acordo com o efeito de ionização que leva a um aumento no sinal de emissão do íon alumínio, embora exista alta concentração de elemento facilmente ionizável (metal alcalino) o que deveria ter atenuado o efeito de ionização.

Foi efetuado estudo envolvendo o uso de diferentes potências do plasma, uma vez que mudanças nas condições de excitação no plasma poderiam afetar o sinal do alumínio e não teríamos apenas efeito de matriz quando trabalhando em solução de KCl.

Variando a potência de 1,0 a 2,0 KW, a supressão do sinal do alumínio em solução de KCl 0,50 M varia de 10 a 15%. Evidenciando que trabalhando a baixa ou alta potência o efeito de matriz do KCl é o mesmo.

Variando a altura de observação de 11 a 14 mm, o efeito de supressão do sinal do Al foi praticamente o mesmo, ao redor de 10% e para 15 mm a supressão do sinal foi menor ao redor de 7%. Esta altura corresponde a uma zona de menor temperatura levando a um efeito de matriz menor.

Variando o fluxo de 2,0 a 2,4 bar do nebulizador, a supressão do alumínio foi de 20 a 10%, confirmando os resultados obtidos.

CONCLUSÕES

- Com o aumento da concentração de NH₄Cl e KCl, observou-se um decréscimo na recuperação do alumínio, sendo este decréscimo significativamente maior para KCl.
- Observou-se uma variação linear na recuperação do alumínio no intervalo de 0 a 10 ppm, em diferentes concentrações de KCl (0,25 M - 1,0 M), permitindo uma correção para valores de alumínio quando determinados por ICP-AES em solução com alta concentração de KCl.

REFERÊNCIAS

(1) Botto, R.I., Spectrochimica Acta., (1985) **40B**, 397.
(2) Garotti, F.V., Tese de Doutorado em andamento, Instituto de Química, USP, 1991.