

ANÁLISE DE OURO FINO (Au) 99,999, 99,999 ATRAVÉS DA  
DETERMINAÇÃO DAS IMPUREZAS VIA AES-GDL.

Maria Tereza Weitzel Dias Carneiro e Carmem L. Porto da Silveira  
Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), Rua Marquês de São Vicente, 225. Gávea - Rio de Janeiro, RJ. CEP.: 22453

ABSTRACT: ANALYSIS OF FINE-GOLD BY DETERMINATION OF ITS IMPURITIES  
VIA GDL AES.

A method for the analysis of fine-gold, by determination of its principal impurities (Cu and Ag), is described, and which uses atomic emission spectrometry (AES) with a glow discharge lamp (GDL) as excitation source. The obtained detection limits for Cu and Ag permit that the fineness gold of up to 99,96% can be determined with a relative error of about 0,003%. Relative standard deviations were better than 3% for Ag and Cu, and 0,007% for Au.

INTRODUÇÃO

O método clássico para determinação de ouro, é o método gravimétrico da copelação, o qual é muito exato (0,02-0,04% p/p), porém, exige muita experiência e tempo para ser executado.<sup>1</sup>

O método aqui proposto visa análise de ouro fino, ou seja, ligas de ouro que contenham uma concentração superior a 96% deste elemento. Para tanto, é utilizado a espectrometria de emissão atômica com fonte GDL (Lâmpada de Descarga Incandescente - Lâmpada de Grimm), que apresenta diversas vantagens, tais como: método não destrutivo, análise rápida, alta reprodutibilidade das medidas e grande exatidão dos resultados. A amostra deve apresentar uma superfície polida com diâmetro > 2,0 cm e espessura > 2,0 mm.

O mecanismo decisivo neste tipo de análise é a erosão da superfície da amostra pelo bombardeamento de átomos e íons de argônio e a excitação dos átomos retirados, por colisão eletrônica na região incandescente.

PARTE EXPERIMENTAL

O equipamento utilizado foi um espectrômetro de emissão ANALYMAT - 2502, com as seguintes características: distância focal de 2m; montagem tipo PASCHEN-RUNGE no círculo de ROWLAND; resolução teórica 110.000; faixa espectral de 200-450 nm; 48 canais de análise, acoplado a um microprocessador IBM-PC. Fonte de excitação: Lâmpada de Descarga Incandescente de GRIMM.

As linhas analíticas utilizadas, foram: Au(II) 211,08 nm; Ag(I) 338,29 nm; Cu(I) 327,40 nm.

Foram utilizados 5 padrões de referência preparados pela firma H. STERN, todos com 99,500% de ouro e concentrações de Ag e Cu variáveis entre 0,125%, 0,250%, 0,375% e 0,500%.

Foram otimizados os parâmetros instrumentais de análise, verificada a homogeneidade da superfície e construídas curvas analíticas, com padrões semelhantes às amostras. Estudou-se qual função correlaciona melhor concentração com sinal analítico e caracterizou-se o método quanto a reprodutibilidade, exatidão e limite de detecção.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O tempo de pré-queima e de integração do sinal analítico foi retirado do estudo feito, anteriormente, por Rodrigues<sup>2</sup>, escolhendo-se os valores de 30 s e 10 s, respectivamente.

Medidas foram feitas, variando-se a corrente e a pressão de argônio na lâmpada, de modo a se obter a condição de queima que apresentasse a melhor reprodutibilidade do sinal analítico. A Tab. I apresenta os resultados encontrados para o desvio padrão relativo das intensidades absolutas e relativas, com as respectivas taxas de remoção.

Após ter-se escolhido as condições 1 e 3 como as mais apropriadas, as curvas analíticas foram levantadas, verificando-se qual função correlaciona melhor a concentração dos elementos na liga com a intensidade do sinal analítico. A Tab. II apresenta os resultados obtidos.

TABELA I - Estudo da reprodutibilidade das intensidades do sinal líquido (s.l) e da razão de sinal (r.s) em diferentes condições de queima.

ELEMENTO	CONDIÇÃO 1		CONDIÇÃO 2		CONDIÇÃO 3		CONDIÇÃO 4	
	S <sub>l</sub> r (%)		S <sub>l</sub> r (%)		S <sub>l</sub> r (%)		S <sub>l</sub> r (%)	
	s.l	r.s	s.l	r.s	s.l	r.s	s.l	r.s
Au(II)	5,5	-	3,8	-	4,8	-	5,3	-
Ag(I)	4,8	1,1	4,8	1,4	5,2	3,7	4,8	2,0
Cu(I)	5,8	1,1	4,1	2,6	6,2	4,8	5,4	1,4
Taxa de Remoção (mg/s.cm <sup>2</sup> )	0,235		0,325		0,235		0,200	

CONDIÇÃO 1 (C.1) — i= 40 mA; p = 0,13 mbar; posição (5) 1200V

CONDIÇÃO 2 (C.2) — i= 50 mA; p = 0,15 mbar; posição (5) 1200V

CONDIÇÃO 3 (C.3) — i= 55 mA; p = 0,17 mbar; posição (4) 1200V

CONDIÇÃO 4 (C.4) — i= 40 mA; p = 0,15 mbar; posição (4) 1200V

TABELA II - Coeficientes de correlação.

ELEMENTO	COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO			
	CURVA A		CURVA B	
	C.1	C.3	C.1	C.3
Ag(I)	0,985880	0,988194	0,988569	0,989029
Cu(I)	0,980081	0,983632	0,984317	0,981877

-CURVA A - Sinal Líq.(V) X Conc. (%) e CURVA B - R. Conc. X R. Sinal

TABELA III - Reprodutibilidade e exatidão do método.

ELEMENTO	S <sub>r</sub> (%)				ERRO RELATIVO (%)			
	CURVA A		CURVA B		CURVA A		CURVA B	
	C.1	C.3	C.1	C.3	C.1	C.3	C.1	C.3
Ag(I)	2.48	9.45	0.83	1.08	6.1	7.3	0.93	7.7
Cu(I)	2.78	8.88	2.11	1.81	7.5	13.6	4.3	9.8
Au(II)	0.013	0.038	0.007	0.005	0.003	0.043	0.009	0.043

CONCLUSÃO

Verificou-se que o alinhamento ótico entre a fenda de entrada, a rede de difração e as fendas de saída ao longo do círculo de Rowland, permite obter-se o máximo de intensidade dos sinais analíticos, simultaneamente.

Para a escolha das melhores condições de análise, considerou-se a reprodutibilidade dos sinais, taxa de remoção e qualidade das queimas (Tab. I), concluindo-se que as condições 1 e 3 foram as mais adequadas.

Curvas analíticas foram construídas para as condições 1 e 3, não apresentando diferença significativa entre si. Obteve-se limites de detecção (3σ/tg α) de 0,008 a 0,008 para Ag e Cu, respectivamente.

A caracterização do método, quanto à reprodutibilidade e exatidão, para o elemento de interesse (Au), foi estabelecida utilizando-se um dos padrões de referência, apresentando os valores de 0,007% e 0,003% para desvio-padrão relativo e erro relativo, respectivamente.

Pela rapidez na execução, após otimização dos parâmetros operacionais, mínimo consumo de amostra e exatidão alcançada, o método pode ser considerado competitivo com o clássico método da copelação.

(H. STERN, SCT, CAPES, FAPERJ e CNPq)

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) De Marco R. *et alii* Analytica Chim. Acta. (1987), 194, 189.
- 2) Rodrigues, S.V., Dissertação de Mestrado, Depto de Química -PUC, Rio de Janeiro (1985).