

ANÁLISE DE NÍOBIO POR INJEÇÃO EM FLUXO CONTÍNUO COM DETECÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA

André Fernando de Oliveira e Orlando Fatibello-Filho (Laboratório de Electroanalítica e Bioanalítica DQ/UFSCAR, Caixa Postal 676, 13560- São Carlos/SP.)

ABSTRACT
ANALYSIS OF NIOBIUM BY CONTINUOUS FLOW INJECTION WITH SPECTROPHOTOMETRIC DETECTION

Niobium in organic media (oxalic or tartaric acids) was determined by flow-injection analysis, with spectrophotometric detection (at 540 nm) using 4-(2-pyridylazo) resorcinol (PAR), in acetate buffer (pH 5,9). The calibration curve was linear over the niobium concentration range 1,15 to 37,15 µg/ml. The effect of several interferents was masked by EDTA addition.

I. INTRODUÇÃO

A determinação de Níobio é comumente realizada por métodos gravimétricos, titulométricos, espectrofotométricos, eletroquímicos, espectroscópicos de emissão, de raios X e outros. No entanto, a maioria desses métodos são caros, demorados e complexos. A determinação de Níobio por espectrofotometria de absorção molecular é geralmente realizada após a separação desta espécie metálica para a fase orgânica, seguida de complexações com tiocianato, 4-(2-piridilazo resorcinol) (PAR), pirogalol, pirocatecol, vermelho de bromopirogalol e outros (em soluções aquosas leve e fortemente ácidas, orgânicas ou mistas)¹.

Neste trabalho, desenvolveu-se um método de análise em fluxo em meio de ácido orgânico (oxálico ou tartárico), utilizando do PAR como agente complexante e EDTA como agente mascarador de várias espécies metálicas interferentes, sem o uso de solventes orgânicos e/ou métodos de separação.

II. PARTE EXPERIMENTAL

A solução estoque de Níobio (46,45 µg/ml) foi preparada a partir da fusão de Nb₂O₅ (CBMN-p.A.) com K₂S₂O₇ (Riedel-p.A.) e posterior dissolução do fundido com ácido orgânico.

Soluções de EDTA foram preparadas pela dissolução de quantidade apropriada do sal dissódico do ácido etilendiaminotetraacético (Merck-p.A.) e diluídas para 250 ml.

A solução tampão de Acetato foi preparada com ácido acético e acetato de sódio (Merck-p.A.) em força iônica 1,0 M.

Soluções de PAR foram preparadas a partir do sal monossódico do 4-(2-piridilazo resorcinol) (Riedel-p.A.).

O sistema FIA foi composto por uma bomba peristáltica de dez canais da MS Tecnologias, mod. MS10, acoplado a um injetor/comutador proporcional da Micronal, mod. B352. A Figura 1, mostra o sistema por injeção em fluxo que vem sendo utilizado, com detecção em um espectrofotômetro de feixe simples da Micronal, mod. B352II, com cubeta de fluxo da Hellma (caminho óptico de 10 mm e volume de 18 µl) acoplado a um registrador ECB, mod. RB 201.

III. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente, estudou-se o efeito de vários parâmetros (intervalos) a saber: comprimento de onda (530-550 nm), volume da amostra (50-1000 µl), comprimento da bobina reacional (0-200 cm), concentração do ácido oxálico (0,005-0,5M), concentração do ácido tartárico (0,01-1,0 M), concentração de EDTA (0-2%) e pH (5,00-8,50).

Mantendo-se a concentração de PAR igual a 0,03%, o pH do tampão igual a 5,9 e água deionizada no lugar de EDTA, determinaram-se as absorptividades molares aparentes (inclinação da curva de calibração) em um intervalo de comprimento de onda de 530 a 550 nm, obtendo-se um valor de $\epsilon_{máx}$ no comprimento de onda igual a 540 nm, nos dois meios orgânicos (ácidos oxálico 0,05 M e tartárico 0,05 M).

Com o estudo dos efeitos das concentrações do ácido orgânico (tartárico e oxálico) e de EDTA na determinação de Níobio com PAR observou-se que há uma competição mútua destes complexantes (ácidos orgânicos e EDTA) com o complexo Nb-PAR, sendo que as melhores concentrações obtidas foram EDTA 0,5% e ácido oxálico

0,05 M ou ácido tartárico 0,01 M. A sensibilidade do método no dois meios orgânicos decrescem com o aumento da concentração de EDTA e dos ácidos orgânicos, como também com o aumento da velocidade de fluxo. No entanto, a sensibilidade aumenta diretamente com a temperatura.

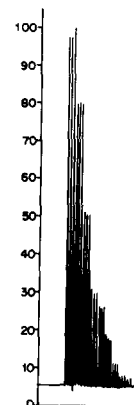
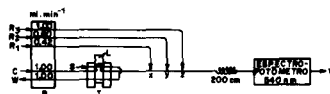


Figura 1- Diagrama de fluxo

Figura 2- Diagrama obtido na calibração do sistema

O estudo do efeito do pH sobre a absorção do complexo de Níobio no intervalo de concentração entre 0,82 e 18,42 µg/ml em ácido tartárico e oxálico, mostrou que a absorção do complexo de Níobio tem seu máximo entre pH 5,8 e 6,0.

Notou-se que para o intervalo de concentração de Níobio estudado, em ácido oxálico 0,05M e ácido tartárico 0,01M, a absorção cresce com o aumento da concentração de PAR até 0,03% em peso, mantendo-se praticamente constante acima dessa concentração. Dessa forma, os demais estudos foram efetuados em concentração de PAR igual a 0,03% em peso. Também foi observado que a sensibilidade do método é inversamente proporcional a velocidade de fluxo.

Obteve-se uma absorptividade molar máxima em ácido tartárico com a injeção de 250 µl de amostra. Desta maneira utilizou-se em todo trabalho uma injeção de 200 µl, equivalente a 80% do valor máximo de absorptividade.

A Tabela I mostra o estudo de alguns interferentes ao método proposto. Na segunda coluna está indicada a concentração tolerável (µg/ml) da espécie metálica que causa um erro de 2% na determinação de Níobio de 18,6 µg/ml em ácido tartárico 0,01M, EDTA 0,5% e PAR 0,03%.

Obteve-se uma curva de calibração de Níobio no intervalo de concentração de 1,15 a 37,15 µg/ml. Estuda-se atualmente o efeito de outras espécies interferentes e também a aplicação deste método em amostras reais (catalisadores de Fosfato-Níobio, Columbita e ligas metálicas de Nb).

Tabela I: Estudo da Tolerância de Outras Espécies na análise de Níobio 18,6 µg/ml.

Espécie Metálica	Concentração Tolerável (µg/ml)
Co ²⁺	0,0.10 ³
Pb ²⁺	516
Mn ²⁺	320,0
Fe ³⁺	130,0
Zn ²⁺	45,0
Ni ²⁺	32,0
Sn ²⁺	11,0
Ta ⁵⁺	2,0

AGRADECIMENTOS: FAPESP, CNPQ e CBMN

IV. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- GIBALO, I. M., "Analytical Chemistry of Niobium and Tantalum", Trad. J.Schmorav, Ann Arbor-Hupphney, Science Publ., London, (1970), pp.44-116.
- RUZICKA, J. & HANSEN, E.L. "Flow Injection Analysis" second edition In: "Chemical Analysis" volume 62, John Wiley & Sons, New York, (1988), pp.498.