

DETERMINAÇÃO DE FERRO E COBRE EM MORFOLINA POR ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ATÔMICA COM PLASMA INDUTIVAMENTE ACOPLADO (ICP/AES)
Bosa, Ana Conti e Luiz Bidaldo Bizaio - Fundação de Tecnologia Industrial - Centro de Materiais Refratários - Lorena - SP - Cx Postal 16 - CEP 12600

DETERMINATION OF Fe AND CU IN MORFOLIN BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA - ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY (ICP/AES).

ABSTRACT. The difficult for to use ICP/AES in organic solutions is known. The organic matrix is to remove with HCl and HClO₄. After wavelengths selection, performance figures of merit were determined for verification of detectability, sensitivity, and reproducibility. The wavelengths selected demonstrate very good performance figures of merit allowing very guaranteed limits in morfolin.

INTRODUÇÃO

A Dificuldade da utilização da técnica de ICP/AES em amostras orgânicas é a muito tempo conhecida. Alguns autores mencionaram condições e rotinas para análise de impurezas metálicas nas mais variadas matrizes orgânicas com a utilização de espectrômetros de plasma [1,2]. Este trabalho demonstra a utilização de uma metodologia alternativa para a análise de ferro e cobre em morfolina.

TECNICA DE ANALISE E INSTRUMENTAÇÃO:

Os métodos analíticos envolvendo compostos orgânicos não foram reproduzidos em nosso laboratório, uma vez que a sustentação do plasma mediante a solução orgânica possui a duração de alguns segundos. A metodologia empregada foi coletar uma alíquota de 100 mL de morfolina e levá-la à secar. Um ataque ácido composto por HCl e HClO₄ foi utilizado para a completa destruição da fase orgânica e posterior dissolução dos elementos metálicos, posterior determinação por ICP/AES [3-4].

O equipamento usado é um espectrômetro ARL Minitorch 3410 ICP. As características do aparelho e as condições de análises foram: Espectrômetro Sequencial um metro, Czerny-Turner; Grade Holográfica, 2400 linhas/mm; Resolução = 0,010 em 1^a ordem; Potência Incidente = 450 Watts; Potência Refletida (10 Watts;

Para a determinação dos elementos de interesse (Fe e Cu), foram escolhidos comprimentos de onda [5-7] livres de interferências e que possuíssem uma alta sensibilidade de modo a permitir limites de detecção adequados às especificações utilizadas pelo fabricante ((ug/mL).

Os padrões de calibração foram montados de modo a possuírem 0, 1 e 2 ug/mL de Fe e Cu em água, mais a mesma concentração de ácidos que estão contidos na amostra, ampolas hidrossolúveis da Merck foram utilizadas para esta finalidade.

RESULTADOS:

A tabela I ilustra os resultados obtidos para morfolina usando as linhas analíticas selecionadas.

Tabela I. Precisão e Exatidão para Morfolina

Elemento	Amostra Sintética (ug/mL)	Valor Encontrado (ug/mL)	Precisão (% RSD)	Erro Relativo (%)
Fe	0,50	0,51	0,4; n=10	2,0
	1,00	0,99	0,7; n=10	1,0
Cu	0,50	0,50	0,8; n=10	---
	1,00	1,02	0,3; n=10	2,0

n - número de determinações

A tabela II realiza a comparação entre os resultados obtidos em análises de morfolina reagente p.a., morfolina produzida pelo nosso cliente, os limites de detecção e garantido obtidos para ferro e cobre.

Tabela II. Valores Típicos Obtidos para Morfolina*

Elemento	L.D. (ng/mL)	L.B. (ng/mL)	Reagente p.a. (ng/mL)	Produzida (ng/mL)
Fe	1,1	5,5	(5,5	55
Cu	0,8	4,0	(4,0	30

* - 12 lotes de amostras analisadas

CONCLUSÕES:

Os resultados obtidos (RSD's (1% , e erro relativo (2%) viabilizaram a utilização desta rotina analítica no controle de produção e na qualificação de produtos finais, apesar de envolver várias etapas de análise e de consumirem tempo devido à etapa de secagem. Um fator favorável do processo de remoção do composto orgânico é uma maior sensibilidade alcançada, resultando em baixos limites de detecção. A metodologia desenvolvida encontra-se em rotina no Laboratório de Controle de Qualidade do Centro de Materiais Refratários da Fundação de Tecnologia Industrial. Estudos sobre a análise direta de impurezas metálicas em morfolina e outros compostos orgânicos estão em andamento.

BIBLIOGRAFIA:

- [1] Hughes, T.C., Analysis of Lead Gasoline and Other Natural Oil Based Hydrocarbons by ICP, Preliminary Report, T. & E. Hughes Analytical Consulting.
- [2] Walton, S.J., Analysis of Sewage Sludges Using a 3410 ICP, Report 87001, Applied Research Laboratories, 1987.
- [3] Conti, R.A., e Bizaio, L.R., Determinação de Hf e Zr em Soluções de Oxidocloreto de Zircônio por ICP/AES, XXXV Congresso Brasileiro de Cerâmica e III Congresso Ibero-Americano de Cerâmica, Vidros e Refratários, Belo Horizonte (MG), Maio, 1991.
- [4] Bizaio, L.R., e Conti, R.A., Determinação da Composição de Sistemas Supercondutores Cerâmicos Y-Ba-Cu-O e La-Sr-Cu-O por ICP/AES, XIV Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, Caxambú (MG), Maio, 1991.
- [5] Harrison, B.R., MIT Wavelength Tables, The MIT Press, Cambridge, Ma. and London, England, 2, 1969.
- [6] Winge, R.K.; Fassel, V.A.; Peterson, V.J.; and Floyd, M.A., Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy, An Atlas of Spectral Information, Elsevier, Amsterdam, Oxford, New York, Tokio, 1985.
- [7] Boumans, P.W.J.M., Line Coincidence Tables for Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, v. 1 and 2, Pergamon Press, Oxford, New York, Toronto, Sidney, Paris, Frankfurt, 2nd ed., 1984.