

DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA DE ÓXIDO DE TUNGSTÊNIO POR ESPECTROMETRIA DE EMISSÃO ATÔMICA VIA PLASMA INDUTIVAMENTE ACPLPLADO (ICP/AES). Rosa_Ónia_Cótti e Luiz_Bernaldo_Bizaio - Fundação de Tecnologia Industrial - Centro de Materiais Refratários - Lorena - SP - Cx Postal 16 - CEP 12600

A tabela II realiza a comparação entre os resultados obtidos em análises óxido de tungstênio, os limites de detecção e limites garantidos que foram obtidos, e os limites de detecção tabelados por Boumans [11].

DETERMINATION OF CHEMICAL COMPOSITION IN TUNGSTEN OXIDE BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA - ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY.

ABSTRACT. The oxide obtained for sheelit is to confirm by ICP/AES. After wavelengths selection, performance figures of merit were determined for verification of detectability, sensitivity, and reproducibility in 10000 ug/ml of W₂O₃ matrix. Detection Limits: Mo=10.8; Ca=8.4; Fe=5.0; and Al=1.0 ppb (in solution). Typical Analysis: Mo=4000; Fe=20; Ca < 4 and Al=350 ug/g. Sample and standard preparation is simple without complicated chemical techniques. ICP/AES is a very acceptable technique for the determination of trace elements in pure tungsten oxide for quality control of pilot production.

INTRODUÇÃO

A Fundação de Tecnologia Industrial (FTI) estabeleceu em 1978 o Centro de Materiais Refratários (CEMAR) para viabilizar a produção e obtenção de óxidos, sais, materiais especiais. Atualmente o CEMAR possui métodos estabelecidos para produção de metais e ligas refratárias. O óxido de tungstênio é empregado na produção de ligas Ta-10%W, Nb-10%W e Nb-20%Ta-10%W.

TÉCNICA DE ANÁLISE E INSTRUMENTAÇÃO:

Os métodos comumente utilizados para a análise de compostos refratários envolvem várias etapas de análises, consumo de tempo, possuem alto custo e são difíceis de serem colocadas em regime de rotina para controle da produção e qualificação de produtos finais em escala piloto. Esses fatores levaram à utilização de métodos instrumentais de análise como a espectrofotometria de absorção atômica com chama e mais recentemente por ICP/AES [1-8].

O equipamento usado é um espectrômetro ARL Minitorch 3410 ICP. Para a determinação dos elementos de interesse (Mo, Ca, Fe, e Al), foram escolhidos comprimentos de onda [9-11] livres de interferências e que possuíssem uma alta sensibilidade. A massa e o volume das amostras foram estabelecidos com base de concentração para uma matriz de 10000 ug/mL do óxido. A dissolução das amostras foi realizada com misturas de ácidos inorgânicos (HF/HNO₃) sob aquecimento e em sistema de decomposição de amostras. Os padrões de calibração foram montados de modo a possuírem a mesma concentração da matriz, onde foram adicionados concentrações conhecidas dos elementos de interesse. Foram utilizados padrões da CERAC Incorporated na simulação da matriz nos padrões de calibração e ampolas hidrosolúveis da Merck.

RESULTADOS:

A tabela I mostra a precisão e a exatidão dos resultados obtidos para o óxido de tungstênio em um total de 12 lotes analisados, usando as linhas analíticas selecionadas.

Tabela I. Precisão e Exatidão para óxido de Tungstênio

Elemento	Amostra Sintética (ug/mL)	Valor Encontrado (ug/mL)	Precisão (% RSD)	Erro Relativo (%)
Al	5,00	5,10	2,0	2,0
Fe	5,00	4,95	0,5	1,0
Ca	5,00	5,05	1,2	1,0
Mo	5,00	5,05	0,9	1,0

Tabela II. Valores Obtidos para óxido de Tungstênio

Elemento	L.D. (ng/mL)	L.G. (ng/mL)	W ₂ O ₃ (ug/g)	L.D. [11] (ng/mL)
Al	1,0	5,0	350	19,0
Fe	5,0	24,9	20	8,0
Ca	8,4	41,8	< 4	50,0
Mo	10,8	54,2	4000	8,0

CONCLUSSES:

A técnica de ICP/AES apresenta valores de precisão e exatidão que permitem utilizar a metodologia desenvolvida com alto grau de confiabilidade na qualificação do óxido de tungstênio. A utilização da simulação da matriz e a escolha dos comprimentos de onda adequados forneceram condições para que a metodologia não necessitasse de correções espectrais e correção de fundo. A sensibilidade dos comprimentos de onda selecionados apresentou limites de detecção menores que os tabelados por Boumans [11] para Al, Fe e Ca. A metodologia desenvolvida encontra-se em rotina no Laboratório de Controle de Qualidade da FTI-CEMAR.

BIBLIOGRAFIA:

- [1] Fujino, M.; Narita, M.; and Mogi, F., Tetsu to Hagane, 73, 1987, pp. 1413-1418.
- [2] Qi, W.D.; Yuan, F.; and Guan, S.L., Xiyou Jinshu, 7, 1988, pp. 59-64.
- [3] Conti, R.A., e Bizaio, L.R., Determinação de Traços Metálicos em Titânio Puro por ICP/AES, 13ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, Caxambú (MG), Maio, 1990.
- [4] Ortner, H.M.; Blodorn, W.; Friedbacher, G.; Grasserbauer, M.; Krivan, V.; Virag, A.; Wilhartitz, P.; and Wunsch, G., High Performance Analytical Characterization of Refractory Metals, Mikrochim Acta, 1, 1987, pp. 233-240.
- [5] Floyd, R.C., and Conti, R.A., Determination of Trace Impurities in Pure Niobium by ICP/AES, 1990 Pittsburgh Conference & Exposition on Chemistry and Applied Spectroscopy, New York City (USA), May, 1990.
- [6] Conti, R.A., Bizaio, L.R., e Floyd, R.C., Determinação de Impurezas Metálicas em Materiais Refratários por ICP/AES, IX Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Águas de São Pedro (SP), Dezembro, 1990.
- [7] 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.
- [8] Bizaio, L.R., e Conti, R.A., Determinação da Composição Química de Ilmenita por ICP/AES, XIV Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, Caxambú (MG), Maio, 1991.
- [9] Harrison, G.R., MIT Wavelength Tables, The MIT Press, Cambridge, Ma. and London, England, 2, 1969.
- [10] 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.
- [11] 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.