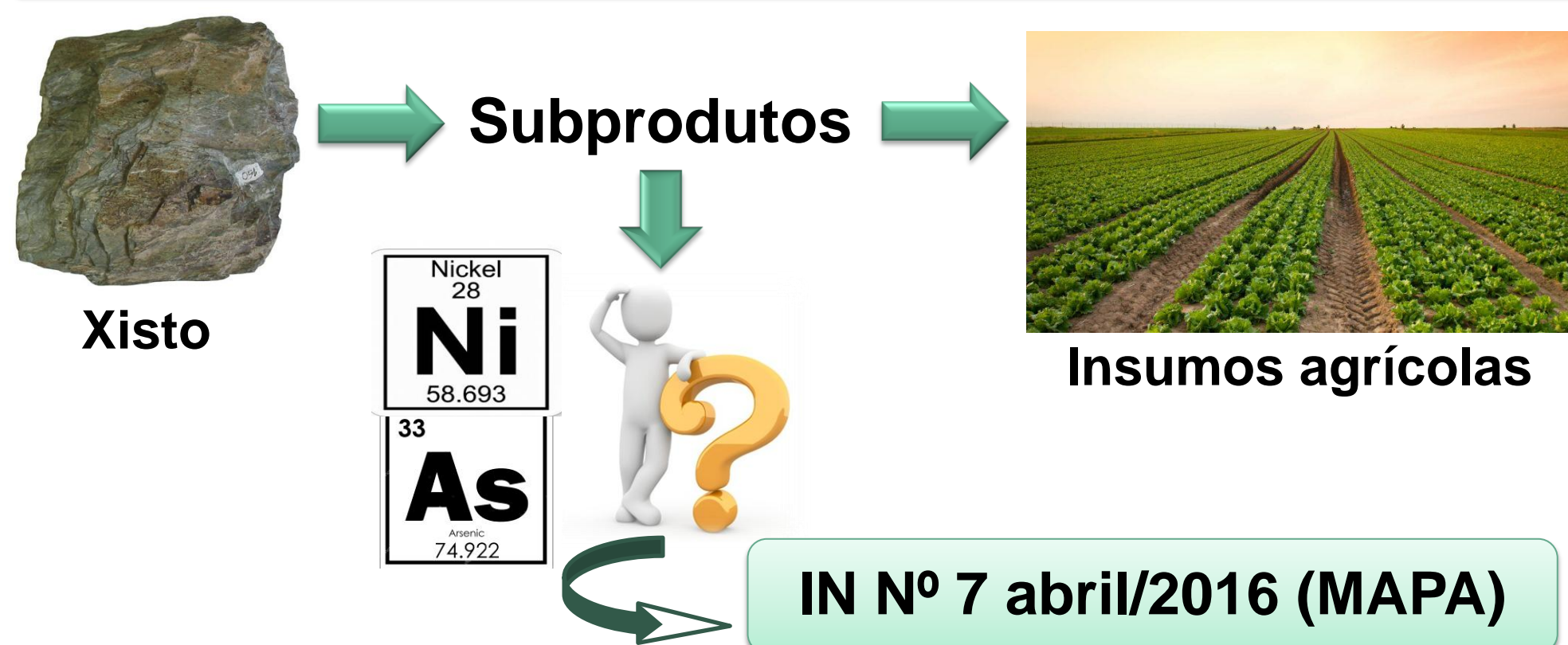


Determinação de Ni e As em subprodutos da mineração do xisto com potencial uso agrícola via HR-CS SS-GF AAS

Rafaela O. Anderi (IC); Maria Goreti R. Vale (PQ)
Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

GRUPO DE ANÁLISE DE TRAÇOS
Instituto de Química - UFRGS

INTRODUÇÃO



OBJETIVO

Desenvolver métodos para a determinação de níquel (Ni) e arsênio (As) em subprodutos da industrialização do xisto utilizando a Espectrometria de Absorção Atômica de Alta Resolução com Fonte Contínua e Forno de Grafite e análise direta de amostras sólidas (HR-CS SS-GF AAS).

EXPERIMENTAL



RESULTADOS

Modificadores químicos

Ni
10 μg de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ + Triton X-100 (0,05%)

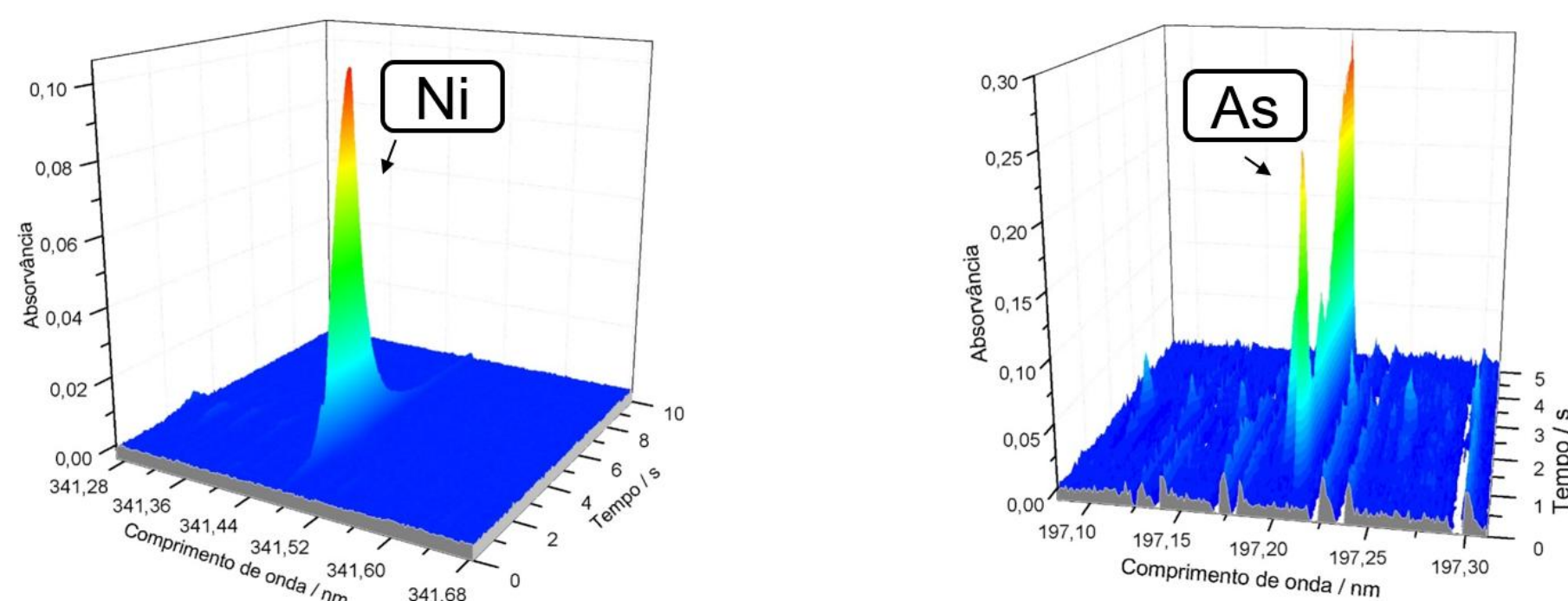
As
400 μg de Ir + 5/3 μg de Pd/Mg

Programa de aquecimento

Etapa	Temperatura °C	Rampa °C s ⁻¹	Patamar s	Fluxo de gás L min ⁻¹
Secagem	90 ^a , 80 ^b	3 ^{a,b}	20 ^{a,b}	2 ^{a,b}
Secagem	110 ^{a,b}	5 ^{a,b}	10 ^{a,b}	2 ^{a,b}
Pirólise	800 ^a , 1100 ^b	300 ^{a,b}	30 ^{a,b}	2 ^{a,b}
Atomização	2500 ^a , 2400 ^b	3000 ^{a,b}	10 ^a , 5 ^b	0 ^{a,b}
Limpeza	2600 ^a , 2550 ^b	500 ^{a,b}	4 ^{a,b}	2 ^{a,b}

a) Ni; b) As

Espectros de Ni e As para a amostra finos de xisto



Parâmetros de mérito

	Regressão linear / ng	R	LOD / $\mu\text{g g}^{-1}$	LOQ / $\mu\text{g g}^{-1}$	m_0 / pg
Ni	$A_{\text{int}} = 0,05004m + 0,0022$	0,9982	0,26	0,86	80
As	$A_{\text{int}} = 0,0336m + 0,0038$	0,9976	1,75	5,85	120

Avaliação da exatidão

CRM	Certificado $\mu\text{g g}^{-1}$	Encontrado $\mu\text{g g}^{-1}$	t_{cal}
Ni			
SGR-1	29*	30,4 ± 2,2	1,5
NIST 2704	44,1 ± 3,0	44,5 ± 3,3	0,3
SARM 20	25 ± 2,0	24,3 ± 1,9	0,9
As			
SGR-1	67,0 ± 5,0	64,8 ± 3,8	1,3
MESS 2	20,7 ± 0,8	20,6 ± 1,4	0,2
BCR 40	13,2 ± 1,1	12,5 ± 1,0	1,6

*Valor de referência; $t_{\text{crit}} = 2,8$; Média ± SD

Aplicação do método

Amostras	Ni / mg kg ⁻¹	As / mg kg ⁻¹
Finos de Xisto	44,0 ± 4,3	51,8 ± 2,9
Xisto Retortado	37,4 ± 3,8	40,1 ± 3,0
Calcário de Xisto	22,8 ± 1,1	30,2 ± 2,8

Média ± SD (n=5)

CONCLUSÕES

A técnica de HR-CS SS-GF AAS foi adequada para a determinação de Ni e As nas amostras investigadas, permitindo análises rápidas, exatas e precisas com mínima preparação das amostras.

AGRADECIMENTOS

pro-pesq
Pró-Reitoria de Pesquisa - UFRGS

CAPES

CNPq

INCT
ENERGIA & AMBIENTE