

Substituição do tetraborato de lítio utilizado na etapa de fusão de amostras geológicas pelo ácido bórico para a redução do teor de sólidos totais dissolvidos nas soluções analisadas por ICP OES

Replacement of lithium tetraborate used in the fusion step of geological samples by boric acid to reduce the total dissolved solids content in the solutions analyzed by ICP OES

Sônia da Silva

Bolsista do Programa de Capacitação Institucional
Técnica em Química

Manuel Castro Carneiro

Supervisor, Doutor em Química

Andrey Linhares Bezerra de Oliveira

Colaborador, Mestre em Química

Resumo

A decomposição de amostras minerais por fusão com fundentes apropriados, seguida da dissolução ácida, é muito utilizada para a dissolução de amostras geológicas, cujas fases refratárias não são facilmente dissolvidas diretamente em ácidos. Entretanto, para a quantificação dos analitos por ICP-MS, esse método não é adequado devido ao alto conteúdo de sólidos totais dissolvidos (STD) na solução final. Os resultados parciais indicam que o conhecimento da mineralogia das amostras é de fundamental importância para o entendimento das reações que ocorrem entre as amostras e os fundentes.

Palavras chave: Fusão, amostras geológicas, tetraborato de lítio, ácido bórico.

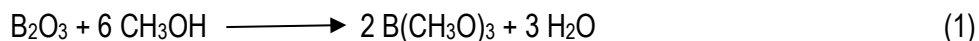
Abstract

The decomposition of mineral samples by fusion with appropriate fluxes, followed by acid dissolution, is widely used for the dissolution of geological samples, whose refractory phases are not easily dissolved directly into acids. However, for the quantification of the analytes by ICP-MS, this method is not suitable due to the high level of total dissolved solids (STD) in the final solution. The partial results indicate that the knowledge of the mineralogy of the samples is of fundamental importance for the understanding of the reactions that occur between the samples and the fluxes.

Key words: Fusion, geological samples, lithium tetraborate, boric acid.

1. Introdução

No relatório anterior, primeira parte deste trabalho, foi demonstrada a viabilidade da utilização do H_3BO_3 seguido da esterificação com metanol. Nesta segunda parte, foi utilizado o etanol em substituição ao metanol com o objetivo de diminuir a toxicidade do álcool.



2. Objetivo

Eliminar o boro da solução resultante da fusão com etanol e dissolução de amostras geológicas.

3. Materiais e Métodos

O procedimento consistiu em aquecer previamente uma mistura homogênea de H_3BO_3 (1,0 g) com a amostra (0,1000 g), contido em um cadinho de platina, seguido de aquecimento em mufla a 900 ou 1000°C, durante 5 h. Após essa etapa, o boro foi eliminado por adições sucessivas de etanol e aquecimento em placa elétrica até a obtenção de massa constante do fundido. O fundido foi arrefecido até a temperatura ambiente, e solubilizado com uma solução nítrica (HNO_3 10% v/v).

4. Resultados e Discussões

A Tabela 1 apresenta as recuperações dos elementos majoritários presentes nos MRCs NIST SRM 688 e NIST SRM 25d. Recuperações entre 80 e 120% foram consideradas satisfatórias (US EPA, 2014).

Tabela 1. Valores de frações mássicas médias (%) e recuperações % de elementos majoritários obtidos por ICP OES após fusão do MRC com H_3BO_3 como fundente e remoção do boro com etanol (n = 5) a 1000°C

	NIST SRM 688			NIST SRM 25d		
	Média, %	SD	Rec. %	Média	SD	Rec. %
Ferro	6,89	0,29	98,8	2,8	0,05	102,2
Potássio	0,15	0,01	92,2	0,72	0,13	107,5
Magnésio	5,0	0,21	98,6	0,08	0,00	NC
Manganês	0,12	0,00	95,4	52,40	1,14	130,7

5. Conclusões

Considerando a remoção do boro, podemos afirmar que o etanol é tão eficiente quanto o metanol, com a vantagem de ser muito menos tóxicos. O Mn foi excessão com valor de recuperação do MCR Nist SRM 25d de 130,7%, fato esse que deverá ser reavaliado com mais digestão e quantificação da amostra.

6. Agradecimentos

Ao meu orientador Dr. Manuel Castro Carneiro, ao Andrey Linhares, Kátia B. Alexandre pelo companheirismo e ajuda na elaboração do trabalho, ao Dr Arnaldo Alcover Neto pela confiança, ao CETEM pela oportunidade e ao CNPq pela concessão de bolsa PCI.

7. Referências Bibliográficas

ASTM International Chapter 7-**Miscellaneous Dissolutions**, in A Manual for the Chemical Analysis of Metals. T. Dulski (West Conshohocken, PA: ASTM International, 1996). p. 82-92.

MUTSUGA, M.; SATO, K.; KAWAMURA, Y, Analytical methods for SiO₂ and other inorganic oxides in titanium dioxide or certain silicates for food additive specifications. **Food Additives & Contaminants: Part A**, v. 28, p. 423-427, 2011.

NETE, M.; PURCELL, W.; SNYDERS, E.; NEL, J.T. Alternative dissolution methods for analysis of niobium containing samples, **South African Journal of Chemistry**. v. 63, p. 130-134, 2010.

TOTLAND, M.; JARVIS, I.; JARVIS, K.E. An assessment of dissolution techniques for the analysis of geological by plasma spectrometry, **Chemical Geology**. v.95. p. 32-62, 1992.

US EPA Inductively coupled plasma-optical emission spectrometry. Method 6010D, revision 4, 2014.