

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS DE LIGAS E AÇOS PARA ANÁLISE DE BORO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA. COMPARAÇÃO ENTRE DIGESTÃO ÁCIDA CONVENCIONAL E POR FORNO DE MICROONDAS.

Elizabeth Sonoda Keiko **Dantas**(PQ), Maria Aparecida Faustino Pires(PQ)
Rademaks Bento de Oliveira (IC)
IPEN/CNEN-SP
C.P 51049, Pinheiros, CEP 05422-970, São Paulo, S.P.

“PALAVRAS CHAVE”: BORO, ABSORÇÃO ATÔMICA, DIGESTÃO MICROONDAS.

RESUMO

Procedimentos de dissolução de aços/ligas contendo boro foram estudados para verificar a possibilidade de perda durante a preparação das amostras para a determinação de boro por absorção atômica. Foram comparados dois procedimentos de preparação de amostras: digestão ácida em chapa de aquecimento com controle de temperatura e digestão ácida em forno de microondas fechado. Os resultados mostraram que comparada com a dissolução clássica (digestão em chapa de aquecimento), a digestão em forno de microondas produz resultados compatíveis, porém com um tempo de reação bem menor. A determinação de boro por espectrometria de absorção atômica com chama não apresenta problemas para amostras que contenham teores de boro na faixa de 1% ou maiores. Podemos concluir que a digestão com forno de microondas para análise de boro em amostras de ligas e aços borados é uma alternativa viável para economia de tempo na preparação de amostras.

IPEN / CNEN - SP
BIBLIOTECA
Produção Científica

8º Encontro Nacional de Química Analítica,
Belo Horizonte, MG, 3-6 de setembro, 1995.

INTRODUÇÃO

A preparação de amostra é responsável pela exatidão e precisão de uma análise. A abertura da amostra é uma das partes mais importantes num procedimento analítico, uma vez que a maioria das técnicas analíticas quantitativas exige que a amostra esteja no estado líquido¹. Entretanto, os dois métodos de digestão mais comuns, digestão a seco (calcinação) e digestão por via úmida geralmente são demorados e podem ser fontes de contaminação da amostra.

Nos últimos anos, surgiu um método alternativo de abertura de amostras que utiliza o forno de microondas para eliminar os problemas da digestão convencional para uma grande variedade de amostras².

Métodos convencionais de dissolução de aços para a determinação de Boro, utilizam misturas de H_2SO_4/H_3PO_4 sob refluxo^{3,4} ou outras misturas⁵.

Para eliminar o uso de refluxo e evitar a perda de boro por volatilização^{6,7}, utilizou-se neste trabalho, a digestão ácida (HCl/HNO_3) em chapa de aquecimento com controle de temperatura.

Como esse procedimento mostrou-se muito demorado, foi estudada também a digestão ácida em forno de microondas fechado como método alternativo para a dissolução de amostras de aço borado.

¹LAMBLE, K. and HILL, S.J. Determination of Trace Metals in Tea using Both Microwave Digestion at Atmospheric Pressure and Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. *Analyst*, **120**, 413-17, 1995.

²TAMBA, M.G.D.M. and FALCIANI, R. One-step Microwave Digestion Procedure for the Determination of Aluminium in Steels and Iron Ores by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. *Analyst*, **119**, 2081-85, 1995.

³PASZTOR, L. and BODE, J.D. Determination of Micro Quantities of Boron in Steel by a Solvent Extraction Method. *Anal. Chem.*, **32**(2), 277-81, 1960.

⁴BELL, D. and McARTHUR, K. The Colorimetric Determination of Boron in Carbon and Stainless Steels. *Analyst*, **93**, 298-305, 1968.

⁵BHARGAVA, Om P. and GRANT HINES, W. Rapid Spectrophotometric Determination of Boron in Steel. *Talanta*, **17**, 61-66, 1970.

⁶livro

⁷FELDMAN, C. Evaporation of Boron from Acid Solutions and Residues. *Anal. Chem.*, **33**, 1916-20, 1961.

A determinação de boro foi feita por espectrometria de absorção atômica com chama.

PARTE EXPERIMENTAL

Instrumentação

A digestão em forno de microondas foi feita num Sistema de Preparação de Amostras por Microondas modelo MDS-2000 da CEM Corporation com máximo de potência nominal de 630 W. A dissolução das amostras foi feita em frascos de Teflon PTA, sendo um deles equipado com sistema de controle de pressão automático.

O boro foi determinado utilizando o espectrofotômetro de absorção atômica Perkin Elmer modelo 5000, com chama de óxido nitroso/acetileno. a absorbância foi medida em 249,8 nm com uma banda espectral de 0,7 nm. A concentração do boro foi obtida interpolando-se a absorbância lida na curva analítica do boro ($A \times \text{Conc.}$)

Reagentes

Solução padrão de boro Merck 1 mg/mL.

Ácidos nítrico, clorídrico e fluorídrico Merck grau p.a.

Todas as diluições foram feitas com água Milli-Q. Para a digestão em chapa de aquecimento utilizou-se bequer de teflon.

Preparação da amostra

. Digestão em chapa de aquecimento

Para esse experimento uma amostra com 0,20g de aço 304 com boro, foi aquecida a $\sim 70^{\circ}\text{C}$ em chapa de aquecimento com 10 mL de HNO_3 conc. até o término aparente da reação ($\sim 1,30$ h). A seguir, adicionaram-se 5 mL de HCl conc. e continuou-se o aquecimento a 70°C

por aproximadamente 6 horas. Após uma pernoite de digestão a frio, continuou-se o aquecimento a 70°C por mais 6,30 horas.

A reação foi realizada em bequer de teflon. Utilizou-se temperatura baixa de digestão para evitar perda de boro por volatilização.

Após a dissolução total, a amostra foi transferida para balão de 50 mL de nalgene e o volume foi completado com água Milli-Q.

. Digestão em forno de microondas

Utilizou-se o programa recomendado no manual do forno de microondas para a dissolução de amostras de aço. Os parâmetros encontram-se na Tabela I.

Tabela 1. Programa de solubilização utilizado no forno de microondas

Estágio	1
% Potência	50
PSI	80
Tempo (min)	45
Massa amostra (g)	0,5
HCl (mL)	3
HNO ₃ (mL)	3
HF (mL)	5

Observou-se nesse primeiro experimento, perda de boro que foi atribuída à presença de HF.

Tentou-se então a dissolução sem a presença de HF, com massa menor (0,2 g) e utilizando 100% de potência. Houve uma sobra substancial de material não solubilizado.

Nova tentativa foi feita desta vez diminuindo a quantidade de HF adicionado de 5 para 0,5 mL. Obteve-se dissolução total da amostra. Neste

procedimento utilizaram-se 0,2 g de amostra de aço borado na presença de 4,5 mL HCl conc., 1,5 mL HNO₃ e 0,5 mL de HF e 100% da potência.

Após resfriar e baixar a pressão nos vasos, a amostra completamente solubilizada foi transferida para balão volumétrico de 50 mL de nalgene e o volume completado com água Milli-Q.

. Dissolução de amostras de liga Nd-B-Fe

A título de comparação foram analisadas também amostras de liga de Nd-B-Fe.

Para a preparação de amostra foi utilizado o método da digestão em chapa de aquecimento com temperatura controlada. Como a liga dissolve rapidamente (~15 min.), não foi realizada a digestão em forno de microondas.

A 0,2 g de amostra de liga Nd-B-Fe foram adicionados 5 mL de HCl conc. A mistura foi aquecida a 70⁰C em chapa de aquecimento até dissolução total da amostra. A reação foi realizada em bequer de teflon.

A amostra completamente solubilizada foi transferida para balão volumétrico de 50 mL de nalgene e o volume completado com água Milli-Q.

RESULTADOS

Na Tabela 2 encontram-se os valores encontrados na análise de amostras de aço borado 304 e ligas de Nd-B-Fe..

Tabela 2. Valores encontrados na análise de aço borado e liga Nd-B-Fe

AMOSTRAS	B (%)
Liga Nd-B-Fe	
1A*	1,03±0,04 ^a
2A*	0,96±0,07 ^b
3A*	1,34±0,03 ^c
Aço borado	
Chapa	1,37±0,04 ^c
Forno	1,36±0,05 ^d

^a - média de 3 determinações

^b - média de 4 determinações

^c - média de 6 determinações

^d - média de 8 determinações

* - digestão em chapa de aquecimento

CONCLUSÕES

- O volume de HF recomendado no procedimento para dissolução de aço no forno de microondas provoca perda de boro. A ausência de HF não permite dissolução total da amostra. É necessária a adição de um volume mínimo de HF (para 0,2 g \Rightarrow 0,5 mL HF)
- Pela Tabela 1 podemos verificar que o procedimento desenvolvido neste estudo para a dissolução de aço borado em forno de microondas é bastante efetivo, com uma economia de tempo de aproximadamente 13 horas em relação à digestão em chapa de aquecimento.
- Podemos concluir portanto, que o forno de microondas é uma ferramenta bastante útil em laboratórios de química analítica e uma alternativa bastante viável para economia de tempo na preparação de amostras.

AGRADECIMENTOS

Nossos agradecimentos à Dra. Rosa Ana Conte da Faculdade de Engenharia Química de Lorena (FAENQUIL/CEMAR) pelo fornecimento do aço 304 borado utilizado neste trabalho.