

DETERMINAÇÃO CRONOCOULOMÉTRICA DO ION URANILO EM MEIO NITRATO. Maria Inês Costa e Ivano G.R.Gutz (Departamento de Processos Especiais, IPEN/CNEN/SP e Instituto de Química da Universidade de São Paulo).

O controle do teor de urânio ao nível de partes por bilhão (ppb) é especialmente aplicado tanto à química ambiental como à prospecção geológica (águas naturais) e também na análise de substâncias biológicas visando a proteção radiológica. Com tal objetivo, o presente trabalho propõe um procedimento analítico voltamétrico, utilizando a onda catalítica do urânio em meio nitrato. O ion uranilo é eletroativo e pode ser determinado por técnicas voltamétricas e polarográficas, medindo-se a corrente de difusão da primeira ou segunda onda de redução. O limite de detecção (ld) situa-se na região de ppm ou sub-ppm. Há possibilidade de aumentar a sensibilidade medindo a corrente da onda catalítica que se forma em presença de nitrato. Medição dessa onda por polarografia de pulso diferencial estende o ld para próximo de 1 ppb. Para trabalhar com menor erro na faixa de ppb, procurou-se baixar ainda mais o ld . Nesta fase inicial, trabalhou-se com soluções puras, sem investigar o efeito de interferentes, minimizável por extração prévia. Conseguiu-se melhorar a separação entre a onda catalítica e a onda de redução de hidrogênio substituindo o eletrólito HNO_3 , 0,02 M por ácido fórmico 0,05 M e $LiNO_3$, 0,02 M. O eletrodo gotejante de mercúrio foi substituído por eletrodo de gota pendente e a medição da corrente foi feita na forma integrada, ou seja, através da cronocoulometria de duplo degrau de potencial, com 10 s por etapa, sendo $E_{inicial} = -0,8$ V vs ECS e $E_{final} = -1,15$ V vs ECS, tipicamente. Desta forma alcançou-se um $ld = 0,05$ ppb. Um aumento adicional de sensibilidade é possível com uma pré-concentração de U (V) na superfície do eletrodo antes da cronocoulometria. Com este recurso já foi possível alcançar um $ld = 0,03$ ppb, sendo que as condições ainda poderão ser melhoradas. (CNEN/FINEP).