

INTERFERÊNCIA DO FERRO PARA DETERMINAÇÃO DE CROMO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORÇÃO ATÔMICA

IRON INTERFERENCE FOR DETERMINATION OF CHROMIUM FOR ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

Ana Cristina de Oliveira Santos Andrade⁽¹⁾, Débora Gonçalves da Silva⁽²⁾

¹ SENAI PR, IST Meio Ambiente e Química, Curitiba, Brasil, ana.santos@pr.senai.br

² SENAI PR, IST Meio Ambiente e Química, Curitiba, Brasil, debora.silva@pr.senai.br

Resumo: A chama recomendada para determinação de cromo por Espectrometria de Absorção Atômica é a de ar-acetileno. Percebeu-se com a validação de metodologia que o laboratório realizou para solo, que a recuperação do cromo não atendeu aos critérios aceitáveis. Estudos bibliográficos indicaram que um provável interferente para o ensaio de cromo é o ferro devido à formação de um complexo. Este complexo é quebrado quando utiliza-se uma chama com temperatura mais elevada, como a de óxido nitroso/acetileno. Testes foram realizados para se determinar a partir de qual concentração o ferro torna-se um interferente para a determinação de cromo por Espectrometria de Absorção Atômica e comprovar a eliminação da interferência através do uso da chama de óxido nitroso/acetileno.

Palavras Chaves: Cromo, Ferro, Interferência, Absorção Atômica.

Abstract: The flame recommended for determination of chromium by atomic absorption spectrometry is the air-acetylene. With the validation of the method for soil we have noticed that the recovery for chromium is out of the acceptable criteria. After research carried out it was found that a probable interferer assay for chromium iron is due to the formation of a complex. This complex is broken when used with higher flame temperatures - nitrous oxide / acetylene. Tests were carried out to prove in which concentration iron becomes an interference for the determination of chromium by Atomic Absorption Spectrometry and prove the elimination of interference by the use of flame nitrous oxide / acetylene.

Keywords: Chromium, Iron, Interference, Atomic Absorption.

1. INTRODUÇÃO

O método de referência para determinação de cromo em águas e efluentes por Espectrometria de Absorção Atômica recomenda que seja realizado esta determinação em chama de Ar-Acetileno [4].

O ferro presente em determinada concentração torna-se um interferente para ensaio de cromo por Espectrometria de Absorção Atômica na chama de Ar/Acetileno. Ocorre a formação de um complexo de ferro-cromo onde só é possível a sua quebra quando utilizado uma

chama que possui uma temperatura mais alta – Óxido Nitroso/Acetileno. [2].

Sabe-se que o ferro é um dos elementos mais abundantes da crosta terrestre surgindo como um dos primeiros constituintes do corpo sólido da Terra. É encontrado em alta concentração no solo, algumas águas superficiais e residuárias. [3].

Na validação de metodologia para determinação de cromo por Espectrometria de Absorção Atômica em Chama de Ar/Acetileno com inserção de padrão na matriz solo observou-se uma recuperação do cromo na faixa dos 70%, não atendendo os critérios de aceitação para o método (80 a 120%) citado em EPA Method 7000B [1]. Quando alterou-se o tipo de chama para Óxido Nitroso/Acetileno obteve-se uma porcentagem de recuperação dentro do critério de aceitação acima mencionado.

Diante deste fato e sabendo que a matriz solo possui alta concentração de ferro decidiu-se verificar a partir de qual concentração o ferro efetivamente torna-se um interferente para determinação de cromo por Espectrometria de Absorção Atômica em Chama de Ar/Acetileno.

2. OBJETIVO

Este trabalho apresenta o estudo realizado para avaliar a partir de qual concentração o ferro torna-se um interferente para determinação de cromo por Espectrometria de Absorção Atômica em chama Ar/Acetileno. Apresenta ainda os resultados que demonstram que o uso da chama de Óxido Nitroso/Acetileno promove a recuperação de cromo dentro do critério de aceitação.

Como o objetivo é avaliar a interferência de ferro de uma maneira geral optou-se por realizar os testes em água ultra-pura com inserção de padrão em concentrações conhecidas – branco fortificado.

3. METODOLOGIA

Para o ensaio de cromo em questão utilizou-se para construção da curva de calibração os seguintes padrões: 0,05mg/L; 0,10mg/L; 0,50mg/L e 1,00mg/L. O equipamento utilizado para os ensaios foi o AA240FS da Agilent.

Como critério de aceitação para os resultados obtidos utilizou-se o estabelecido no Standard Methods para branco fortificado (blank spike) na Seção 3020B-b que estabelece uma porcentagem de recuperação entre 85% e 115%. [4].

Para as determinações de cromo em Chama de Ar/Acetileno e Óxido Nitroso/Acetileno foram utilizadas as concentrações fixas de 0,075mg/L e 0,75mg/L. Essas determinações foram realizadas em triplicata onde as concentrações de ferro foram inseridas crescentemente da seguinte maneira:

- Inserção de ferro nas concentrações de 0,10mg/L; 0,50mg/L; 1,00mg/L; 2,00mg/L; 3,00mg/L; 4,00mg/L e 5,00mg/L.

4. RESULTADOS OBTIDOS

Tabela 1: Cromo, C= 0,075 mg/L

Concentração Ferro (mg/L)	Ar/Acetileno – Cr	ON/Acetileno – Cr
0,10	0,079 – 105%	0,079 – 105%
0,50	0,075 – 100%	0,08 – 107%
1,00	0,072 – 96%	0,082 – 109%
2,00	0,04 – 53%	0,072 – 96%
3,00	0,03 – 40%	0,077 – 103%
4,00	0,04 – 53%	0,071 – 95%
5,00	0,05 – 67%	0,080 – 107%

Tabela 2: Cromo, C= 0,75 mg/L

Concentração Ferro (mg/L)	Ar/Acetileno – Cr	ON/Acetileno – Cr
0,10	0,74 – 98,7%	0,72 – 96%
0,50	0,74 – 98,7%	0,71 – 95%
1,00	0,69 – 92%	0,71 – 95%
2,00	0,65 – 87%	0,72 – 96%
3,00	0,60 – 80%	0,68 – 91%
4,00	0,63 – 84%	0,68 – 91%
5,00	0,60 – 80%	0,69 – 92%

Com os resultados apresentados na Tabela 1 e 2 verifica-se que a partir da concentração de 2mg/L de ferro a porcentagem de recuperação de cromo fica abaixo do critério de aceitação estabelecido pelo Método (85 a 115%) quando utilizado Chama de Ar/Acetileno. Observa-se ainda que a interferência do ferro é mais acentuada para as menores concentrações de cromo.

Com a troca da chama de Ar/Acetileno pela de Óxido Nitroso/Acetileno, a interferência do ferro é corrigida, e a porcentagem de recuperação do cromo atende os critérios de aceitação, inclusive para baixas concentrações de cromo.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Através dos resultados apresentados nas Tabelas 1 e 2 verificou-se que quando utiliza-se a chama de Óxido Nitroso/Acetileno é possível corrigir a interferência do ferro na determinação do cromo por Espectrometria de Absorção Atômica.

Outro fato importante é que esta interferência só é notada quando a concentração de ferro na amostra está acima de 1,00 mg/L.

Diante dos fatos acima citados pode-se considerar que a metodologia mais

adequada para determinação de cromo por Absorção Atômica é utilizando a chama de Óxido Nitroso/Acetileno. A utilização da Chama de Ar/Acetileno para determinação de cromo pode ser usada quando a amostra possuir uma concentração de ferro abaixo de 1,00mg/L, porém, devido a dificuldade de conhecimento prévio sobre a composição da amostra (principalmente no caso de águas residuárias) é uma alternativa que deve ser evitada.

6. REFERÊNCIAS

- [1] EPA Método 7000B, revisão 2, fevereiro de 2007.
- [2] **Espectrometria de Absorção Atômica – Análise Instrumental.** Disponível em:< <http://www.ebah.com.br/content/ABAAABYFkAG/espectrofotometria-absorcao-atomica-analise-instrumental>> Acesso em 13 jul. 2015
- [3] **Hematita: Do óxido à vida cotidiana – Uma abordagem no ensino da química.** Disponível em:< http://www.decb.uerj.br/arquivos/monografia_s/Angela%20Aquino.pdf> Acesso em 13 jul. 2015
- [4] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 22ed., 2012.
- [5] VARIAN. Analytical Methods – Flame Absorption Spectrometry – Publication 85-100009-00, Revised March 1989.