

Papel de filtro como matriz sólida para a determinação de íons metálicos em águas empregando Espectroscopia de Emissão Óptica Induzida por Laser (LIBS).

Raiane S. Honorato*, Laiane M. Fontes, Ivo M. Raimundo Jr.

Resumo

O estudo visa determinar a viabilidade e os efeitos de se utilizar papel de filtro como matriz sólida para a análise de amostras líquidas a partir da técnica de Espectroscopia de Emissão Óptica Induzida por Laser (LIBS). Para isso, foram estudadas e analisadas amostras de Fe(III) e Ba(II), que foram submetidas a diferentes condições de pH, concentração e tempo de imersão no papel de filtro. Esses íons metálicos permitem a comparação de dois possíveis mecanismos de extração: precipitação e interação eletrostática entre o analito e as hidroxilas das fibras de celulose do papel de filtro.

Palavras-chave:

LIBS, Matriz Sólida, Espectroscopia.

Introdução

O LIBS é uma técnica analítica poderosa para estudo de composições de amostras, pois exige simples ou nenhum tratamento prévio do material. Uma vez energizada através do laser, a amostra sofre ablação e, ao retornar ao seu estado original, emite energia na forma de radiação. Essa energia é coletada através de uma fibra óptica, permitindo o registro do espectro da amostra. A técnica é muito eficiente para amostras sólidas. Para amostras líquidas, entretanto, a medida é dificultada, pois o processo de formação do plasma resulta na evaporação de parte da solução, comprometendo a precisão das medidas.

Uma solução elegante para essa complicação é o uso de um suporte sólido para o analito, através do processo de extração. Neste projeto, papel de filtro foi utilizado como matriz sólida para realizar a extração de soluções padrão de Fe(III) e Ba(II).

Resultados e Discussão

Primeiramente, identificou-se as raiais atômicas ideais para o estudo de cada íon ao sobrepor os espectros e determinar raiais características, presentes também em bancos de dados.

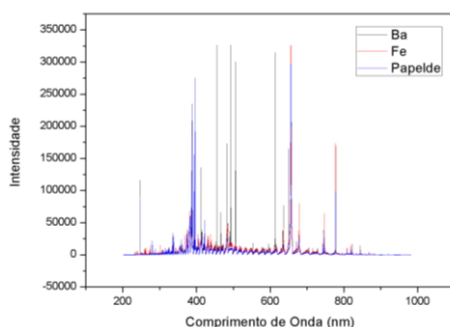


Figura 1. Espectros de ferro, bário e do papel de filtro sobrepostos.

Assim, adotamos as seguintes raiais durante o estudo: 455,4 nm para o bário e 275,57 nm para o ferro.

A fim de verificar um possível mecanismo de saturação do papel, realizou-se a extração das soluções iônicas nos tempos de 5, 10, 20, 30, 40, 50 e 60 min. Verificou-se que, nas mesmas condições de concentração e faixa de pH, o papel se satura no tempo de 10 min para ambas soluções.

Uma vez que, em faixas de pH mais elevadas, o íon Fe(III) se precipita e o íon Ba(II) não, esperou-se verificar os efeitos da precipitação do íon, presente em Fe(III), em relação à interação do íon com as hidroxilas do papel, predominante em Ba (II).

Realizou-se a extração da solução de Fe(III) em valores de pH 2, 4, 6, 8, 10 por todos os períodos de tempo citados. Como resultado, obtivemos os seguintes dados:

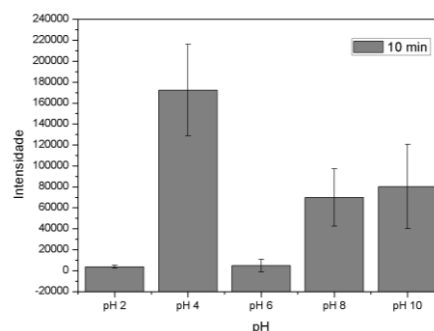


Figura 2. Intensidade das raiais de ferro em relação ao pH da solução no tempo de 10 min de extração

Observa-se uma grande intensidade da raia de ferro em pH 4,0. Em pH 6,0, o sinal decresce significativamente, indicando que a formação de precipitado (que ocorre acima de pH 5,0) não contribui no processo de extração. Observa-se, também, um aumento na intensidade em pH mais alto, devido à desprotonação mais efetiva das hidroxilas do papel.

Os resultados parciais da solução de Ba(II) na faixa de pH entre 2,0 e 10 comprovam o efeito da desprotonação, uma vez que a intensidade no pH 10 é muito maior em relação ao pH 2,0.

Conclusões

Os estudos realizados até então permitem concluir que a utilização do papel de filtro como matriz sólida é viável, desde que seja feita uma análise prévia das melhores condições de pH, concentração e tempo de imersão. Os resultados mostram que, ao ocorrer precipitação do íon de interesse, a adsorção diminui. Os efeitos da desprotonação das hidroxilas do papel se acentuam em altas faixas de pH.

Agradecimento

INCTAA