

28-D.2.1 DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO ISOTÓPICA DE BORO PELA TÉCNICA DE ESPECTROMETRIA DE MASSA TERMOIÔNICA. Maurício H. Kakazu, Jorge Eduardo de S. Sarkis e Isabel M. da Silva (Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN/CNEN-SP).

O elemento boro é de grande importância na tecnologia nuclear. O isótopo boro 10 possui abundância natural de cerca de 20% e devido a sua alta seção de choque de absorção de nêutrons (3837 Barns) é amplamente utilizado na fabricação de barras de controle em reatores nucleares assim como na fabricação de detectores de nêutrons. A análise isotópica de boro tem como uma das dificuldades a obtenção de forma química adequada para preparo de filme fino e homogêneo quando da deposição em filamento para espectrometria de massa. Neste trabalho é apresentado um estudo da determinação da composição isotópica de boro em amostras de diferentes procedências química. Assim sendo, analisou-se amostras de boro natural sob a forma de carbeto de boro, ácido bórico e padrão isotópico CEA (França) de boro elementar enriquecido a 90% em boro 10. As amostras foram preparadas de forma a convertê-las em tetraborato de sódio, forma química mais adequada para análise por espectrometria de massa. As análises isotópicas foram realizadas em espectrômetro de massa termoiônico VARIAN-MAT TH5 de focalização simples e setor magnético de 90°, utilizando-se sistema detector tipo copo de Faraday, medindo-se a espécie iônica (NaBO₂)⁺. O fator de correção para o efeito de fracionamento isotópico foi obtido medindo-se a razão isotópica boro 10/boro 11 no padrão isotópico ORNL (EUA), enriquecido a 96% em boro 10 e pela análise de boro natural em ácido bórico p.a. MERCK, cuja composição isotópica considerada foi o valor usualmente encontrado na literatura internacional. Os resultados encontrados indicam uma precisão de 0,5 a 1,0%. A exatidão obtida foi de 2%.

29-D.2.1 UTILIZAÇÃO DAS FASES MÓVEIS DIACETONA-ÁLCOOL: ÁCIDO CLORÍDRICO (1,0, 6,0 e 12,0M), (80:20) NA IDENTIFICAÇÃO DE MINERAIS. Manoel Lima de Menezes* e Joaquim Theodoro de Souza Campos (Departamento de Química Analítica do Instituto de Química de Araraquara - UNESP).

A dimetilcetona e o ácido clorídrico, que são a cetona e o ácido mais utilizados na separação cromatográfica de cátions inorgânicos, produzem diacetona-álcool, óxido de mesetilo e forona como produtos principais da reação de condensação aldólica de Bayer.

Assim, é interessante examinar o comportamento de misturas de diacetona-álcool e ácido clorídrico de diferentes concentrações como fase móvel.

Para isto determinaram-se 288 valores de R_F correspondentes aos 24 cátions inorgânicos mais comuns usando como fase estacionária papel Whatman nº 1 (técnicas ascendente e descendente) e camada delgada de celulose Avicel de 250 μ (técnica ascendente) e usando as fases móveis especificadas acima.

Estabeleceram-se as 72 curvas de R_F versus concentração de ácido clorídrico (espectros cromatográficos) que permitem determinar a influência da concentração de ácido sobre o valor do R_F . Também se construíram as 9 curvas de R_F versus número atômico do cátion propostas por WAQUIF e BAYBURDI que são muito úteis para estabelecer as separações de cátions que se podem obter utilizando os sistemas de fases móveis e estacionárias consideradas.

Aplicam-se estes resultados na análise qualitativa de 12 minerais brasileiros, identificando-se costumeiramente alumínio e ferro além dos cátions esperados a partir da composição química do mineral.

*Bolsista de Pós-Graduação da CAPES.

30-D.2.1 SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE REAGENTES ORGÂNICOS DERIVADOS DO ÁCIDO TIOGLICÓLICO E DA CISTEÍNA NA DETERMINAÇÃO UV-ESPECTROFOTOMÉTRICA DE METAIS. Ayrton Figueiredo Martins, Edisson Anzolin Filho, Clarice Borges Pinheiro e José Adriano Kielling (Departamento de Química da Universidade Federal de Santa Maria).

Com base na reação simples entre compostos carbonílicos e mercaptoácidos obtém-se alquil-mercaptocompostos geminados que demonstram capacidade de complexação para um grande número de metais (entre outros, Pd, Hg, Cd, Cu, Ag e Bi). Muitos destes complexos metálicos, em solução, apresentam elevada absorvidade molar no UV (a ~2000-10000 l.cm⁻¹.mol⁻¹), podendo ser utilizados em análise espectrofotométrica. Oito diferentes compostos carbonílicos foram utilizados na preparação de mercaptocompostos derivados do ácido tioglicólico e da cisteína, respectivamente (metanal, acetamida, furfural, ciclohexanona, ciclopentanona, difenilcarbazida, benzofenona, benzaldeído). As condições de reação foram otimizadas para cada síntese, em particular, e os produtos foram purificados e caracterizados por IR, RNM de ¹H e UV. Além do cálculo dos respectivos rendimentos (15-80%), determinou-se o PF (87-222°C), melhor solvente (água, etanol) e a estabilidade em solução (24-72 h).

Os complexos do ligante ciclohexanona/ácido tioglicólico com Pd e Hg foram escolhidos para a determinação do máximo em série isomolar (Método de Job), revelando uma relação molar 1:1 na faixa de pH 5,0-9,0. Não foi detectada variação significativa de absorvidade molar na faixa de pH entre 4,0-9,5. Na série de ligantes constatou-se a ação de efeitos estéricos sobre a posição do λ_{max} e sobre a absorvidade molar dos complexos. Por Titulação Espectrofotométrica com auxílio do ligante ciclohexanona/ácido tioglicólico encontrou-se teor de Pd em catalisador Pd/carvão ativo comparável ao obtido por Complexometria (9,5% Pd). (CNPq).