

QA-42

DETERMINAÇÃO VOLTAMÉTRICA DE Cu E Pb EM AMOSTRAS DE ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO

Marcelo Antonio Toledo de Oliveira (IC) e
Maria Inês Costa Cantagallo (PQ)
Coordenação de Caracterização de Materiais-ME/MEQ
IPEN/CNEN/SP-Caixa Postal 11049-CEP: 05422-970-São Paulo-SP

O óxido de zircônio é um produto de grande interesse para a área nuclear. Para tal deve ser caracterizado quanto ao teor de elementos, mesmo no nível de traços, que podem atuar como envenenadores ou como aceleradores em processos de corrosão. Porém, como o óxido de zircônio é refratário a praticamente qualquer processo de dissolução, as análises foram efetuadas a partir do óxido hidratado que é mantido em suspensão e é a substância imediatamente anterior ao produto final da sua linha de produção. Os conteúdos de chumbo e cobre foram determinados por técnica voltamétrica de dissolução anódica por pulso diferencial com eletrodo de mercúrio. Aplicou-se o método de adição de padrão, sendo os padrões preparados a partir de óxidos de metais de pureza espectrográfica e a água usada nas diluições foi purificada pelo sistema Milli-Q.

A suspensão é filtrada e o óxido é levado à estufa para secagem em temperatura abaixo de 100°C durante cerca de 20 horas. Uma alíquota do óxido é adicionada a uma solução de ácido nítrico 6M aquecido a 95°C e sob vigorosa agitação. Após alguns minutos retira-se da chapa de aquecimento e adiciona-se uma mistura de água bidestilada e peróxido de hidrogênio 100 V (V/V). O resíduo após a secagem é solúvel no eletrólito (KCl 0,1 M). Os resultados encontrados para os conteúdos de cobre e chumbo nessas amostras, descontados o branco, foi 0,02 µg/g e 0,25 µg/g, respectivamente.

(FAPESP, CNPq)