



INTRODUÇÃO

TERRAS RARAS

- Os elementos terras raras (REE) possuem grande importância industrial e valor agregado.
- Têm aplicação em dispositivos de elevada tecnologia, semicondutores, supercondutores, entre outros. O lantânio e o cério são especialmente usados na indústria petroquímica como catalisadores no refino do petróleo.
- COQUE DE PETRÓLEO:** é um derivado obtido no processo de refino do petróleo e é usado na fabricação de eletrodos para processos eletrometalúrgicos ou processos industriais, fabricação do aço, etc. Para este fim, é necessário alto grau de pureza. Conseqüentemente, torna-se importante o controle de REE neste tipo de amostra.
- A maioria das técnicas analíticas adequadas para determinação de REE requer uma etapa prévia de preparo de amostra.

OBJETIVOS

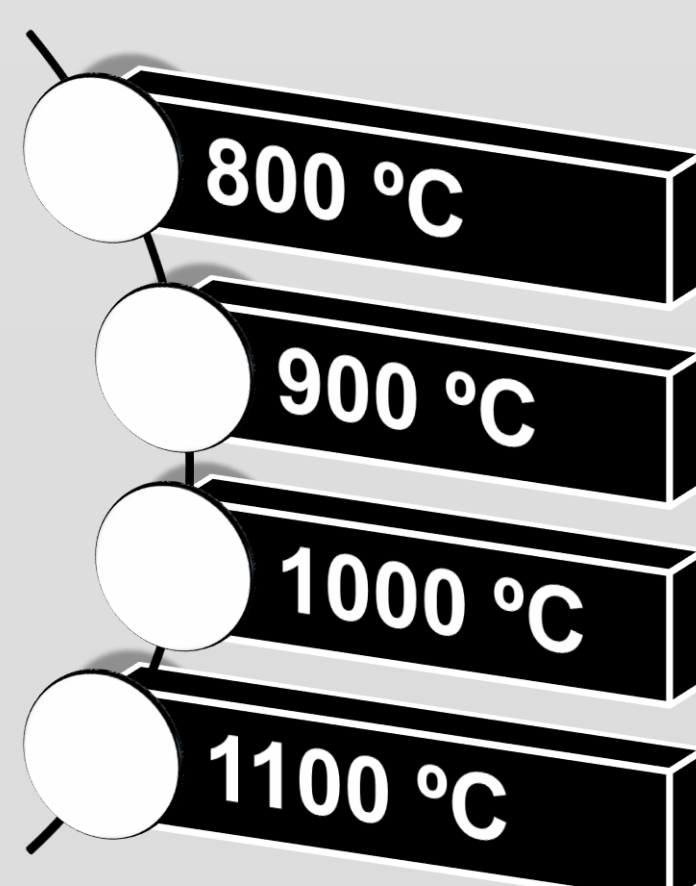
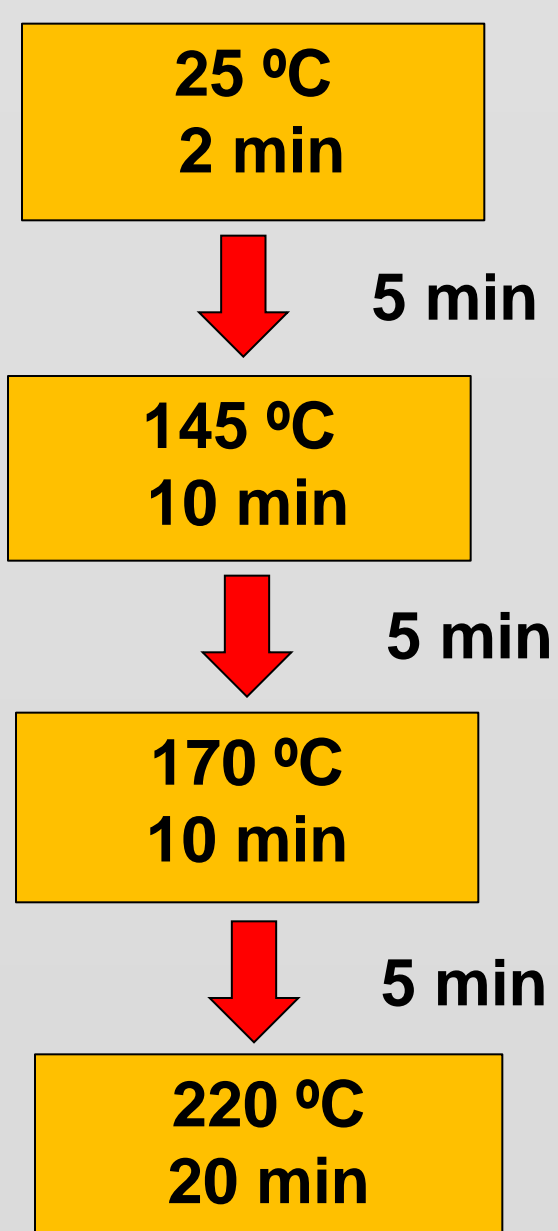
- Determinação de REE em coque de petróleo, utilizando a técnica de ICP-OES acoplada a sistemas de nebulização com dessolvatação.
- Desenvolvimento de um método simples e eficiente de preparo de amostra para extração de REE utilizando ultrassom.
- Verificação da exatidão do método proposto comparando-o com outros métodos de preparo de amostra (digestão assistida por radiação micro-ondas e combustão por via seca).

PARTE EXPERIMENTAL

Decomposição assistida por radiação micro-ondas



Combustão por via seca (forno mufla)



Aprox. 500 mg de amostra
Aprox. 12 h

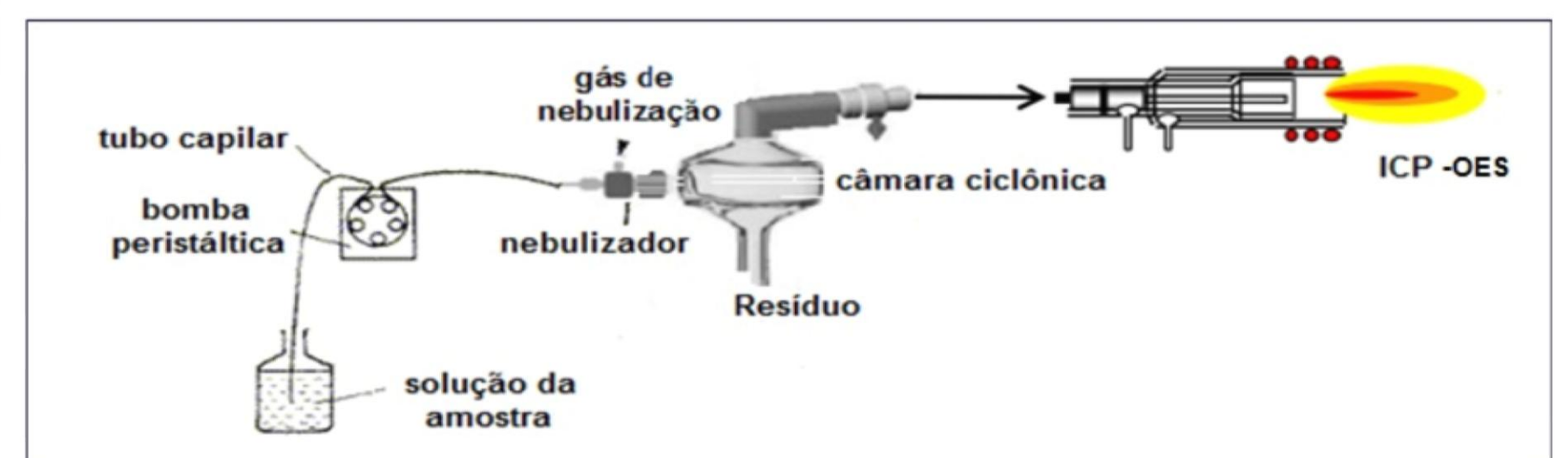
Aprox. 100 mg de amostra
6 mL HNO₃ 14 M

Extração assistida por ultrassom

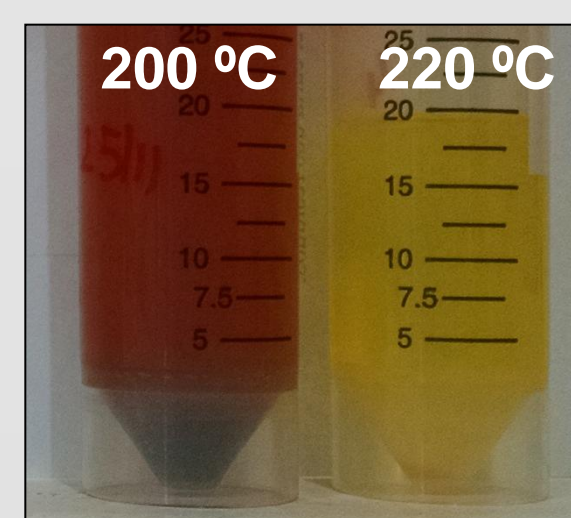
Matriz de experimentos para avaliação da extração assistida por ultrassom

Experimento	Tempo, min	Temperatura, °C	HNO ₃ , %
1	5	25	1
2	45	25	1
3	5	90	1
4	45	90	1
5	5	25	100
6	45	25	100
7	5	90	100
8	13	90	100
9	37	60	50
10	25	60	50
11	25	40	50
12	25	80	50
13	25	40	19
14	25	40	80
15	25	40	50
16	25	40	50
17	25	40	50
18	25	40	50
19	25	40	50
20	25	40	50

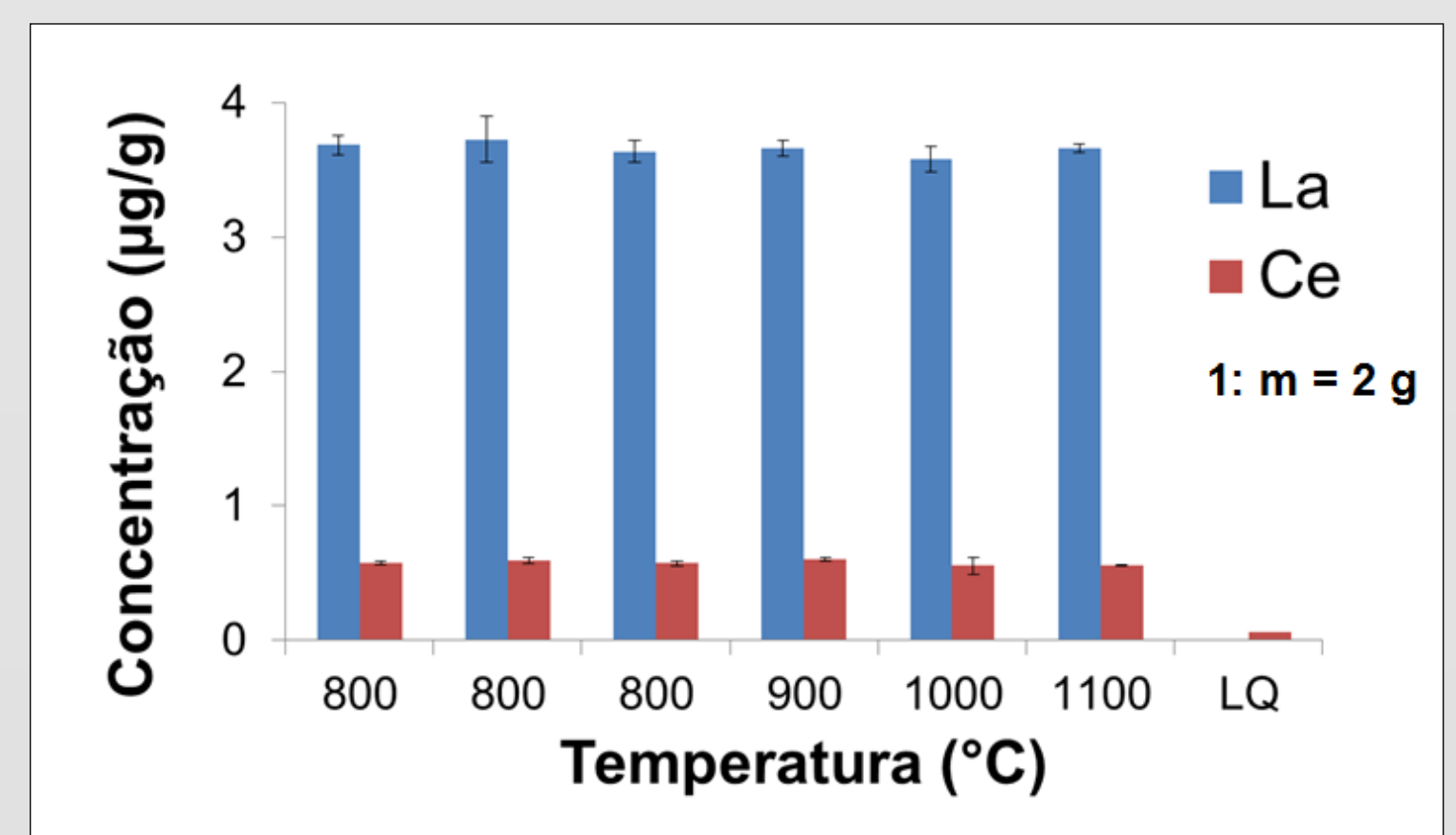
Esquema do sistema empregado para determinação de cério e lantânio



RESULTADOS



A decomposição por micro-ondas não foi eficiente



CONCLUSÕES

- Utilizando a decomposição assistida por micro-ondas, a eficiência melhorou consideravelmente ao aumentar a temperatura máxima de aquecimento para 220 °C. Entretanto, o uso de apenas 100 mg não permite a quantificação dos elementos e o teor de carbono residual permaneceu elevado.
- O procedimento por via seca garantiu uma decomposição eficiente da amostra de coque de petróleo:
 - Não foram observadas diferenças significativas (teste ANOVA) quando comparadas as massas de 2 e 0,5 g de amostra, sendo a última adotada para o estudo.
 - Também não foram observadas diferenças significativas para as temperaturas entre 800 e 1100°C, optando-se pela menor temperatura.
- Como continuidade do projeto, será investigado o método de extração assistida por ultrassom de forma a obter um procedimento mais rápido e com menor consumo de reagentes.

AGRADECIMENTOS

