

122

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE METAL EM CATALISADORES METALOCÊNICOS PARA POLIMERIZAÇÃO POR XRF, RBS E ICP-OES. *Gilyan P. Pires^a, Kátia M. Bichinho^b, Fernanda C. Stedile^a e João Henrique Z. Dos Santos^{a,*}* (^a Instituto de Química – Universidade Federal do Rio

Grande o Sul (UFRGS), ^b Fundação de Ciência e Tecnologia (CIENTEC))

Os catalisadores para polimerização de olefinas sofreram uma extraordinária transformação nos últimos 15 anos com o desenvolvimento dos catalisadores metalocênicos. O potencial desses catalisadores para produzir polímeros com morfologia controlada conduziu a um amplo investimento em pesquisa e desenvolvimento por parte de indústrias e universidades. Um dos mais importantes parâmetros em catálise é a avaliação da atividade, a qual é definida como a capacidade para converter a matéria-prima em produto e é normalmente expressa como a quantidade (em massa) de reagente convertido por massa de catalisador por hora. No caso de catalisadores heterogêneos, é fundamental conhecer o teor de metal, pois esse valor potencialmente representa a quantidade de catalisador presente no sistema catalítico. Para este fim existem várias técnicas, algumas delas com a necessidade de digerir a amostra. Esse tipo de procedimento pode ser desgastante, além de possibilitar alguns erros devido à extração do metal e solubilidade incompletas. Tais inconveniências podem ser superadas através do emprego de métodos diretos, nos quais os catalisadores heterogêneos são analisados no seu estado sólido. Muitas técnicas podem fornecer uma análise elementar dos catalisadores, diferindo apenas no seu princípio. No presente trabalho estudamos comparativamente a quantificação de metal (Zr e Ti) em catalisadores metalocênicos por Espectrometria de Fluorescência de Raios-X (XRF), por Espectrometria de Retroespalhamento Rutherford (RBS) e por Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES). Devido ao fato de não existirem padrões certificados para catalisadores, uma série de padrões foi preparada a partir de soluções analíticas (MERCK, Titrisol) pela adição direta em sílica comercial. Os catalisadores metalocênicos suportados foram preparados por imobilização direta em sílica ou em sílica quimicamente modificada pela reação com metilaluminoxano (MAO). Devido à natureza sólida das amostras, optamos por prensar as amostras e os padrões. Os dados de XRF e ICP-OES são concordantes, enquanto aqueles obtidos por RBS mostraram uma tendência positiva, provavelmente devido a problemas na resolução dos picos correspondentes aos sinais do Si e Al, inconveniente ausente nas análises realizadas por XRF.