



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.

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



OBJETIVOS

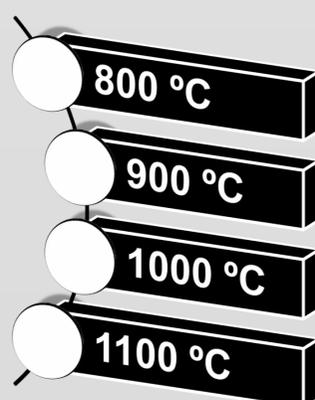
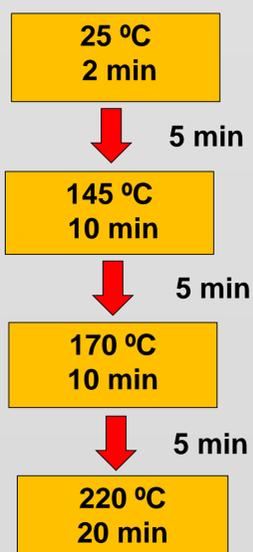
- Determinação de REE em coque de petróleo, utilizando a técnica de ICP-OES acoplada a sistemas de nebulização com dessolvatação.
- Desenvolvimento de um método simples e eficiente de preparo de amostra para extração de REE utilizando ultrassom.
- Verificação da exatidão do método proposto comparando-o 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



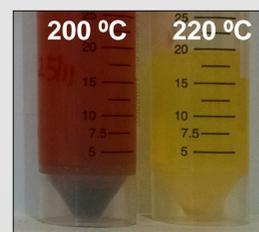
Combustão por via seca (forno mufla)



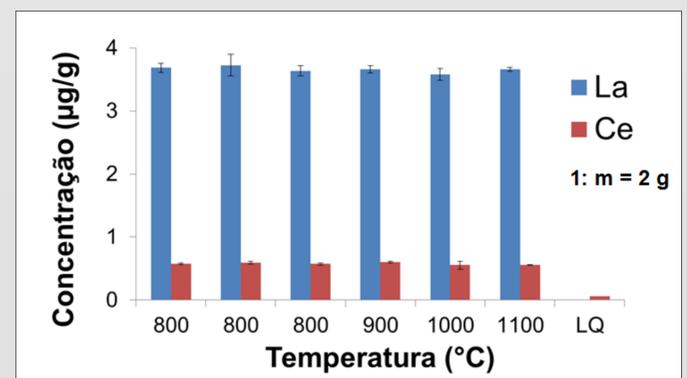
Aprox. 500 mg de amostra
Aprox. 12 h

Aprox. 100 mg de amostra
6 mL HNO₃ 14 M

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

