

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 e produção de derivados de petróleo.
- COQUE DE PETRÓLEO:** é um derivado usado em diversas áreas, como na fabricação de eletrodos para processos eletrometalúrgicos ou processos industriais. Para este fim, é necessário alto grau de pureza. Consequentemente, torna-se importante o controle de REE neste tipo de amostra.
- A maioria das técnicas analíticas adequadas para determinação de lantanídeos 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 métodos de preparo de amostra para posterior determinação de REE por ICP-OES.
- Verificação da exatidão dos métodos propostos.

PARTE EXPERIMENTAL

✓ Micro-ondas média pressão



✓ Micro-ondas alta pressão



✓ Via seca



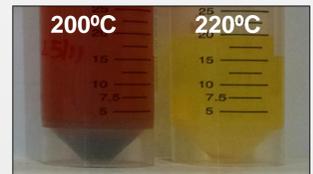
Determinação dos REE por ICP-OES

| | |
|---|---|
| Potência aplicada à bobina de indução (W) | 1300 |
| Vazão do argônio (l/min) | 15 (plasma) 0,75 (nebulização) 0,2 (auxiliar) |
| Vazão da amostra (l/min): | 0,7 |
| Vista de observação do plasma | Axial |
| Nebulizador/câmera de nebulização | APEX® / ciclônica |
| Linhas espectrais monitoradas (nm) | La 398.852 Ce 413.764 |

RESULTADOS

- Micro-ondas média pressão

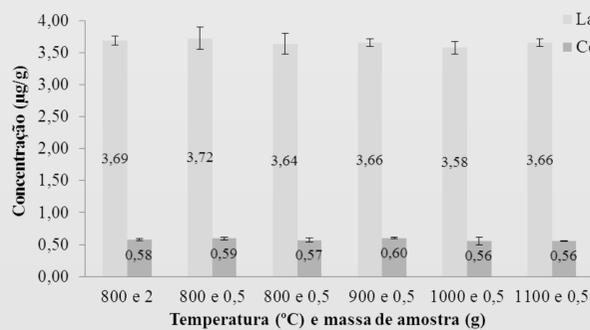
↳ **A decomposição não foi eficiente.**



- Micro-ondas alta pressão

| | | | |
|-------------------------|-------------------------|---|-------------------------|
| 500 mg HNO ₃ | 375 mg HNO ₃ | 375 mg HNO ₃ + H ₂ O ₂ | 250 mg HNO ₃ |
| RCC: | 27,2% | 22,3% | 8,8% |

- Via seca



| Amostra* | La (µg/g) | Ce (µg/g) |
|----------|-------------|-------------|
| 2 | 0,82 ± 0,10 | 0,18 ± 0,02 |
| 3 | 0,25 ± 0,15 | < 0,06 |
| 4 | 2,37 ± 0,01 | < 0,06 |
| 5 | < 0,005 | < 0,06 |
| 6 | 0,16 ± 0,01 | < 0,06 |
| 7 | < 0,005 | < 0,06 |

* Referente a 2 g a 800°C

- Comparação dos métodos

Avaliação da exatidão:

| Método | La (µg/g) | Ce (µg/g) |
|-----------------------------------|-------------|-------------|
| Decomposição por via seca/ICP OES | 3,66 ± 0,01 | 0,61 ± 0,01 |
| MAWD/ICP OES | 3,85 ± 0,09 | 0,64 ± 0,03 |
| Interlaboratorial | | |
| Decomposição por via seca/ICP-MS | 3,77 ± 0,10 | 0,63 ± 0,03 |
| NAA | 3,52 ± 0,30 | 0,60 ± 0,40 |

| Procedimento | via seca | MAWD |
|---|-----------|----------|
| Consumo de HNO ₃ (ml) | 1 | 6 |
| Massa máxima de amostra (mg) | 2000 | 375 |
| Tempo total do preparo da amostra (min) | 580 | 165 |
| Teor de carbono residual (%) | 0,1 | 22,3 |
| Etapas adicionais necessárias | filtração | diluição |

CONCLUSÕES

- O procedimento por via seca garantiu uma decomposição eficiente da amostra de coque de petróleo
 - Não foram observadas diferenças significativas para as temperaturas entre 800 e 1100°C, optando-se pela menor temperatura.
 - Foi feito estudo para massas de 0,5 a 2 g, não havendo diferença significativa (teste ANOVA), optou-se pela menor massa.
 - Foi necessária uma etapa de filtração anterior à determinação no equipamento de ICP-OES.
- A decomposição assistida por radiação micro-ondas de alta pressão se mostrou um método adequado utilizando 375 g de amostra de coque de petróleo, com 6 mL de HNO₃. Foram encontradas concentrações de La e Ce concordantes com as encontradas por via seca.
- A decomposição por micro-ondas de média pressão não foi eficiente mesmo na temperatura de 200°C, visto que a massa de 100 mg de amostra não permitiu a quantificação dos elementos, e o teor de carbono residual permaneceu elevado.

AGRADECIMENTOS