

382

DETERMINAÇÃO DE MAGNÉSIO E TITÂNIO EM CATALISADORES ZIEGLER-NATTA POR ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X. *Gilvan Pozzebon Pires, Kátia M. Bichinho, Carlos R. Wolf, João Henrique Z. dos Santos, Joao Henrique Zimnoch dos Santos (orient.)*

(Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, UFRGS).

A espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) como ferramenta analítica apresenta algumas vantagens interessantes quando comparada a técnicas similares, destacando-se a análise direta sem a necessidade de digestão ou abertura das amostras. Com intuito de quantificar magnésio e titânio em catalisadores Ziegler-Natta por FRX, avaliou-se o método de prensagem na preparação de amostras. Os resultados foram comparados àqueles obtidos por técnicas clássicas de análise química: complexometria com etilenodiaminotetracético dissódico (EDTA) e colorimetria, respectivamente, amplamente utilizadas para este fim. Os catalisadores estudados são instáveis ao ar. Dessa forma, optou-se pela realização do procedimento de calcinação a 1000 °C. A seguir, fez-se uma mistura de 20 % de amostra e 80% ácido bórico (aglomerante) P.A. MERCK. As misturas foram homogeneizadas em moinho SPEX e prensadas a uma pressão de 275 MPa. Foram confeccionados padrões sintéticos, misturando-se óxidos de magnésio e de titânio de alta pureza. Tais misturas foram submetidas às mesmas condições de homogeneização e prensagem aplicada às amostras. As medidas foram feitas em equipamento WDXRF RIX 3100 Rigaku, em condições usuais de operação, calculadas através do método do parâmetro fundamental. Os resultados analíticos obtidos evidenciaram a repetitividade e reprodutibilidade do método. A curva de calibração apresentou coeficiente igual correlação de 0,9999. Os resultados obtidos por FRX são concordantes com aqueles obtidos por complexometria e colorimetria. Confirmando dessa forma, a competência do método na caracterização de catalisadores Ziegler-Natta.