

computador, manutenção da integridade dos dados disponíveis e recuperação dos dados.

3. PRINCIPAIS RESULTADOS E DISCUSSÃO

Escoamento das pendências acumuladas de entrada de dados, verificação/integridade das informações existentes, agilização do processo de consulta dos pesquisadores do centro e elaboração de novas bases com a metodologia de trabalho desenvolvida.

4. CONCLUSÕES

O Projeto de Informatização da Biblioteca do CETEM encontra-se plenamente instalado e em uso, possibilitando a recuperação consistente, e ágil, de informações relativas a todo o acervo disponível, sendo de vital importância para as pesquisas realizadas. Dessa forma, será possível em breve tornar o Centro um pólo aglutinador de informações no setor mineral.

PAINEL 13

Espectrometria de Fluorescência de Raios-X

Leonardo Pinheiro Lima
Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química,
UFRJ

Roberto Rodrigues Coelho
Orientador, Eng^o Químico, D.Sc.

1. INTRODUÇÃO

Por ora, o método, que apresentou excelentes resultados, já está em fase de rotina, atendendo às necessidades do Projeto Terras-raras.

Numa fase posterior, pretende-se dar prosseguimento ao trabalho de análise de todos os elementos das terras-raras com concentração inferior a 200 ppm.

2. METODOLOGIA

2.1. Preparação da Amostra

A preparação da amostra faz-se através da técnica do filme fino. O volume empregado é de 50,0 μL de solução. A amostra é levada a secura numa temperatura de 65°C por um tempo de 60 minutos.

A determinação do teor do elemento é feita medindo-se as intensidades das radiações características de primeira ordem.

A calibração do método foi realizada através de padrões preparados a partir de óxidos de pureza elevada (99,9%), gentilmente cedidos pela NUCLEMON (Nuclebrás de Monazita S.A.).

A escolha dos ângulos 2θ para medir as radiações características dos elementos foi feita mediante testes realizados com o tubo de tungstênio, que mostrou sua superioridade em relação aos tubos de cromo e de prata, para os elementos em questão.

2.2. Equipamento e Condições de Medidas

O equipamento utilizado foi o PHILLIPS-PW 1450/20 Seqüência Automática, operado com o tubo de tungstênio e em câmara de vácuo.

A tensão no detector é de 1045 HP, nível de base (L.L.) 20% e a abertura da janela (W) de 50%.

As melhores condições de medidas estabelecidas neste trabalho constam no quadro da página seguinte.

Para o Gadolínio

| | |
|------------------------------|-----------------|
| ângulo de pico (2θ) | 61.10° |
| ângulo de background | 60.05° e 62.00° |
| cristal analisador | LIF 200 |
| detector | Flow Counter |
| colimador | Fino |
| energia de ativação | 40 KV 20 mA |
| tempo de contagem | 40 s |

Para o Samário:

| | |
|------------------------------|-----------------|
| ângulo de pico (2θ) | 89.11° |
| ângulo de background | 60.05° e 62.00° |
| cristal analisador | LIF 220 |
| detector | Flow Counter |
| colimador | Fino |
| energia de ativação | 40 KV 20 mA |
| tempo de contagem | 40 s |

Para o Ítrio:

| | |
|------------------------------|-----------------|
| ângulo de pico (2θ) | 23.80° |
| ângulo de background | 23,00° e 24,60° |
| cristal analisador | LIF 200 |
| detector | Scintillation |
| colimador | Grosso |
| energia de ativação | 50 KV 40 mA |
| tempo de contagem | 40 s |

2.3. Metodologia Utilizada:

As soluções padrão utilizadas para a confecção da curva de calibração foram preparadas a partir de óxidos de pureza elevada (99,9%) após solubilidade em HCl (6M).

Utilizando as intensidades de picos dos elementos, determinou-se a equação da reta padrão através de uma regressão linear.

O teor dos elementos analisados nas soluções de cloretos de terras-raras foram determinadas intercomparando as intensidades dos padrões e amostras em suas respectivas curvas de calibração.

3. PRINCIPAIS RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Entre os meses de agosto e outubro foram feitas aproximadamente 1200 determinações, todas elas dos três elementos anteriormente citados (gadolínio, samário e ítrio) atendendo a demanda do Projeto Terras-Raras.

Obteve-se resultados plenamente satisfatórios, como podem ser observados na comparação da análise realizada pelo CETEM com os dados originais enviados pela NUCLEMON-SA.

| Resultados Analíticos | | |
|---------------------------------|-----------------|--------------|
| AMOSTRA | NUCLEMON ppm | CETEM ppm |
| CeO ₂ | 10465 | 10623 |
| La ₂ O ₃ | 5405 | 5529 |
| Pr ₆ O ₁₁ | 1035 | 1018 |
| Nd ₂ O ₃ | 3910 | 3924 |
| Gd ₂ O ₃ | 460 | 461 |
| Y ₂ O ₃ | 460 | 460 |

Resultado em ppm da amostra de TrCl₃ usada para testar o método

4. CONCLUSÃO:

O método desenvolvido mostrou-se confiável para a determinação de gadolínio, samário, ítrio e praseodímio numa faixa de concentração entre 200 e 10000 ppm.

Para garantir a validade do método, é importante que a montagem do papel no porta-amostra e a injeção da solução sejam feitas com muita técnica, para que não haja deformação do papel comprometendo a reprodutibilidade da pastilha (filme fino).

O método rotineiro para a análise em material solubilizado apresenta vantagens de suma importância, tais como: execução rápida, utilização de pouco material e efeito de matriz mínima, facilitando a confecção de padrões através de óxidos de pureza conhecida.

O projeto está em andamento, e os resultados obtidos têm atendido plenamente aos objetivos do mesmo, comprovando assim, que a técnica de fluorescência de raios-X está perfeitamente apta para atender à demanda deste e de outros projetos de terras-raras que advenham.