

Determinação de não-metals em carvão mineral após combustão iniciada por microondas

Diogo P. Moraes (PG), Juliana S. F. Pereira (IC), Márcia F. Mesko (PG), Juliano S. Barin (PG), José Neri G. Paniz (PG), Valderi L. Dressler (PQ), Érico M. M. Flores (PQ)* (flores@quimica.ufsm.br)

Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS

Palavras Chave: carvão, não-metals, combustão.

Introdução

O controle dos teores de enxofre, fósforo e halogênios em carvão tem sido, sistematicamente, exigido por órgãos reguladores, uma vez que a emissão destes elementos no meio ambiente, em especial por usinas termoelétricas, pode causar uma série de problemas ambientais. Entretanto, é sabido que o carvão é uma amostra de difícil decomposição, necessitando de condições drásticas para a eliminação da matéria orgânica. Contudo, quando se trata da determinação de não-metals, principalmente pela volatilidade destes elementos, existe a necessidade da utilização de sistemas fechados, bem como o uso de reagentes adequados à técnica de determinação. Atualmente, os sistemas fechados assistidos por microondas têm sido amplamente utilizados devido, principalmente, à eficiência de decomposição e segurança do operador. Entretanto, em muitos casos, os procedimentos por via úmida utilizando ácidos concentrados e temperaturas elevadas não são suficientes para a decomposição de alguns materiais, como é o caso do carvão. Para a decomposição destas amostras, podem ser empregadas técnicas de combustão em bombas de oxigênio, que são convenientes em vista do baixo teor de carbono residual e mínimo consumo de reagentes. Porém, estas técnicas não acompanharam as novas tendências com relação ao preparo de amostras (minimização de erros devido a perdas ou contaminação, miniaturização, facilidade para processamento de grande número de amostras) e, atualmente, sua utilização tem sido limitada. Sendo assim, neste trabalho é proposta a decomposição de amostras de carvão através da combustão iniciada por microondas, que agrega as vantagens associadas aos sistemas de decomposição em frascos fechados assistida por microondas com aquelas dos sistemas de combustão. A decomposição é feita no mesmo sistema convencional empregado para decomposição por via úmida, com mínimas modificações, onde a ignição ocorre através da irradiação com microondas.

Resultados e Discussão

Amostras de carvão, na forma de comprimidos (cerca de 400 mg), foram colocadas em um suporte de quartzo sobre um disco de papel. Após a adição de

50 µL de solução de NH_4NO_3 50% (m/V) ao papel, o suporte contendo a amostra foi posicionado no interior de um frasco, também de quartzo, de um sistema comercial de decomposição assistido por microondas. Cerca de 6 mL de água, HNO_3 (conc. ou diluído) ou solução tampão de carbonato e bicarbonato de sódio 50 m mol l⁻¹, foram colocados como solução absorvedora no frasco que, posteriormente, foi fechado e pressurizado com 25 atm de oxigênio. A combustão das amostras foi feita em forno de microondas (Multiwave 3000® - Anton Paar), com 1 min de irradiação, potência de 1400 W e capacidade para 8 combustões simultâneas. Quando necessário, foi feita uma etapa adicional de refluxo em que o sistema permaneceu por mais 4 min sob irradiação de microondas. As determinações de P, Cl, e S foram feitas por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, enquanto F foi determinado por potenciometria com eletrodo íon-seletivo. Entre as soluções absorvedoras empregadas, as soluções ácidas apresentaram recuperações superiores a 90% para P. Entretanto, para Cl, F e S baixas recuperações, inferiores a 75%, foram encontradas com estas soluções. Para estes elementos, com a utilização de água como solução absorvedora, bons resultados foram obtidos (recuperação superior a 94%). O carbono residual dos digeridos foi inferior a 0,8% em relação à quantidade inicial de carbono das amostras.

Conclusões

O procedimento proposto, por combustão iniciada por microondas em sistema fechado é adequado para a decomposição de carvão de maneira rápida, eficiente e segura. Aqui, a relação tempo *versus* eficiência de decomposição é muito favorável quando comparada a outros procedimentos, sendo possível o preparo para a determinação de não-metals em menos de 10 min. Até 8 amostras podem ser preparadas em um mesmo ciclo de decomposição.

Agradecimentos

FAPERGS, CAPES, CNPq, EMBRAPA