

# **Comparação da digestão de minérios de titânio usando forno de micro-ondas e fusão alcalina para determinação de titânio por técnicas espectroanalíticas**

## **Comparison of titanium ores digestion using microwave oven and alkaline fusion for titanium determination by spectroanalytic techniques**

**Caroline Diniz Valente Corrêa**  
Bolsista PCI, Técnica em Química

**Arnaldo Alcover Neto**  
Supervisor, Doutor em Química

### **Resumo**

Para um laboratório de rotina, a otimização de técnicas analíticas visando reduzir o tempo de trabalho, risco de perda de amostra, contaminação, ou risco à saúde, e melhora do custo-benefício é muito importante. Neste trabalho, foi realizada uma comparação entre dois métodos de digestão para minérios de titânio com objetivo de gerar soluções representativas para determinação espectroanalítica de titânio. Os métodos avaliados foram fusão alcalina com NaOH e digestão ácida em sistema fechado e de alta pressão (forno micro-ondas). Materiais de referência certificados (MRC's) foram usados para validação, e comparação das duas técnicas avaliadas, sendo um de ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ), e dois de rutilo ( $\text{TiO}_2$ ). A validação dos dois métodos de digestão evidenciou que ambos foram precisos e exatos, com recuperações variando entre 92,9 e 102,7% e desvios padrão relativos (RSD) inferiores a 10%. Apesar disso, o método da digestão em forno de micro-ondas apresentou a vantagem de requerer menor tempo de preparo das amostras (1 h).

**Palavras-chaves:** titânio; ilmenita; tutilo; digestão; fusão; micro-ondas.

### **Abstract**

For a routine laboratory, optimizing analytical techniques aiming to reduce working time, risk of sample loss, contamination, or health risk, and improving cost-benefit is very important. In this work, a comparison was carried out between two digestions methods for titanium ores, aiming to generate representative solutions for spectroanalytic determination of titanium. The methods evaluated were alkaline fusion with NaOH and acid digestion in a closed, high-pressure system (microwave oven). Certified reference materials (CRM's) were used for validation and comparison of the two techniques evaluated, one using ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ) and two using rutile ( $\text{TiO}_2$ ). Validation of the two digestion methods showed that both were precise and accurate, with recoveries varying between 92.9 and 102.7% and relative standard deviations (RSD) of less than 10%. Despite this, the microwave oven digestion method had the advantage of requiring less sample preparation time (1 h).

**Keywords:** titanium; ilmenite; rutile; digestion; fusion; microwave.

## 1. Introdução

A análise química de amostras minerais por técnicas espectroanalíticas geralmente emprega uma etapa prévia de solubilização dos constituintes da amostra, que é denominada digestão ou abertura da amostra. Neste processo de solubilização geralmente são utilizados ácidos, bases ou sais, juntamente com aquecimento a elevadas temperaturas, devido ao caráter refratário dos minerais (KRUG; ROCHA, 2016). Estudos indicam que cerca de 61% do tempo gasto e 30% dos erros em uma análise química estão associados à etapa de digestão. Esta etapa ainda representa de 70 a 95% de todo tempo gasto no processo analítico (ARRUDA; SANTELLI, 1997). Neste contexto, para um laboratório de rotina de análise geoquímica é de fundamental importância otimizar as técnicas analíticas de preparo de amostras, visando reduzir o tempo de trabalho, risco de perda de amostra, contaminação ou risco à saúde do analista. Dentre os minerais comumente analisados, pode-se citar os portadores de titânio como tendo aplicações muito amplas. Devido à importância desse elemento para o desenvolvimento dos diversos segmentos industriais, a caracterização de amostras minerais portadoras de minerais de titânio, como rutilo e ilmenita é fundamental para maximizar o aproveitamento destes recursos. Dentre as técnicas de digestão disponíveis, grande destaque deve ser dado à fusão alcalina com NaOH e digestão ácida utilizando fornos micro-ondas, devido à eficiência desses métodos de dissolução.

## 2. Objetivos

Avaliar a utilização do método de fusão com NaOH e digestão ácida em forno de micro-ondas para abertura de minérios de titânio e posterior determinação espectroanalítica de titânio. Comparar os dois métodos de digestão, avaliando a eficiência quanto à exatidão e precisão.

## 3. Métodos

Para avaliação dos métodos de digestão, três materiais de referência certificados foram utilizados: CGL 129 (minério de ilmenita), NIST RUTILE ORE e DH TITANIUM ORE (minério de rutilo).

### Fusão com Hidróxido de Sódio

Em cadinho de zircônio, adicionou-se 10 mL da solução de NaOH 15% m/v. O cadinho foi deixado na chapa até completa secagem da solução. Pesou-se 0,1000 g de amostra em cada cadinho, por cima do NaOH seco, e fundiu-se em bico de bunsen e depois na mufla a 700°C por 1 hora. Após a fusão, 15 mL de água ultrapura foram adicionados aos cadinhos, e deixou-se em repouso por 24 horas. No dia seguinte, 23 mL de HCl concentrado foram adicionados aos cadinhos e a mistura foi transferida para bécher de teflon, onde foi aquecida a 60°C até dissolução completa. Deixou-se arrefecer, e a mistura foi transferida para balão de 100 mL, onde o volume foi aferido com água ultrapura. Essas soluções foram usadas para determinar Ti por espectrofotometria UV-VIS.

### Digestão em forno de micro-ondas

Em um tubo de teflon para digestão de micro-ondas, pesou-se 0,1000 g da amostra e adicionou-se 2 mL de HNO<sub>3</sub> P.A., 4 mL de HF P.A., e 2 mL de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Os tubos foram fechados e colocados no rotor para digestão no

micro-ondas a 1500 W de potência por 35 minutos. Após a digestão, o ácido fluorídrico residual foi complexado com 24 mL de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 5%, a 1500 W de potência por 20 minutos. Após arrefecimento, os digeridos foram transferidos, para tubo falcon de 50 mL e o volume completado com água ultrapura. Essa solução foi usada para determinar Ti por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES).

#### 4. Resultados e Discussão

Tabela 1. Resultados da determinação de titânio nos MRC's CGL 129, NIST RUTILE e DH titanium

MRC	RSD Fusão%	RSD M.O%	TiO <sub>2</sub> Fusão%	TiO <sub>2</sub> M.O%	TiO <sub>2</sub> Cert.%	Rec. Fusão%	Rec. M.O%
CGL 129	2,3	2,1	14,64	13,82	14,88	98,4	92,9
NIST RUTILE	0,9	7,2	97,60	92,62	96,16	101,5	96,3
DH TITANIUM	0,9	0,8	98,40	97,58	95,78	102,7	101,9

M.O - micro-ondas; Rec - Recuperação; Cert - certificado

A validação dos dois métodos de digestão evidenciou que ambos foram precisos e exatos, com recuperações variando entre 92,9 e 102,7% e desvios padrão relativos (RSD) inferiores a 10%. Apesar disso, o método da digestão em forno de micro-ondas apresentou a vantagem de requerer menor tempo de preparo das amostras (1 h), em comparação com a fusão alcalina (24 h).

#### 5. Conclusão

Dois métodos de digestão de minérios de titânio foram validados, apresentando ambos precisão e exatidão adequadas. Apesar disso, o método da digestão em forno de micro-ondas apresentou a vantagem de requerer menor tempo de preparo das amostras (1 h).

#### 6. Agradecimentos

Ao meu supervisor Dr. Arnaldo Alcover Neto, e aos meus orientadores ao Dr. Manuel Castro Carneiro, Kátia B. Alexandre e Andrey Linhares pela confiança, companheirismo e ajuda na elaboração do meu trabalho, ao CETEM pela oportunidade e ao CNPq pela concessão de bolsa PCI.

#### 7. Referências Bibliográficas

- ARRUDA, M. A. Z.; SANTELLI, R. E. **Mecanização no preparo de amostras por micro-ondas: o estado da arte**, Química Nova, v. 20, n. 6, 638-643, 1997.
- KRUG, F. J.; ROCHA, F. R. P. **Métodos de preparo de amostras para análise elementar**, 1ª ed, EditSBQ, São Paulo, 2016.