

<b>RELATÓRIO DE PROGRESSO</b>		número: <b>DETQ.CN-009/88</b>	página: <b>1/15</b>
assunto: <b>RELATÓRIO SEMESTRAL DA DIVISÃO DE QUÍMICA</b>		programa: <b>TECNOLOGIA QUÍMICA</b>	
autor(es): <b>Max Passos Ferreira</b> <i>Max P. Ferreira</i>		período: <b>JULHO A DEZEMBRO/88</b>	
assinatura(s): <i>Max P. Ferreira</i>			
resumo:			

A Divisão de Química, neste segundo semestre, continuou os trabalhos de desenvolvimento e aprimoramento das técnicas e ensaios físico-químicos no suporte aos Programas do CDTN e atendimento das solicitações analíticas, tendo sido efetuadas mais de 2200 determinações diversas. O desempenho da equipe no período foi satisfatório, apesar das condições adversas de trabalho, decorrentes, em grande parte, de restrições orçamentárias.

Destacam-se os seguintes métodos e processos desenvolvidos: implantação de rotina analítica para 6 terras raras; determinação de F, Cl, Si e N em pastilhas sinterizadas de UO<sub>2</sub> da CNEA; carbono grafítico em cimento; determinação de Hg em urina e sangue; compostos orgânicos aromáticos por cromatografia gasosa e caracterização de ácidos minerais segundo normas da American Chemical Society.

Foi recuperado o sistema para a análise de mercúrio através da técnica de vapor frio/absorção atômica; iniciados os testes para análises de hélio em varetas do elemento combustível; efetuada a classificação sistemática dos produtos químicos tóxicos, corrosivos e inflamáveis mais usados e confeccionados dois carrinhos para o transporte mais seguro de produtos químicos entre o almoxarifado e os Laboratórios.

Três trabalhos técnicos da Divisão foram apresentados em eventos científicos (40ª Reunião Anual da SBPC e II Encontro da SBQ-Reg. MG). Editaram-se 02 procedimentos analíticos.

distribuição: <b>SUPED, DETQ, DIQUI</b>	classificação:	chefe de divisão: <b>Max Passos Ferreira</b> assinatura: <i>Max P. Ferreira</i> data: <b>21/12/88</b>	chefe de depto. <b>Heleno Siqueira Correa</b> assinatura: <i>Heleno Siqueira</i> data: <b>21/12/88</b>
nº de exemplares <b>3</b>			

RELATÓRIO DE PROGRESSO	número DETQ.CN-009/88	página 2/15
------------------------	--------------------------	----------------

1. INTRODUÇÃO .....	3/15
2. PROGRESSOS REALIZADOS .....	3/15
2.1 Caracterizações Químicas de Terras Raras e Ítrio .....	3/15
2.2 Construção de Eletrodo Seletivo a $\text{Cu}^{++}$ .....	4/15
2.3 Caracterização Química de Pastilhas Sinterizadas de $\text{UO}_2$ ..	4/15
2.4 Determinação de Carbono Grafite em Cimento .....	5/15
2.5 Determinação de Mercúrio em Sangue e Urina .....	5/15
2.6 Desenvolvimento Diversos .....	6/15
2.7 Determinações Analíticas .....	6/15
3. OUTRAS ATIVIDADES .....	7/15
4. DOCUMENTOS EDITADOS E PUBLICADOS .....	7/15
4.1 Trabalhos de Divulgação Externa .....	7/15
4.2 Trabalhos de Divulgação Interna .....	8/15
FIGURA 1 .....	9/15
ANEXO 1 .....	10/15

---

SUPERINTENDÊNCIA GERAL DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO

depto.: Departamento de Tecnologia Química

divisão/laboratório: Divisão de Química

---

## 1. INTRODUÇÃO

A Divisão de Química, órgão do Departamento de Tecnologia Química, deu seqüência, durante o segundo semestre de 1988, ao desenvolvimento e aprimoramento de técnicas analíticas e ensaios físico-químicos no apoio às atividades em andamento no CDTN e no atendimento a clientes externos, ressaltando-se as análises em execução para a PETROBRÁS e o suporte aos trabalhos de pesquisas em química de complexos organométricos, alimentos, biotecnologia e meio ambiente desenvolvidos junto com diversos órgãos da Universidade Federal de Minas Gerais.

O desempenho da equipe no período foi satisfatório, apesar das condições adversas de trabalho, decorrentes, em grande parte, de restrições orçamentárias. A impossibilidade da aquisição de equipamentos aliada à crescente deterioração e obsolescência dos instrumentos constituiu-se num dos principais obstáculos e uma melhor atuação do setor.

As atividades da Divisão de Química envolveram os setores de espectrofotometria de absorção atômica, espectrometria UV-VIS, fotometria de chama, gravimetria, volumetria, eletroquímica, cromatografia gasosa, espectrometria de massa, evolografia e combustão, devendo ainda ser ressaltado o suporte da oficina de projetos mecânicos e pequenos reparos e do almoxarifado de padrões, vidraria, reagentes e produtos químicos.

## 2. PROGRESSOS REALIZADOS

### 2.1 Caracterizações Químicas de Terras-Raras e Ítrio

A primeira etapa dos estudos para a caracterização química de terras raras e ítrio em cloreto de terras raras e "carbonato da NUCLEMON" foi concluída. Após vários testes que envolveram experiências para solubilização total das amostras, separações prévias com o uso de solventes orgânicos e resinas de troca iônica e correção de interferências de ionização, foi estabelecida a rotina analítica para a determinação dos seguintes elementos, através da espectrofotometria de absorção atômica:

ELEMENTO	LIMITE DE DETECÇÃO (ppm)
hólmio	0,5
érbio	1
európio	1
disprósio	1
itérbio	0,2
gadolínio	20
ítrio	10

\* Os limites de detecção referem-se a soluções aquosas, uso da atomização através de chama, métodos de rotina/adicação.

Foram iniciados, também, estudos tendo como objetivo o uso de solventes não aquosos (em especial etanol e dimetilcetona) para o aumento da sensibilidade analítica de alguns elementos terras raras que apresentaram um nível pouco satisfatório de sensibilidade nas soluções analisadas.

## 2.2 Construção de Eletrodo Seletivo a $\text{Cu}^{++}$

Prosseguem as experiências para a construção de eletrodo seletivo a  $\text{Cu}^{++}$ . A membrana de  $\text{Ag}_2\text{S}-\text{CuS}$  preparada apresentou desempenho pouco satisfatório, as respostas estão lentas. De acordo com trabalhos publicados, a membrana ideal deve ser a que apresenta a fórmula  $\text{Ag}_{1,5} \text{Cu}_{0,5} \text{S}$ , permitindo respostas rápidas, coerentes e repetitivas.

Foram iniciados os primeiros testes consistindo de precipitação do sulfeto de prata e cobre, usando a tiouréia como agente precipitante, esperando-se obter uma predominância da forma  $\text{Ag}_{4,5} \text{Cu}_{0,5} \text{S}$  no produto de reação.

## 2.3 Caracterização Química de Pastilhas Sinterizadas de $\text{UO}_2$

Concluindo os trabalhos de caracterização química de pastilhas sinterizadas de  $\text{UO}_2$  produzidos pela CNEA-Argentina, para intercompara-

ção de resultados, foram desenvolvidos e implementados os seguintes métodos analíticos:

. F e Cl - potenciometria com o uso de eletrodos seletivos  
O método envolveu a separação prévia dos halogênios pelo processo da pirohidrólise. Os testes de adições de padrões apresentaram uma boa recuperação dos halogênios, indicando, desta maneira, o acerto do método empregado;

. Si - espectrofotometria direta, usando-se o azul de molibdênio;

. N - espectrofotometria, usando-se o reagente de Nessler

A técnica usada exige a separação prévia do elemento sob a forma de  $\text{NH}_3$ , por destilação no aparelho de Kjeldahl. Os testes indicaram que a otimização da separação do  $\text{NH}_3$  na etapa de destilação foi efetuada com sucesso, garantindo assim uma análise com exatidão.

#### 2.4 Determinação de Carbono Grafite em Cimento

Foi implementado um método analítico para a determinação de carbono grafítico em cimento. Foram efetuados ensaios para a dissolução da amostra e liberação do carbono presente sob a forma de carbonato, restando-se, porém, o grafite. A etapa final da separação do grafite consiste na filtração sob pressão reduzida, em um cadinho de material cerâmico (próprio para combustão do carbono), usando-se asbesto. A análise do grafite é feita por combustão direta.

As determinações de carbono total coincidiram com a soma dos teores grafite + carbonato, indicando, assim, o acerto do procedimento adotado.

#### 2.5 Determinação de Mercúrio em Sangue e Urina

Atendendo solicitação de professores da Escola de Odontologia da Universidade Federal de Minas Gerais, foram iniciadas experiências com o objetivo de determinar-se o teor de mercúrio na urina e no sangue de pessoas que trabalham e frequentam os gabinetes odontológicos, onde o mercúrio é manipulado.

Os ensaios preliminares indicaram que o uso de anticoagulante nas

amostras de sangue é indispensável. A sensibilidade analítica obtida pelo método de espectrofotometria de absorção atômica com o uso da técnica de vapor frio (nanograma de mercúrio por grama de amostra) atende às necessidades do projeto.

## 2.6 Desenvolvimentos Diversos

No atendimento às diversas solicitações analíticas, métodos e técnicas foram otimizados e/ou adaptados, destacando-se os seguintes: de terminação de gás residual em titânio e liga de Fe-Co-Nb por evolutografia; carbono e enxofre em complexos organo-metálicos por combustão direta; determinação de hidrogênio em liga de Fe-Si; determinação qualitativa de hidrocarbonetos aromáticos (benzeno, tolueno e xileno) em cola de látex por cromatografia gasosa; determinação de isômeros orto, meta e para xileno em solvente orgânico, benzeno em "Thinner 5800 e Redutor 5500" e benzeno em verniz, também por cromatografia em fase gasosa; determinações de ferro, cromo, manganês, níquel e ítrio em solução de separação de concentrados de terras raras, háfnio em material cerâmico, mercúrio em material biológico, ferro em liga de titânio, ferro, cobalto, níquel, vanádio, cromo, titânio e manganês em óxido de lantânio, foram efetuadas por espectrofotometria de absorção atômica. Deve ser, também, a caracterização, segundo normas da American Chemical Society-ACS, dos ácidos clorídrico, nítrico, sulfúrico e fluorídrico, de fabricação da VETEC visando a qualidade dos mesmos para uso nas atividades analíticas da Divisão.

## 2.7 Determinações Analíticas

No decorrer do segundo semestre foram feitas mais de 2200 determinações (Figura 1) em matrizes como água de rio, água do mar, minérios, solventes, lixívia, metais ferrosos e não ferrosos e suas ligas, material cerâmico, material biológico, poeira,  $UF_6$ ,  $UO_2$ , detergentes e esgoto industrial, no atendimento aos Programas do CDTN e clientes externos, tendo sido empregadas 13 técnicas no apoio analítico, na mesma figura.

Os serviços analíticos foram, também, empregados nas comparações intralaboratoriais, no controle de qualidade e, principalmente, durante o desenvolvimento de métodos e otimizações de técnicas.

### 3. OUTRAS ATIVIDADES

Foi recuperada, por um técnico da Divisão a bomba peristáltica do Sistema para Análise de Mercúrio pelo método do vapor frio. Deve-se ressaltar que o equipamento vinha funcionando há mais de 13 anos e foi considerado pelo fabricante como "não possível de conserto".

Prevê-se, em curto prazo, a retomada das análises de impurezas em hélio usado nas varetas do elemento combustível. O sistema para punção das varetas foi consertado estando planejados testes de estanqueidade do espectrômetro de massa/sistema de punção.

No âmbito do Sistema de Gerência do Estoque e Manipulação de Produtos Químicos, foi implementada mais uma etapa com a classificação, dentro da sistemática adotada, dos produtos químicos tóxicos, corrosivos e inflamáveis de uso mais frequente nos Laboratórios das Divisões de Química e Radioquímica. Foi distribuído a todos os que trabalham direto e indiretamente com produtos químicos o folheto "Alerta Químico" (Anexo 1), que tem como objetivo informar as pessoas, de maneira simples e direta, quanto ao manuseio e armazenagem adequados dos reagentes.

Foram confeccionados 2 carrinhos para o transporte mais seguro de produtos químicos entre os laboratórios e o almoxarifado.

Técnicos da Divisão apresentaram trabalhos na 40ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira para o Progresso da Ciência, realizado em São Paulo e no 2º Encontro Regional de Química realizado pela SBQ no Departamento de Química do ICEx em Belo Horizonte.

O Chefe da Divisão visitou os laboratórios de Química do IPEN, tendo mantido contato com técnicos daquele Instituto, no intuito de serem estabelecidos vínculos mais estreitos nas atividades comuns.

### 4. DOCUMENTOS EDITADOS E PUBLICADOS

#### 4.1 Trabalhos de Divulgação Externa

Foram apresentados na 40ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira pa

ra o Progresso da Ciência, os trabalhos:

- . MONTEIRO, R.P.G., Recuperação de um eletrodo seletivo a íon fluoreto.
- . FRANCO, M.B., Utilização de sistemas de decomposição sob pressão e microondas para dissolução de amostras geológicas.

#### 4.2 Trabalhos de Divulgação Interna

Determinação potenciométrica de fluoreto em concentrado de urânio , TQ-023.

Determinação de benzeno, tolueno e xileno na atmosfera por cromatografia gasosa, TQ-025.



## PRODUÇÃO ANALÍTICA - 1988

Divisão : DETQI

## DETERMINAÇÕES

METODO ANALITICO	INTERNAS	(%)	EXTERNAS	(%)	TOTAIS	(%)
1 - Absorção Atômica	1752	52.44	426	77.88	2178	56.02
2 - Combustão	512	15.32	21	3.84	533	13.71
3 - Fotometria de chama	444	13.29	5	0.91	449	11.55
4 - Tarl Fischer	1	0.03		0.00	1	0.03
5 - Gravimetria	135	4.04	1	0.18	136	3.50
6 - Colorimetria	6	0.18		0.00	6	0.15
7 - Eletroanalise	79	2.36		0.00	79	2.03
8 - Evulografia	17	0.51	22	4.02	39	1.00
9 - Gasometria	11	0.33	9	1.65	20	0.51
10 - Ion Especifico	127	3.86	24	4.75	153	3.94
11 - Potenciometria	72	2.16		0.00	72	1.85
12 - Volumetria	176	5.27		0.00	176	4.53
13 - Cromatografia Gasosa		0.00	37	6.76	37	0.95
14 - Turbidimetria	9	0.27		0.00	9	0.23
TOTAIS	3341	100	547	100	3888	100.00

FIGURA 1

ANEXO 1

**SISTEMA DE ALERTA QUÍMICO**

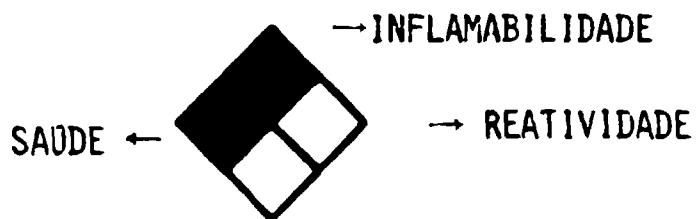
VOCÊ ENCONTRA, NOS RÓTULOS DOS FRASCOS DOS PRODUTOS QUÍMICOS, INSTRUÇÕES PARA O MANUSEIO E ARMAZENAGEM MAIS ADEQUADOS DE CADA UM DELES.

## SISTEMA DE ALERTA QUÍMICO

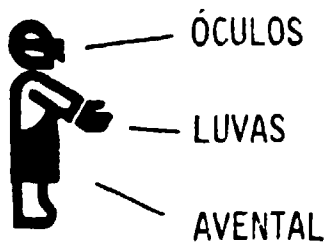
É UM SISTEMA CRIADO PELA DIVISÃO DE QUÍMICA, BASEADO NAS NORMAS DA NFPA E NOS PROCEDIMENTOS DA FISHER SCIENTIFIC E DA J. T. BAKER, COM OS SEGUINTE OBJETIVOS:

- 1) MOSTRAR DE UMA MANEIRA CLARA, SUCINTA E RÁPIDA OS PERIGOS, EM POTENCIAL, PARA A SAÚDE E A SEGURANÇA.
- 2) INDICAR OS EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL E/OU COLETIVA QUE DEVEM SER USADOS E
- 3) MOSTRAR O MODO CORRETO DE ARMAZENAGEM DOS PRODUTOS QUÍMICOS, DE ACORDO COM O CÓDIGO DE CORES ADOTADO.

### ALERTA QUÍMICO



CÓDIGOS DE PERIGOS ("DIAMANTE NFPA")



CAPELA

EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO

↓  
ÁREA DE  
ARMAZENAGEM

## CLASSES DE RISCO

NO SÍMBOLO USADO ("DIAMANTE NFPA"), AS SUBSTÂNCIAS SÃO CLASSIFICADAS EM TRÊS TIPOS DE RISCO:

. RISCO INERENTE À SAÚDE  
(SEGMENTO COR AZUL)

INDICA O PERIGO OU O EFEITO TÓXICO QUE UMA SUBSTÂNCIA APRESENTA, CASO SEJA INGERIDA, INALADA OU ABSORVIDA.

. INFLAMABILIDADE  
(SEGMENTO COR VERMELHA)

INDICA A PROPABILIDADE DE UMA SUBSTÂNCIA FORMAR MISTURAS INFLAMÁVEIS COM O AR, OU INICIAR/CAUSAR UMA COMBUSTÃO.

. REATIVIDADE  
(SEGMENTO COR AMARELA)

INDICA A PROBABILIDADE DE UMA SUBSTÂNCIA REAGIR VIOLENTAMENTE COM A ÁGUA, COM O AR OU COM OUTRAS SUBSTÂNCIAS.

**GRAUS DE RISCO**

CADA SEGMENTO COLORIDO DO "DIAMANTE NFPA" POSSUI UM NÚMERO INDICANDO O GRAU DE RISCO:

<u>NÚMERO</u>	<u>SIGNIFICADO</u>
4	EXTREMAMENTE GRAVE
3	GRAVE
2	MODERADO
1	LEVE
0	NÃO HÁ PERIGO (DE ACORDO COM AS INFORMAÇÕES DISPONÍVEIS)

## CLASSES DE ARMAZENAGEM

AS FAIXAS COLORIDAS INDICAM A CLASSE DE ARMAZENAGEM.

AZUL (RISCO À SAÚDE):            ARMAZENAR EM LOCAL SEGURO.

VERMELHO (INFLAMÁVEL):         ARMAZENAR EM UMA ÁREA DESTINADA  
AOS PRODUTOS INFLAMÁVEIS.

AMARELO (REATIVO):             ARMAZENAR SEPARADO DE MATERIAIS  
COMBUSTÍVEIS E INFLAMÁVEIS.

BRANCO (CORROSIVO):            ARMAZENAR EM LOCAL ADEQUADO.

VERDE: CLASSE GERAL DE ARMAZENAGEM. O PRODUTO NÃO APRESENTA  
MAIORES RISCOS E A ARMAZENAGEM NÃO EXIGE MEDIDAS ES-  
PECIAIS.

OS FRASCOS COM A MESMA FAIXA DE COR SÃO ARMAZENADOS NO MESMO  
LOCAL. FRASCOS COM FAIXAS DE CORES DIFERENTES, **NÃO** PODEM SER  
ARMAZENADOS NO MESMO LOCAL.

OS FRASCOS COM FAIXAS COLORIDAS "ZEBRADAS" DEVEM SER ARMAZENA-  
DOS EM LOCAL SEPARADO.