

5

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados em relação à influência da temperatura e do tempo no processo de ustulação sobre a perda de massa obtida da amostra antes e após a solubilização. A liga de ferro e cromo de alto teor de carbono e os produtos finais, gerados após a etapa da calcinação, foram submetidos à análise de difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de Varredura (MEV/EDS).

5.1.**Caracterização da liga de ferro e cromo com alto teor de carbono****5.1.1.****Análise Granulométrica**

Para o presente trabalho se usou a granulometria de -200 mesh Tyler. A tabela 5 apresenta a distribuição granulométrica da amostra da liga de ferro e cromo com alto teor de carbono (FeCrAC).

screen	peso	Peso	p. acum	p. pass
	g	%	%	%
200	0,00	0,00	0,00	100,00
250	16,25	77,60	77,60	22,40
325	3,63	17,34	94,94	5,06
400	0,61	2,91	97,85	2,15
450	0,38	1,81	99,67	0,33
-450	0,07	0,33	100,00	0,00
total	20,94	100,00		

Tabela 11 - Distribuição granulométrica do resíduo FeCrAC

Como pode-se observar, a granulometria de 250 mesh é predominante na amostra, apresentando aproximadamente 77,6% em peso. Enquanto que o tamanho da partícula correspondente a 450 mesh está presente em uma quantidade muito baixa.

A granulometria abaixo de 200 mesh foi escolhida com o objetivo de gerar uma maior superfície de contato nas partículas constituintes da liga, visando mais eficiência na reação de ustulação.

5.1.2.

Difração de Raios-X da liga

Foram realizadas análises de difração de raios-X da liga FeCrAC, da hematita e dos óxidos de cromo gerados.

A Figura 25 ilustra o resultado obtido da liga, tal como foi recebida, por esse método analítico.

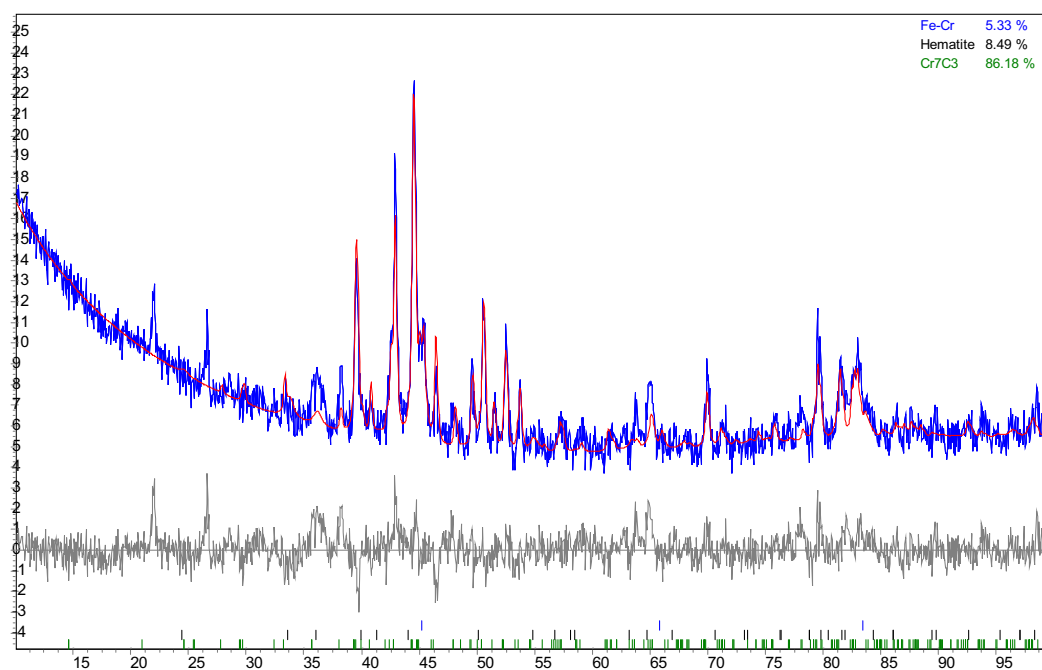


Figura 25 - Difração de Raios-X (DRX) FeCrAC

Observa-se pelo difratograma da figura acima, a alta presença de carbono na forma de carbetos de cromo (Cr₇C₃) constituindo 86,18 % da liga. Esta também possui hematita (Fe₂O₃) só que em menor quantidade, apenas 8,49 %, e, ainda em menor proporção, a presença de Fe-Cr com 5,33 %.

Os resultados apresentados por essa difração de raios-X confirmaram o que já se esperava, pois o carbeto de cromo sendo o composto em maior quantidade condiz com o que a empresa fornecedora da liga estabeleceu para esta, classificando-a como ferro e cromo com alto teor de carbono.

5.1.3.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS) da liga

A liga, a hematita e o óxido de cromo também foram analisados por microscopia eletrônica de varredura.

A figura 26 apresenta a micrografia da liga bruta de ferro e cromo com alto teor de carbono, ou seja, sem ter passado por nenhuma classificação granulométrica.

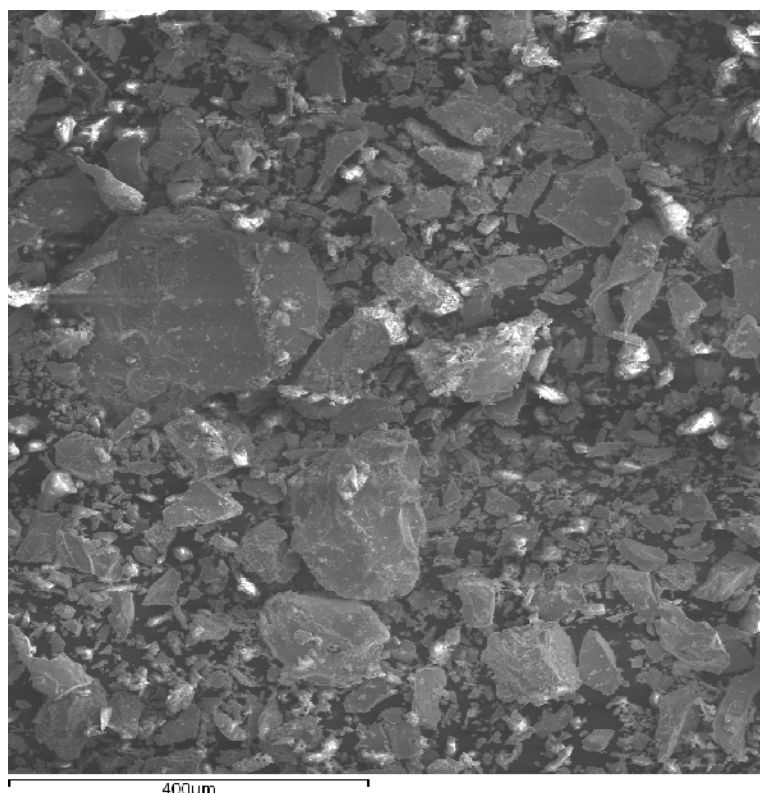


Figura 26 - Micrografia da liga FeCrAC por MEV

Pode-se visualizar, na figura 26, que a liga apresenta não uniformidade em relação aos tamanhos de suas partículas, possuindo muitos grãos de tamanhos grandes, mas também uma quantidade significativa de grãos bem pequenos.

Essa grande diferença no tamanho das partículas constituintes da liga pode ser atribuída ao fato dessa amostra não ter sido submetida à separação granulométrica.

Como forma de complementar ao estudo morfológico anterior, foi realizada uma análise de EDS. A figura 27 ilustra esse método analítico para a liga.

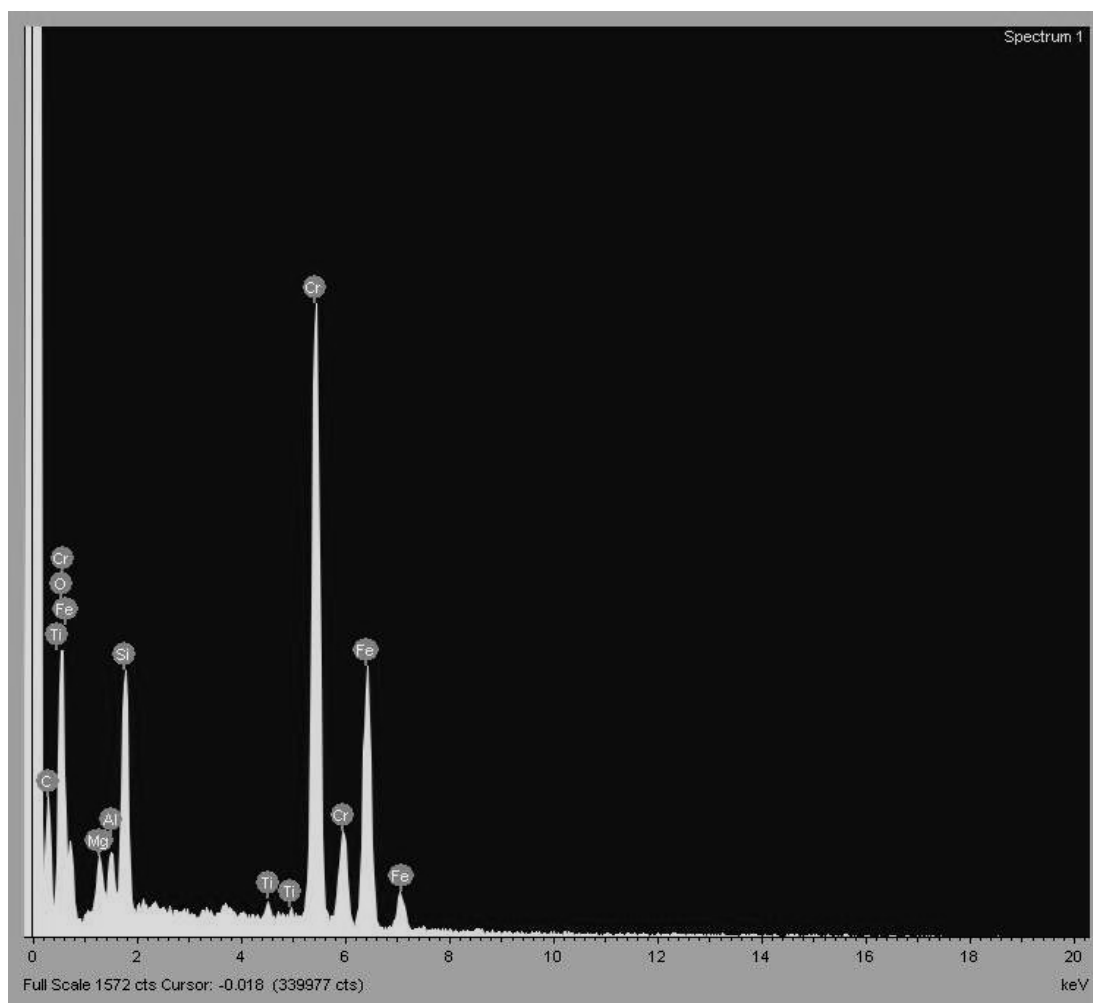


Figura 27 - Análise por EDS da liga FeCrAC

Como pode-se observar, a liga apresenta altas concentrações de Fe, Cr e C seguido por Si e traços de Mg, Al e Ti.

A tabela abaixo ilustra mais claramente a presença de cada elemento na liga apresentada no espectro da figura 27.

Elemento	Concentração em Peso (%)	Concentração Atômica (%)
C	18,74	49,14
Si	6,57	7,37
Cr	45,31	28,01
Fe	25,92	14,92

Tabela 12 - Avaliação quantitativa referente ao Espectro da Figura 27

Pela visualização da tabela 6, pode-se ver a presença de Cr, Fe e C com quantidades iguais de 45,31%, 25,92% e 18,74% respectivamente. Para o presente trabalho, foram desconsideradas as ocorrências de Si e outros elementos da liga pela baixa concentração deles na amostra.

A análise de EDS veio a corroborar as expectativas referentes à liga, visto que já era de conhecimento de todos que ela possuísse majoritariamente os elementos cromo, ferro e carbono. Os resultados dos métodos analíticos confirmaram essa previsão.

Objetivando obter uma maior visualização da constituição dos elementos na liga, foi construído o gráfico da figura 28.

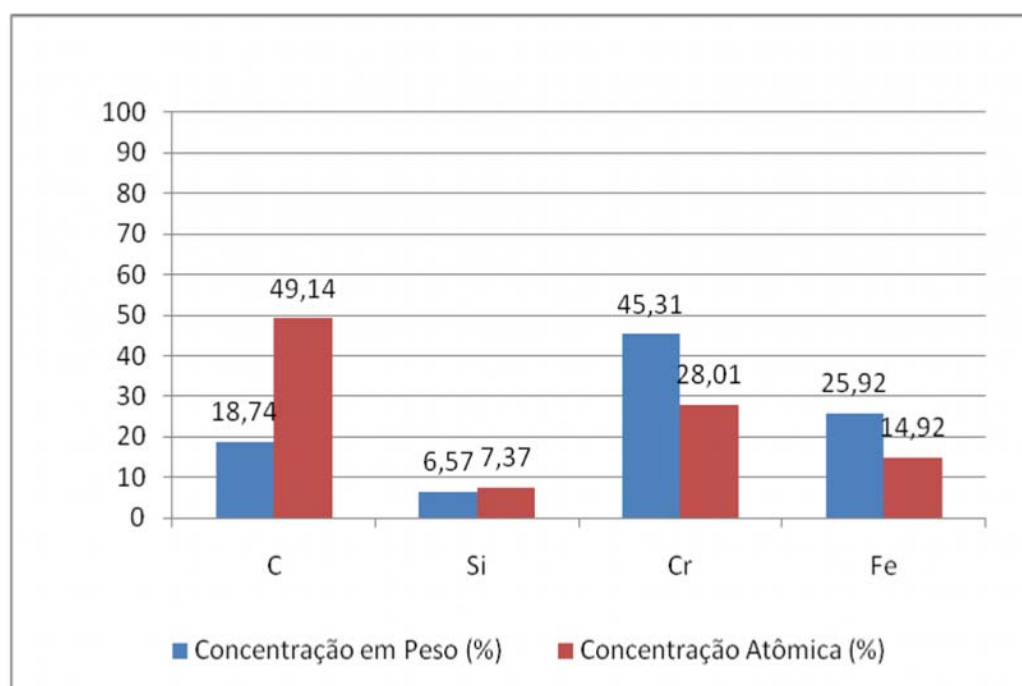


Figura 28 - Resultados quantitativos do EDS

Pela análise do gráfico, é possível constatar, claramente, a presença do elemento Cr, em maior quantidade, seguido de Fe e C. Já o Si não apresenta

uma quantidade expressiva, embora sua presença não possa ser desconsiderada.

Esses resultados quantitativos, ilustrados na figura 28, não representam com certeza absoluta a composição quantitativa dos elementos na liga, apenas demonstram uma idéia de quais componentes e qual a expressão deles na constituição da mesma.

5.2.

Processamento químico do resíduo

5.2.1.

Ustulação / Solubilização

5.2.1.1.

Testes de reprodutibilidade usando NaOH

Foi preciso testar a reprodutibilidade da reação de ustulação para que se tivesse a certeza de que a repetição da mesma, mantendo as condições experimentais idênticas, não causasse alterações nos produtos obtidos. Os resultados desse teste foram resumidos na tabela 7.

500°C e 30 min.		700°C e 10 min.	
Testes	PP (%)	Testes	PP (%)
1	11,01	4	11,87
2	11,87	5	11,55
3	12,92	6	11,24
Desvio padrão: $\pm 0,9566$		Desvio padrão: $\pm 0,3150$	

Tabela 13 - Tabela de reprodutibilidade a 500°C e 700°C

A ustulação apresenta boa reprodutibilidade, visto que foram realizados seis testes, sendo que cada grupo de três apresentou condições experimentais idênticas, e os resultados foram muito próximos, obtendo desvios padrões aceitáveis como podem ser analisados na tabela acima.

Esses resultados indicam que, mantendo a mesma temperatura e o mesmo tempo reacional para o teste de ustulação, os produtos sofrem igual

perda de massa percentual. Isso ocorre devido ao fato das variáveis tempo e temperatura serem as únicas a provocarem alterações nos compostos finais formados. Então, mantendo elas constantes, a %PP também se manterá igual.

A fim de se obter uma melhor visualização da perda de peso percentual dos produtos da ustulação foi construído o gráfico da figura 29.

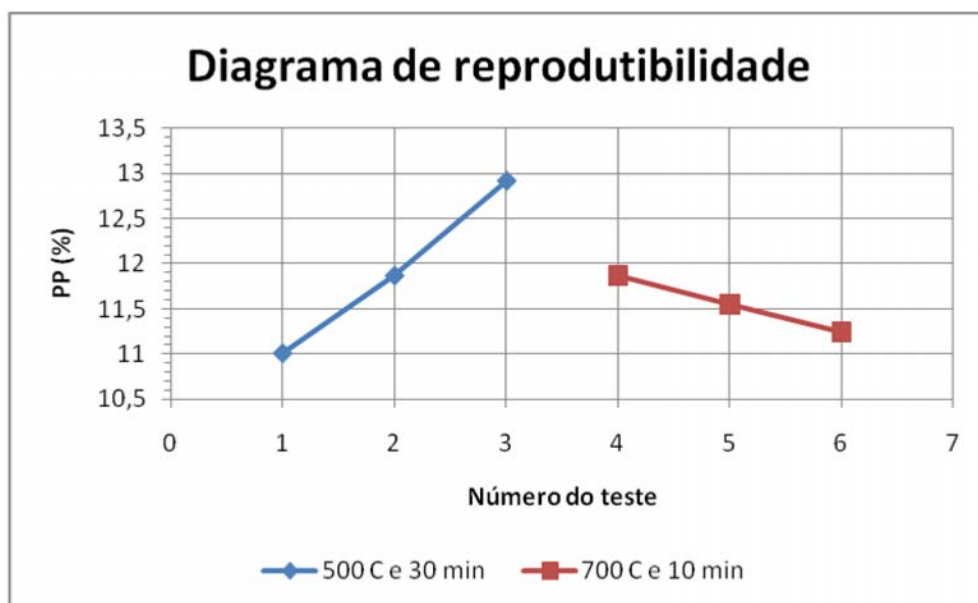


Figura 29 - Diagrama de reprodutibilidade a 500 °C e 700 °C

Como podem ser observadas no gráfico, as porcentagens de perda de peso das amostras, após a ustulação, variaram pouco conforme os testes foram repetidos, indicando que a reação de ustulação apresenta boa reprodutibilidade se as condições experimentais forem mantidas inalteradas.

5.2.1.2.

Ustulação com NaOH: Cálculo da porcentagem de perda de peso.

Foram realizadas reações de ustulação da liga de ferro e cromo com alto teor de carbono com o reagente alcalino hidróxido de sódio mantendo o tempo reacional de 30 minutos e variando a temperatura, cujos valores usados estão mostrados na Tabela 8 junto com as perdas de peso percentuais dos produtos.

47,5% FeCrAC / 52,5% NaOH

T (°C)	PP(%)
500	-17,89
600	-9,24
700	-16,57
800	-8,25

Tabela 14 - Porcentagem de perda de peso usando os reagentes com uma relação de 47,5% FeCr para 52,5% NaOH a 500°C, 600°C, 700°C e 800°

Os resultados da tabela acima não permitem que se identifique, nitidamente, o efeito da temperatura no que tange à variação de massa, embora seja possível perceber que reação é, de fato, acompanhada por uma perda de massa e que níveis entre 8 e 18% são obtidos. Este comportamento errático do sistema está associado à sua complexidade química e, também ao fato de se estar trabalhando com uma liga industrial e não reagentes puros. Todavia, considerando as características cinéticas das reações químicas, pode-se estimar a existência de um discreto efeito da temperatura, conforme ilustrado a seguir.

Esses resultados demonstram que a reação de ustulação da liga com NaOH resulta numa diminuição do peso total dos produtos se comparado à massa dos reagentes. Além disso, como foi comentado e ilustrado no diagrama de predominância para esse reagente alcalino, no capítulo de fundamentação teórica, a perda de massa da ustulação é alcançada ao longo de toda a faixa de temperatura entre 100 e 800°C.

A fim de obter uma melhor visualização da perda de peso percentual alcançada para os produtos da ustulação, foi construído o gráfico representado na figura 30.

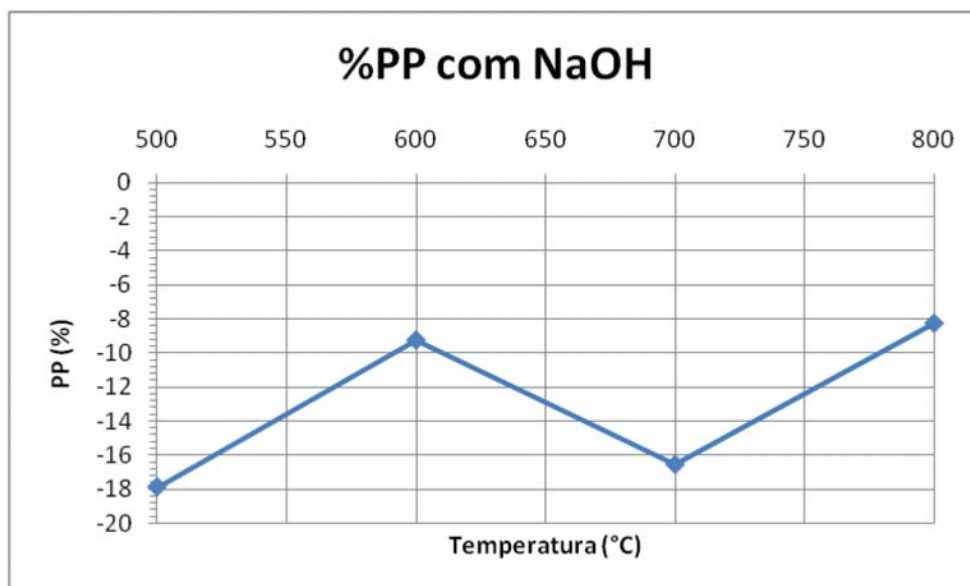


Figura 30 - Porcentagem de perda de peso NaOH com uma relação de 47,5% FeCr / 52,5% NaOH a 500°C, 600°C, 700°C e 800°C

Pode-se observar no gráfico acima que a perda de peso não apresentou um comportamento linear, mas, em todas as temperaturas testadas, houve perda e não ganho de massa.

5.2.1.3.

Ustulação com NaOH: Apreciação da solubilização.

Após a reação de ustulação, os produtos foram levados para a realização de um teste de solubilidade, no qual eles foram dissolvidos em água destilada e, depois da obtenção de uma solução homogênea, foram filtrados como descrito no capítulo de procedimento experimental. Pode-se ter uma idéia de quanto o cromato gerado na ustulação solubilizou a partir da diferença entre as massas da amostra antes e depois da etapa de solubilização. Esse cálculo está registrado na tabela 9 para diferentes temperaturas de ustulação.

47,5% liga e 52,5% NaOH

Temperatura (°C)	massa antes solubilização	massa depois solubilização	diferença entre as massas
500	1,639	0,785	0,854
600	1,916	1,041	0,875
700	1,566	0,972	0,594
800	1,935	0,91	1,025

Tabela 15 - Solubilização com NaOH com uma relação de 47,5FeCrAC / 2,5NaOH a 500°C, 600°C, 700°C e 800°C

Sabe-se que, quanto maior for a diferença entre as massas da amostra antes do teste de solubilidade e depois dele, maior é a quantidade de cromato que ficou dissolvida na solução. Isso porque, a amostra deveria ser constituída, basicamente, de cromato e hematita logo após sair do forno de ustulação, esperando-se que, depois de ser solubilizada e filtrada, a amostra contenha de, forma mais significativa, a hematita.

Segundo a tabela acima, nas temperaturas de 500 e 800°C, ocorreram as maiores solubilizações do cromato (perda de peso em torno de 52%). Na temperatura de 600°C, obteve-se uma diferença entre as massas final e inicial da ordem de 46%.

Novamente, percebe-se que os resultados não foram muito bem comportados. Todavia, é razoável supor que as dissoluções ocorrem de forma significativa e que o efeito da temperatura de ustulação, na faixa estudada, não foi bem detectada. Em outras palavras, é possível que a temperatura usada na ustulação interfira na quantidade de cromato gerado e, conseqüentemente, na solubilidade deste.

O gráfico, representado na figura 31, ilustra os resultados registrados na tabela 9.

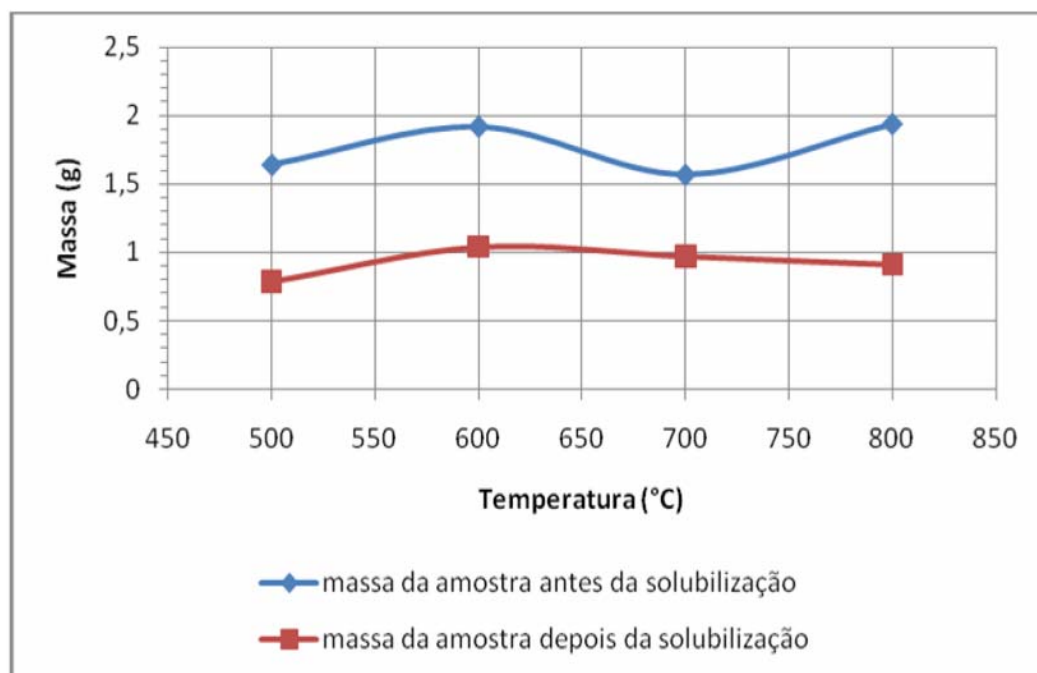


Figura 31 - Gráfico comparativo entre a massa da amostra antes e depois do teste de solubilização para as temperaturas de ustulação de 500, 600, 700 e 800°C com NaOH

Com o gráfico acima, obtém-se uma visualização mais precisa dos resultados do teste de solubilidade do cromato, confirmando que não ocorre uma variação significativa em decorrência da variação da temperatura de ustulação. A solubilização do cromato, que constituía parte da massa inicial da amostra, faz com que seja obtida uma solução de cor amarelada.

A situação ideal é a que a porcentagem de solubilização do cromo disponível alcançasse o valor correspondente a 100%. Todavia, a idéia inicial é estudar a viabilidade do método que pode ser baseado através de uma apreciação qualitativa, por MEV, dos materiais envolvidos tais como o produto da precipitação e o retido na filtração.

Neste sentido, foi realizado um teste de solubilização com o material obtido a partir de três ensaios de ustulação conduzidos na temperatura de 800°C e tempo reacional em 30 minutos. Os resultados estão registrados na tabela 10 a seguir.

800°C e 30 min.		
47,5%FeCrAC e 52,5% NaOH		
Testes	PP(%)	Massa pós-ustulação
1	-5,38	1,002
2	-2,65	1,027
3	-8,76	0,927
Massa total solubilizada (g)		2,956
Massa retida no papel de filtro (g)		1,930

Tabela 16 - Dados referentes à solubilização com NaOH e à massa restante após a filtração da solução.

Pode-se observar na tabela acima que, a massa que ficou retida no papel de filtro corresponde a 65,3% da massa que foi submetida à solubilização, ou seja, foi solubilizado 34,7% (1,026g) da massa inicial resultante da mistura dos três testes de ustulação.

Acredita-se que o cromato de sódio seja o composto majoritário desses 1,026g, visto que ele é um dos produtos da ustulação. Já, o composto que ficou retido no papel de filtro, acredita-se que seja formado, majoritariamente, por hematita. Embora interferências químicas estejam previstas, o fato da solução ter adquirido a coloração amarela é um indício da presença do cromato de sódio dissolvido na mesma.

5.2.1.4.

Ustulação com $Mg(OH)_2$: Porcentagem de perda de peso obtida

Foram realizados testes de ustulação com a liga e o hidróxido de magnésio utilizando o tempo reacional de 30 minutos e variando a temperatura e a proporção entre o reagente alcalino. Os resultados para a perda de peso porcentual foram registrados na tabela 11.

T (°C)	PP (%)			
	40% liga/ 60% $Mg(OH)_2$	50% liga/ 50% $Mg(OH)_2$	65% liga/ 35% $Mg(OH)_2$	71% liga/ 29% $Mg(OH)_2$
500	-19,05	-15,56	-11,9	-9,41
600	-19,17	-16,82	-10,81	-9,05
700	-20,33	-16,43	-13,93	-9,78
800	---	-16,48	---	-9,31

Tabela 17 - Porcentagem de perda de peso com diferentes relações de reagentes a 500°C, 600°C e 700°C

Conforme a tabela acima, visualiza-se que a maior perda de peso foi obtida com a proporção de 40% da liga de FeCrAC para 60% de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ na temperatura de 700°C . No entanto, essa proporção foi a que obteve as maiores porcentagens de perda de massa para as outras temperaturas também. As menores perdas de peso percentuais foram as registradas para a proporção de 71% da liga de FeCrAC para 29% de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ em todas as temperaturas testadas.

De acordo com os resultados registrados, quanto maior é a quantidade de reagente alcalino presente na amostra a ser ustulada, maior é a perda de massa obtida pelos produtos após a reação. Esse fato pode ser relacionado com uma maior eficiência da reação na medida em que se aumenta a viabilidade do contato entre os reagentes, o qual pode ser otimizado através de uma relação entre eles. Por outro lado, não se identifica uma marcante influência da temperatura na efetividade da reação de ustulação.

O gráfico da figura 32 ilustra os resultados registrados na tabela 11.

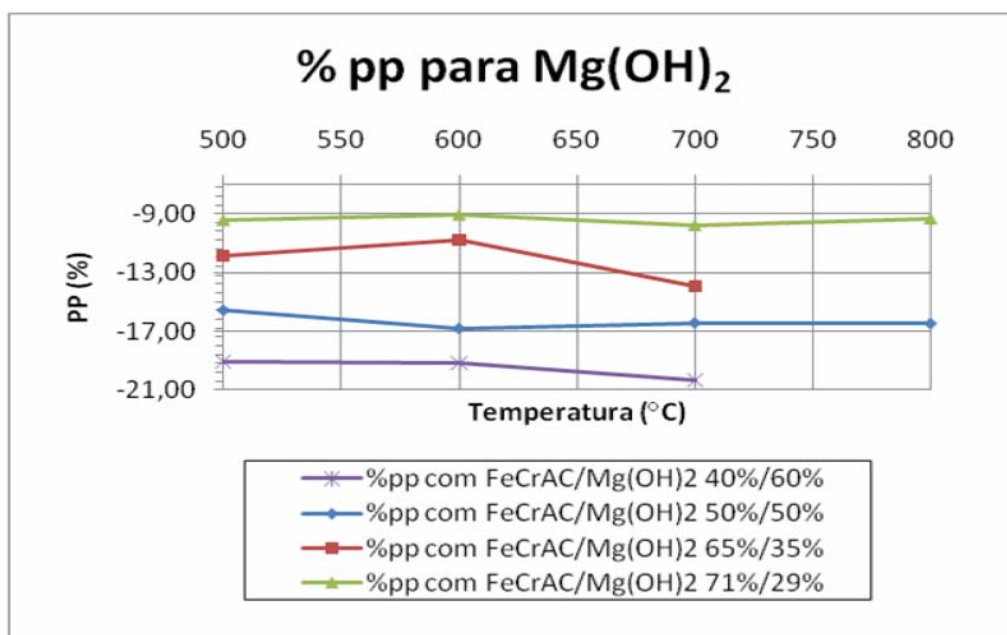


Figura 32 - Diagrama de perda de peso com diferentes relações de reagentes de FeCrAC/ $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a 500°C , 600°C , 700°C e 800°C

Observa-se, de forma mais nítida, o discreto efeito da temperatura e as maiores perdas de peso para os testes utilizando a proporção de 40% liga e 60% $\text{Mg}(\text{OH})_2$.

5.2.1.5.

Ustulação com Mg(OH)_2 : Apreciação da solubilização

Foram realizados testes de solubilização, na temperatura de 50°C, logo após a etapa da ustulação. Os resultados obtidos foram registrados nas tabelas 12 e 13.

65% liga e 35% Mg(OH)_2			
Temperatura (°C)	massa antes solubilização	massa depois solubilização	diferença entre as massas
500	0,874	0,865	0,009
600	0,875	0,605	0,27
700	0,853	0,509	0,344

Tabela 18 - Solubilização com Mg(OH)_2 com uma relação de 65%FeCrAC / 35% Mg(OH)_2 a 500, 600 e 700°C

71% liga e 29% Mg(OH)_2			
Temperatura (°C)	massa antes solubilização	massa depois solubilização	diferença entre as massas
500	1,261	1,208	0,053
600	1,256	1,174	0,082
700	1,254	1,088	0,166
800	1,266	0,639	0,627

Tabela 19 - Solubilização com Mg(OH)_2 com uma relação de 71%FeCrAC / 29% Mg(OH)_2 a 500, 600, 700 e 800°C

Observa-se pelas tabelas 12 e 13 que o maior percentual de solubilização (49,5%) foi alcançado para os materiais gerados na ustulação efetivada com 29% de hidróxido de magnésio a 800 °C. A outra condição experimental, que gerou uma solubilização significativa, foi aquela efetivada a 700°C e 35% de hidróxido na mistura. Portanto, pode-se dizer que o aumento na relação hidróxido/liga compensa a diminuição de temperatura. Em outras condições, as solubilizações não foram marcantes.

A partir destas observações, pode-se estimar que, para este sistema reacional, o aumento da temperatura de ustulação gera uma maior quantidade de cromato a ser solubilizado. Todavia, acredita-se que melhores níveis de obtenção e solubilização do cromato possam ser alcançados.

Foi construído o gráfico da figura 33, com os dados referentes à tabela 13, a fim de fornecer uma melhor visualização sobre a quantidade de cromato solubilizada. Pode ser nitidamente observado que somente o teste a 800°C indica uma solubilização marcante do produto da ustulação com hidróxido de magnésio.

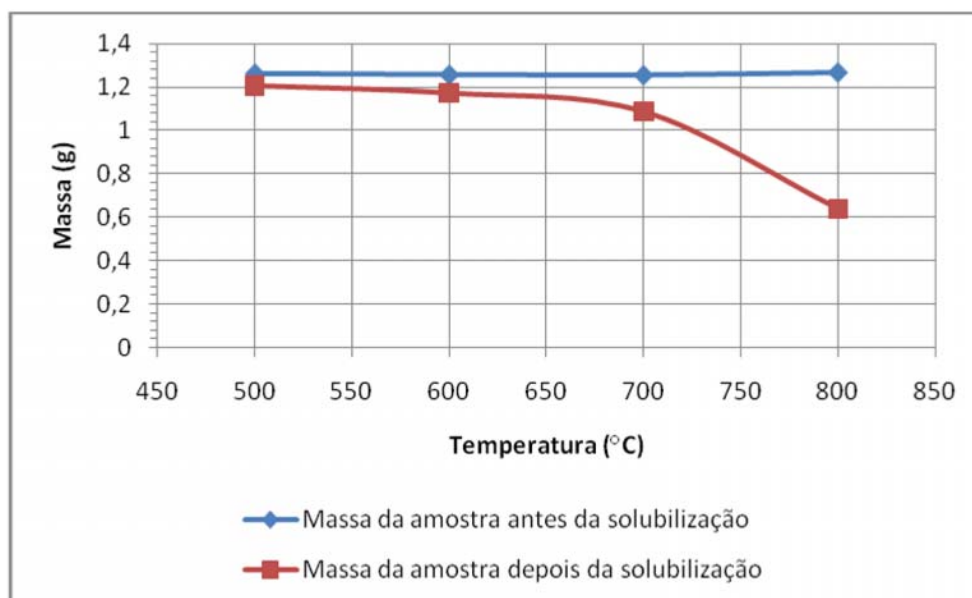


Figura 33 - Gráfico comparativo entre a massa da amostra antes e depois do teste de solubilização para as temperaturas de ustulação de 500, 600, 700 e 800°C com $\text{Mg}(\text{OH})_2$

5.2.1.6. Ustulação com $\text{Mg}(\text{OH})_2$: Cinética

A fim de se apreciar a evolução da reação de ustulação ao longo do tempo, foram realizados testes, nas temperaturas de 500, 600, 700 e 800°C, utilizando o reagente alcalino $\text{Mg}(\text{OH})_2$ na proporção de 50%.

Os resultados estão registrados nas tabelas abaixo.

500°C						
Relação FeCrAC / $\text{Mg}(\text{OH})_2$	0,5/0,5					
Tempo (min.)	8	10	15	20	30	45
PP (%)	14,53	15,28	15,14	15,99	15,56	15,6

Tabela 20 - Perda de peso da amostra, a 500°C, no decorrer do tempo

600°C					
Relação FeCrAC / Mg(OH) ₂	0,5/0,5				
Tempo (min.)	8	10	15	25	30
PP (%)	15,77	16,28	15,83	16,04	16,82

Tabela 21 - Perda de peso da amostra, a 600°C, no decorrer do tempo

700°C						
Relação FeCrAC / Mg(OH) ₂	0,5/0,5					
Tempo (min.)	4	6	12	15	18	30
PP (%)	15,69	16,26	16,11	16,33	16,5	16,43

Tabela 22 - Perda de peso da amostra, a 700°C, no decorrer do tempo

800°C							
Relação FeCrAC / Mg(OH) ₂	0,5/0,5						
Tempo (min.)	2	3	5	10	15	25	30
PP (%)	15,77	15,98	16,09	16,35	16,41	16,36	16,48

Tabela 23 - Perda de peso da amostra, a 800°C, no decorrer do tempo

Pode-se observar que, em todos os casos, a reação acontece, majoritariamente, nos primeiros minutos. O aumento percentual de perda de peso ao longo do tempo não é significativo e os níveis máximos oscilam em torno de 16,5%. Novamente, percebe-se que o efeito da temperatura não é relevante, indicando que as condições de contato físico entre os reagentes são mais determinantes na evolução da reação. Portanto, as variáveis tempo e temperatura não precisam ser utilizadas nos seus valores mais elevados, visto que, se fossem, não se iria gerar uma maior eficiência no processo da ustulação.

Os dados referentes às perdas de peso registrados nas tabelas anteriores foram utilizados para a construção do gráfico cinético, localizado na figura 34, onde constata-se, nitidamente, que as conversões máximas podem ser obtidas em tempos da ordem de 15 minutos na temperatura de 600°C.

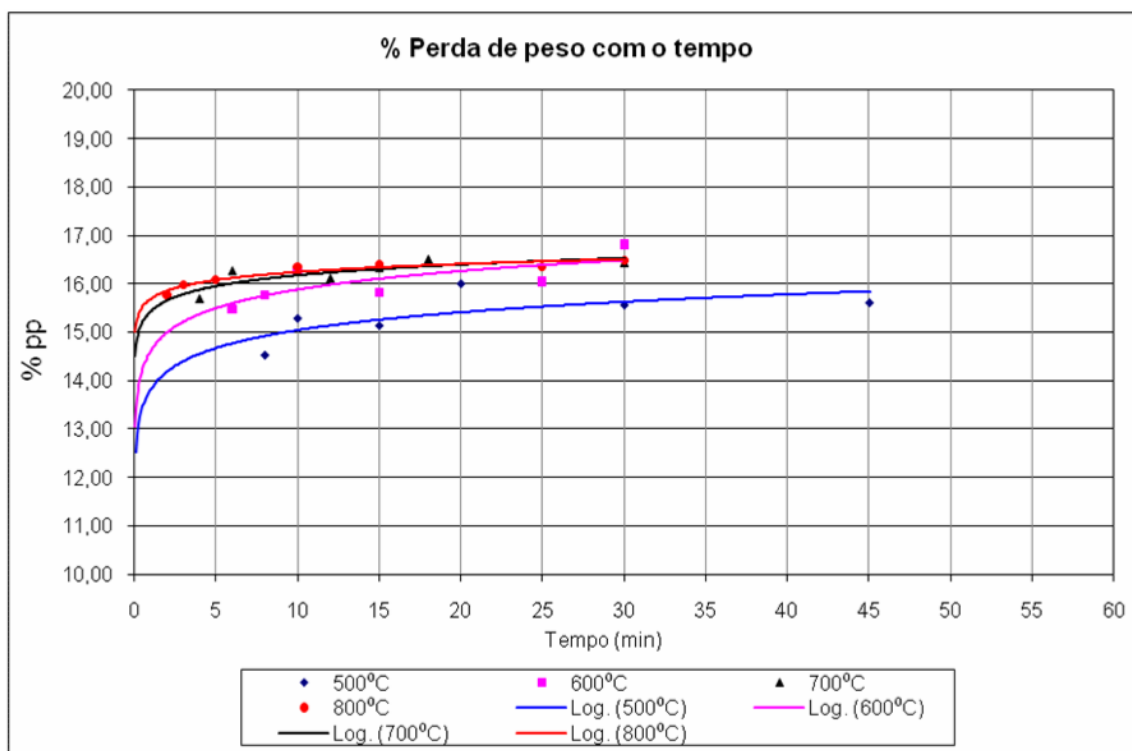


Figura 34 - Diagrama da Curva Cinética com 0,5 FeCrAC/ 0,5 Mg(OH)₂ a 500, 600, 700°C e 800°C

5.2.2.

Precipitação seletiva

5.2.2.1.

A partir da solução oriunda da ustulação/solubilização com NaOH

Para este estudo, foram realizados três testes de ustulação com o reagente alcalino NaOH, a 800°C e a 30 minutos. Os seus produtos foram misturados e dissolvidos em água destilada. Após a filtração da solução, alterou-se o pH e foi adicionado peróxido de hidrogênio e ferro metálico, conforme descrito no capítulo de procedimento experimental, tornando o pH básico, finalmente o hidróxido de cromo precipitou e foi levado à calcinação para gerar o óxido de cromo. Os resultados desse processo foram registrados na tabela abaixo.

800°C e 30 min.		
47,5% FeCrAC e 52,5% NaOH		
Testes	PP(%)	Massa pós-ustulação
1	-5,38	1,002
2	-2,65	1,027
3	-8,76	0,927
Massa total solubilizada (g)		2,956
Massa retida no papel de filtro (g)		1,051
Massa que ficou em solução (g)		1,905
Massa do produto da calcinação (g)		0,573

Tabela 24 - Dados referentes à solubilização com NaOH e ao processo de precipitação do óxido de cromo

Observa-se na tabela 18 que da massa levada para a solubilização obteve-se 35,5% como resíduo sólido (possivelmente hematita) e 64,5% solubilizada. Em seguida, a massa obtida na calcinação, teoricamente composta de forma majoritária por óxido de cromo, foi igual a 0,573g. Em termos quantitativos, é claro que o processo encontra-se longe de uma idealidade visto que a eventual recuperação de cromo estaria ainda muito baixa. Todavia, uma apreciação qualitativa pode indicar a viabilidade do processo. Para atender a este objetivo, os materiais envolvidos no processo foram levados para caracterizações por DRX e MEV/EDS.

5.2.2.2.

Caracterização (MEV/EDS e DRX) do resíduo sólido retido no filtro após a etapa de ustulação/solubilização

Foram realizadas análises por MEV/EDS e DRX no resíduo não solubilizado, ou seja, que ficou retido numa membrana celulosa. Os resultados dessa análise estão mostrados nas figuras 35 e 36.

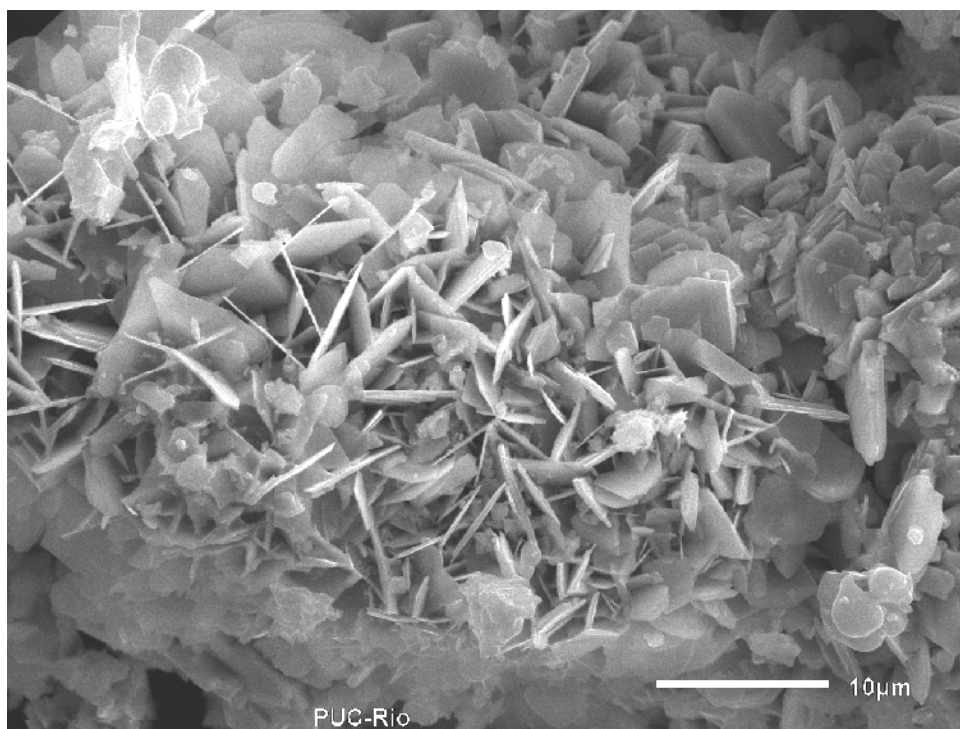


Figura 35 - Micrografia (MEV) do resíduo não solubilizado

Full scale counts: 1595

Base(2)

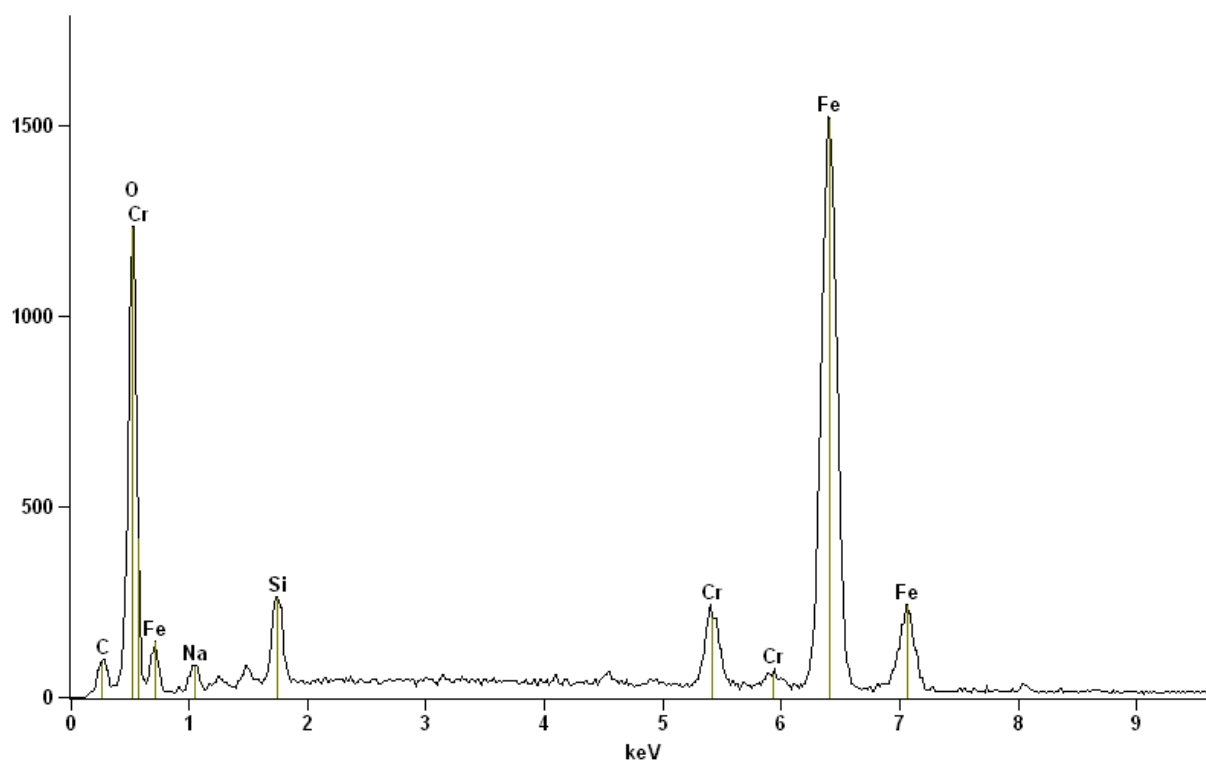


Figura 36 - Gráfico de EDS referente ao resíduo não solubilizado

Element	Weight %	Atom %
C	6,71	15,34
O	29,78	51,1
Na	1,58	1,89
Si	2,28	2,23
Ti	0,38	0,22
Cr	4,42	2,33
Fe	53,56	26,33
Cu	1,29	0,56
total	100	100

Tabela 25 - Avaliação quantitativa referente ao espectro da figura 36

Pode-se observar, na figura 36 e na tabela 19, que os elementos químicos oxigênio e ferro estão presentes em maior quantidade, suas concentrações em peso são correspondentes a 29,78% e 53,56% respectivamente. O cromo não ficou totalmente solubilizado, visto que foi encontrada uma pequena quantidade dele nessa amostra analisada.

Pela visualização do espectro, pode-se considerar que este resíduo seja composto de hematita, no entanto, como há a presença de outros elementos, ela não se encontra na forma pura. Através da otimização do método, poderia-se chegar a obter um composto no qual a presença dessas impurezas fosse reduzida de forma significativa, admitindo tratar-se, com uma maior certeza, de hematita.

A figura 37 apresenta o difratograma do resíduo não solubilizado

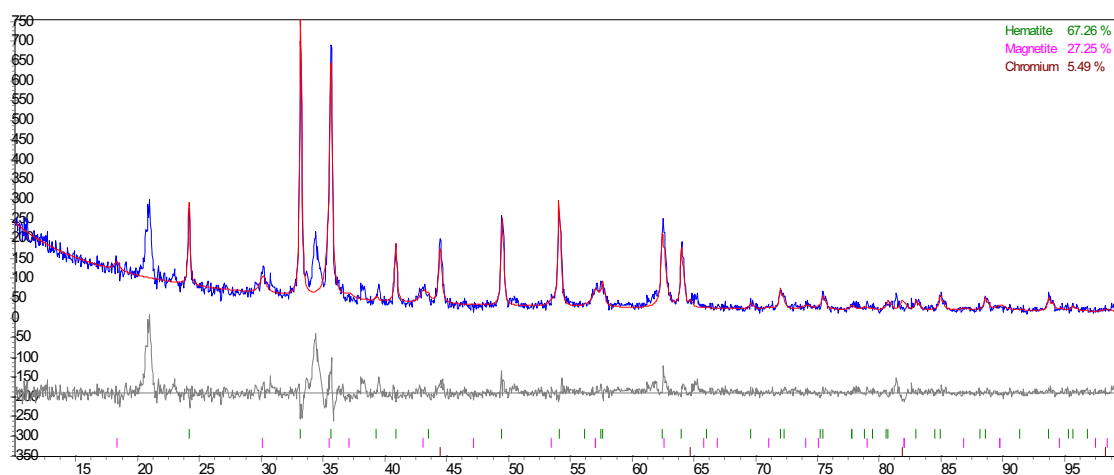


Figura 37 - Difratograma do resíduo não solubilizado.

O difratograma acima, incorporando o ajuste de Rietveld, suporta a idéia da existência de um alto conteúdo de óxidos de ferro neste resíduo, visto ter sido identificado a presença do Fe_2O_3 (hematita) com 67,26% e do Fe_3O_4 (Magnetita) com 27,25%. Uma menor quantidade de cromo (4,49%) também foi identificada o qual confirma a necessidade de uma otimização das condições de ustulação/solubilização/precipitação seletiva.

5.2.2.3.

Caracterização (MEV/EDS e DRX) do produto da calcinação

O produto da calcinação foi submetido à análise de microscopia eletrônica de varredura e DRX, visando, principalmente, uma apreciação sobre as presenças dos elementos cromo e oxigênio neste material. Os resultados desses métodos analíticos estão mostrados nas figuras 38 e 39.

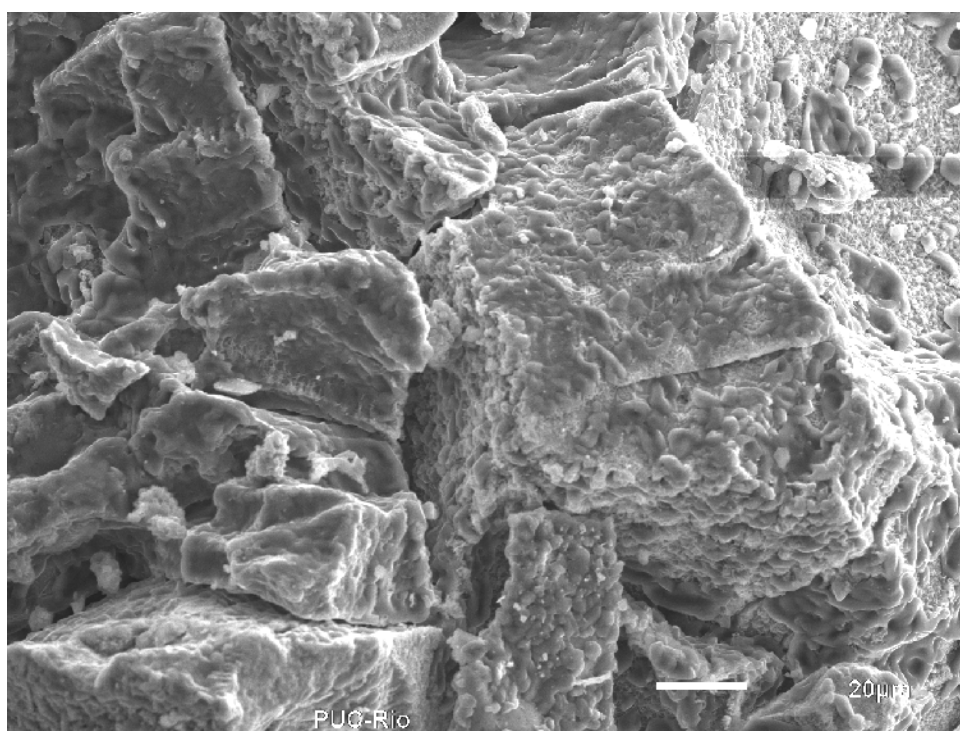


Figura 38 - Micrografia (MEV) do produto gerado na calcinação

Full scale counts: 5910

Base(5)

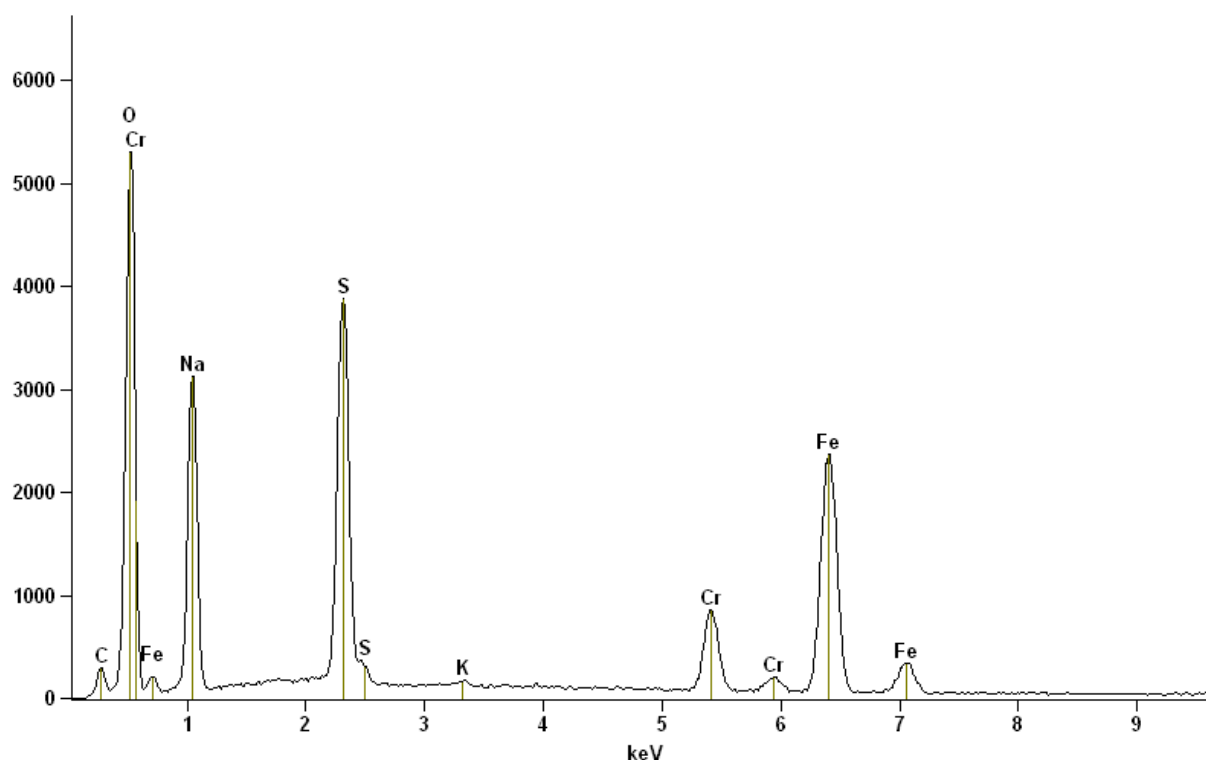


Figura 39 - Gráfico de EDS referente ao produto gerado na calcinação

Element	Weight %	Atom %
C	6,09	11,11
O	41,66	57,03
Na	15,13	14,41
S	9,39	6,41
K	0,13	0,07
Cr	5,02	2,12
Fe	22,58	8,85
Total	100	100

Tabela 26 - Avaliação quantitativa referente ao espectro da figura 39.

De acordo com a figura 39 e a tabela 20, observa-se que há uma quantidade significativa de oxigênio, correspondendo a aproximadamente 41,66% de concentração em peso. Já para o cromo, embora esteja presente, sua quantidade não é tão expressiva, apenas 5,02% em peso na região em que o espectro foi feito. A concentração em peso de ferro ficou bem acima da

esperada, 22,58%, o mesmo ocorreu com a do elemento sódio, 15,13%, e com o enxofre, 9,39%.

A presença desses três últimos elementos químicos mencionados está associada ao preparo da solução para que houvesse a precipitação do hidróxido de cromo quando deveriam ter permanecido em solução. Todavia, uma discreta presença não inviabilizaria o processo.

A figura abaixo (40) ilustra o difratograma obtido para o material calcinado.

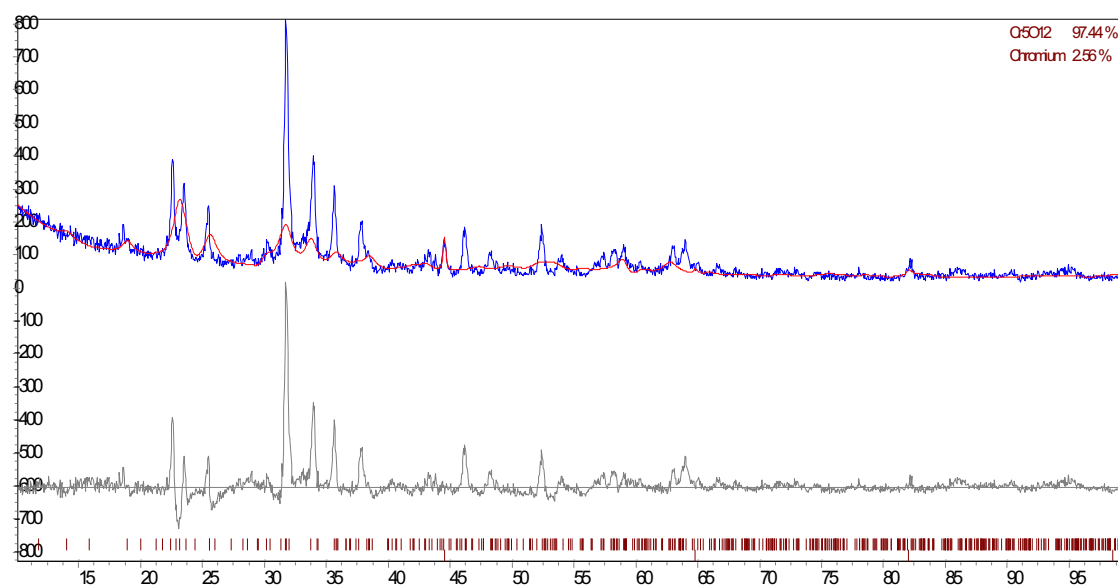


Figura 40 - Difratograma do produto da calcinação

Embora o material obtido tenha apresentado certa complexidade, visto que diversas fases não foram reconhecidas, foi possível identificar a presença do óxido de cromo com a constituição Cr_5O_{12} . Observou-se, também, a existência de ferro, a qual pode estar associada tanto a uma ineficiência do processo de separação inicial como à adição de lã de ferro durante o processo de precipitação do hidróxido de cromo. Embora tais apreciações não tenham sido absolutamente definitivas, é possível dizer que, qualitativamente, tem-se uma perspectiva positiva quanto à viabilidade de obtenção do óxido de cromo a partir da metodologia proposta.