



## PROCEDIMENTO 2013/05

### PREPARAÇÃO DE PÉROLA (PASTILHA FUNDIDA)

A preparação da pérola ou pastilha fundida pode ser feita utilizando o forno elétrico automático ou a mufla. Ambos os procedimentos estão descritos a seguir.

#### I. Preparação no forno Katamax K1 Prime

\*Realizar o ensaio de PERDA AO FOGO cf. Procedimento 2013/03. Esse procedimento é necessário para garantir que a amostra em questão esteja totalmente convertida em óxido para que não haja reação com o cadinho de platina utilizado no forno elétrico.

\*Pesar 2,0000 g de amostra;

\*Pesar 8,0000g de fundente (tetraborato de lítio e metaborato de lítio)

**OBS:** os 8,0000 g de fundente podem ser compostos de quantidades variadas de tetraborato de lítio e metaborato de lítio, de acordo com o índice de acidez calculado, indicado no item III deste Procedimento.

\*Homogeneizar previamente a mistura amostra devidamente pulverizada (cf. Procedimento 2012/01) + fundente em saco plástico;

\*Transferir a amostra para um cadinho de platina, de acordo com o modelo do forno.

\*Encaixar o cadinho com a mistura na parte superior do forno, como mostra a Fig.1:



Figura 1 Encaixe do cadinho no forno



Laboratório de Caracterização Química

Campus II – Polo Urbo-Industrial, s/n., Bairro Santa Lucrécia, CEP 12.602-810-Lorena –SP

Fones: (12) 3159 9924 ou 3159 9932

\*Fechar a tampa de segurança do cadinho.

\*Posicionar o molde no forno, como indicado na Fig. 2.

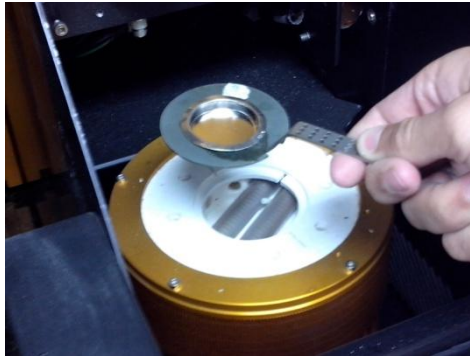


Figura 2 Posicionamento do molde no forno

\*Fechar a tampa do forno

\*Selecionar a rampa de aquecimento desejada

\*Apertar o botão Start

## II. Preparação na mufla

\* Misturar 0,8000 g de amostra já pulverizada com 5,0000 g de fundente (tetraborato de lítio e metaborato de lítio, seguindo o mesmo critério de acidez (item III) para decidir sobre as quantidades de cada um).

\* Aquecer a mufla 1160°C, colocar o cadinho com a mistura na mufla por 20 min.

\* Homogeneizar a cada 5 minutos com a ajuda da pinça para cadinhos e luva protetora para altas temperaturas;

\* Retirar o cadinho da mufla e verter a mistura fundida no molde. Deixar resfriar ao ar por 10 minutos.

## III. CÁLCULO DO ÍNDICE DE ACIDEZ DA AMOSTRA

\* Critério

0,5 ← ----- → 2,5

100% Tetraborato de lítio ← ----- → 100% Metaborato de lítio



Laboratório de Caracterização Química

Campus II – Polo Urbo-Industrial, s/n., Bairro Santa Lucrecia, CEP 12.602-810-Lorena –SP

Fones: (12) 3159 9924 ou 3159 9932

$$\text{Índice de acidez} = \frac{\text{número de átomos de oxigênio}}{\text{número de átomos dos outros elementos}}$$

\*Exemplo:  $\text{CaO}$                        $\text{ÍNDICE} = 1/1 = 1$

\*Fazendo uma regra de três, determina-se o valor de metaborato de lítio a ser usado como fundente.

0,5-----100% metaborato

1-----x

$$x = 40\%$$

Portanto:

Mistura correspondente de fundentes = 40% dos 8,0000 g de metaborato de lítio e 60% dos 8,000g de tetraborato de lítio.