

UMA ALTERNATIVA EM ANÁLISE QUÍMICA – APL DE BASE MINERAL DE PEGMATITO DO RN

Franciulli da Silva Dantas de Araújo¹, Lana Lopes de Souza, Antônio de Pádua Arlindo Dantas, Jadilson Pinheiro Borges Júnior, Eiji Harima e José Yvan Pereira Leite.

RESUMO

As empresas de pequeno e médio porte que compõe os Arranjos Produtivos Locais, em especial os do Rio Grande do Norte e Paraíba possuem demandas industriais especiais que não têm sido atendidas no âmbito regional. O atendimento destas demandas fortalece a estrutura de apoio aos APLs, aumentando a competitividade dessas empresas. A caracterização dos bens minerais produzidos por estas empresas é de grande importância para sua competitividade. O Laboratório de Processamento Mineral e de Resíduos do IFRN, observando esta lacuna adquiriu um equipamento de fluorescência de raios X (modelo EDX-720 da Shimadzu), tendo em vista criar uma alternativa para o pequeno minerador. A técnica de análise quali-quantitativa empregada na análise multi-elementar baseada na medida das intensidades de raios-x característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra. Em parceria com essas empresas que constituem os APLs minerais e cerâmicos, o Laboratório de Processamento Mineral (LabProc) tem criado padrões a partir de minerais locais e definido curvas de calibração, utilizando minerais puros amostrados na região. Os resultados das análises têm sido comparados com outros laboratórios para validação dos padrões. Espera-se validar a metodologia para auxiliar a consolidação do APL de base mineral da região.

Palavras-chave: Análise química, fluorescência de raios-X, APL mineral.

ABSTRACT

The small-and medium-sized businesses that constitute the Local Productive Arrangements, in particular those of Rio Grande do Norte and Paraíba states have special industrial demands that have not been supplied within the region. The supplying of this demand will reinforce the infrastructure for clusters, increasing their competitiveness. The characterization of minerals produced by these companies is of great importance to their competitiveness. The Laboratório de Processamento Mineral e de Resíduos (LabProc) of IFRN, noting this gap, has acquired an X-ray fluorescence (Model EDX-720 Shimadzu) equipment, in order to create an alternative for the small miners. The technique for analysis used in qualitative and quantitative multi-elemental analysis based on the measured intensities of characteristic X-rays emitted by elements in the sample. In partnership with those companies that constitute the clusters minerals and ceramics, the LabProc has created standards from local minerals and defined calibration curves using pure mineral

¹ IFRN–Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte, Laboratório de Processamento Mineral e de Resíduos, Diretoria de Educação Tecnológica em Recursos Naturais. Av. Senador Salgado Filho, 1559, CEP: 59015-000, Natal, RN, Brasil. E-mail: franciulli.araujo@ifrn.edu.br

samples collected in the region. The analysis results have been compared with other laboratories to validate the standards, expecting to validate a methodology to assist the consolidation of the APL-based mineral from that region.

Key-words: Chemical analysis, x-ray fluorescence, APL mineral.

1. INTRODUÇÃO

Os arranjos produtivos locais (APL) de base mineral tem desempenhado um importante papel agregando empreendimentos e indivíduos de um mesmo território que atuam em torno de uma cadeia produtiva, com base na extração e transformação mineral, sendo responsáveis pela revitalização do setor mineral, como acontece na região Seridó do Rio Grande do Norte (Rede APLMineral).

Os APL também estão contemplados na Agenda de Crescimento, cuja missão é articular as ações de desenvolvimento do RN e contribuir para a melhoria de qualidade de vida, reduzir os níveis de desemprego, atuando no crescimento sustentável do Estado. Dentro desta política, em 2007 foi implantado o Núcleo Norte-Riograndense de Apoio aos APL, contando com 20 instituições do governo, científicas, tecnológicas e empresas.

As empresas que compõe os APL demandam ensaios especiais, mas não têm sido atendidas no âmbito regional, sendo necessário o envio das amostras para laboratórios situados em outras regiões do país, algumas vezes até mesmo em outros países. O atendimento das demandas por caracterização dos bens minerais produzidos por estas empresas fortalece a estrutura de apoio aos APL e aumenta a competitividade das empresas participantes.

O Laboratório de Processamento Mineral e de Resíduos (LabProc) do IFRN, observando esta lacuna, realizou uma pesquisa de campo para determinar a demanda por ensaios tecnológicos de caracterização nas empresas que fazem parte dos APL de base mineral da região Seridó do Rio Grande do Norte e adquiriu um equipamento de fluorescência de raios x (modelo EDX-720 da Shimadzu), tendo em vista criar uma alternativa para o pequeno minerador, empregando análise quali-quantitativa na análise multi-elementar baseada na medida das intensidades de raios-x característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra.

Bezerra et. AL (2009) mostraram que a validação de método de preparação de amostra de ouro apresentaram excelente convergência entre seus resultados e comprovaram a qualidade do processo de preparação das amostras realizadas no Labproc do IFRN.

Em parceria com essas empresas que constituem os APL minerais e cerâmicos, o LabProc tem criado padrões a partir de minerais locais e definido curvas de calibração, utilizando minerais puros amostrados na região. Os resultados das análises têm sido comparados com outros laboratórios para validação dos padrões, sendo apresentada neste trabalho a determinação da curva de calibração para a scheelita, a partir de amostras obtidas na Mineração Tomaz Salustino, situada no município de Currais Novos/RN.

De acordo com o Standard Methods (2005) um teste de equivalência pode ser utilizado para validação de um método, e este consiste na comparação entre dois métodos e é neste teste de equivalência que se baseia este trabalho, que tem por objetivo validar a metodologia e criação de padrões para auxiliar a consolidação dos APL de base mineral e cerâmico da região e neste trabalho é apresentada a criação da curva de calibração para o mineral scheelita, proveniente da mineração Tomás Salustino, bem como levantamento das demandas por ensaios químicos na região.

A curva de calibração foi realizada de acordo com os procedimentos mostrados no manual de instrução do Espectrofotômetro de Fluorescência de Raio-X fornecido pela Shimadzu.

2. EXPERIMENTAL

2.1. Pesquisa de Campo

Durante o mês de julho de 2010, uma equipe do LabProc visitou várias empresas na região do Seridó do Rio Grande do Norte e Paraíba que fazem parte do APL de base mineral e cerâmico, fazendo um levantamento dos tipos e quantidades de ensaios tecnológicos demandados. A visita às empresas foi coordenada pelo IFRN com associação da UNIMINA e Associação dos Mineiros de Parelhas, apoiado pelo SEBRAE.

A UNIMINA e a Associação dos Mineiros de Parelhas possuem em seu quadro de associados pequenas e médias empresas que atuam no beneficiamento de caulim, feldspato, mica, tantalita, scheelita e na produção de cerâmica vermelha.

2.2. Recebimento e Preparação das Amostras

As amostras representativas, coletadas na Mineração Tomas Salustino, no município de Currais Novos/RN, foram encaminhadas ao LabPro, e no seu recebimento foram realizados os seguintes procedimentos:

1. As condições das amostras foram avaliadas visualmente, com vistas a determinar se as propriedades do material foram preservadas;
2. Os recipientes/pacotes são avaliados, para determinar se houve perda ou contaminação da amostra;
3. É verificado o preenchimento da etiqueta de identificação;
4. As amostras são registradas e são emitidas etiquetas do laboratório;
5. As amostras registradas são levadas para a área de preparação de amostras com o fluxograma de preparação.

A preparação das amostras é feita de acordo com o fluxograma apresentado na Figura 1.

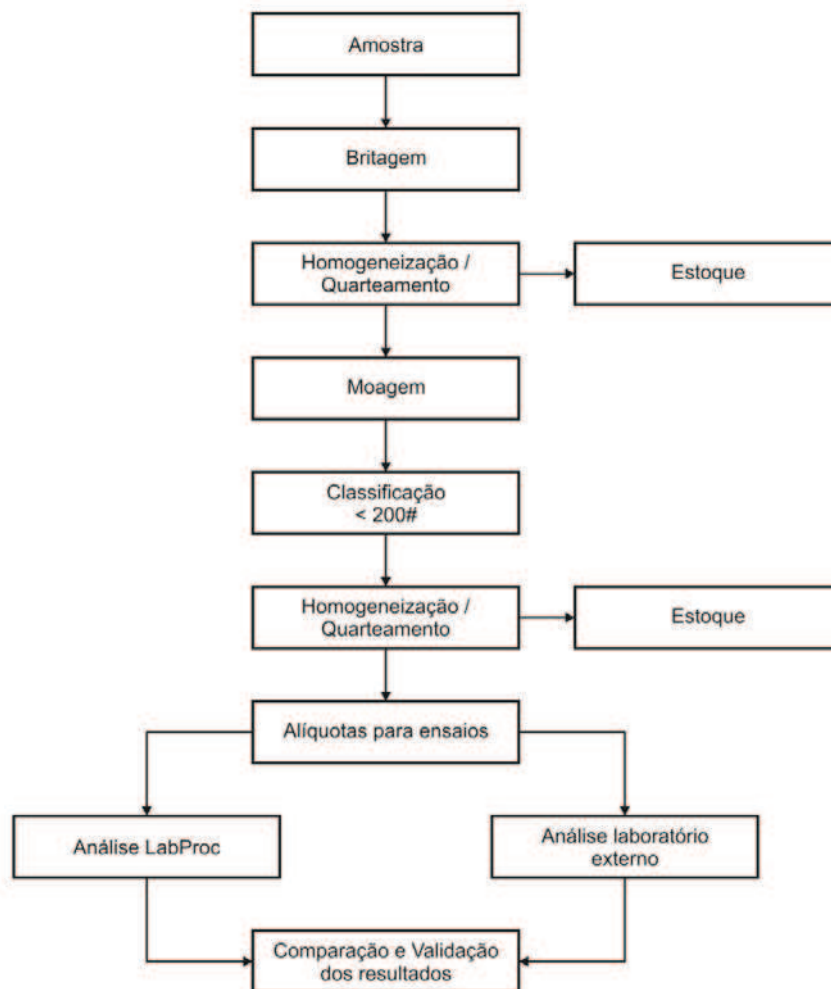


Figura 1. Fluxograma representativo do processo de preparação de amostras e padronização.

Após o recebimento, as amostras são cominuídas em britador de mandíbulas, sendo o produto da britagem homogeneizado e quarteado até atingir massa adequada para os ensaios posteriores, sendo uma parte do material levado ao estoque.

O produto da britagem segue para a moagem em moinho de martelos, após o qual é novamente homogeneizado e quarteado para redução da massa da amostra, onde são geradas alíquotas para os ensaios e uma fração do material para o estoque.

As alíquotas para ensaios químicos são pulverizadas em moinho planetário e classificadas em peneira de 200 malhas, sendo o material menor que esta granulometria, utilizados na análise química.

As amostras pulverizadas são dopadas (misturadas) com outro mineral, normalmente quartzo (SiO₂), para simular diferentes concentrações do elemento químico de interesse e então enviadas a laboratório com expertise na análise do material de interesse. Para o caso da scheelita, os padrões foram enviados ao laboratório da Mineração Tomas Salustino em Currais Novos/RN e analisados no LabProc.

Após as análises, os resultados dos dois laboratórios são comparados e é criada uma curva de calibração a partir da convergência entre os resultados gerados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Pesquisa de Campo

A partir dos dados coletados em campo, constatou-se que apenas as empresas de médio porte realizam ensaios tecnológicos em seus produtos. As demais empresas encontram dificuldades para realização destes ensaios em virtude da distância dos laboratórios que realizam tais ensaios e dos altos valores cobrados por estes.

No setor cerâmico, as massas são preparadas com base na experiência, e não com base em ensaios tecnológicos de caracterização, o que compromete a qualidade final do produto, gerando grande quantidade de resíduos que são descartados de forma inadequada nas proximidades das cerâmicas.

A Tabela 1 apresenta uma síntese das demandas por ensaios tecnológicos de caracterização química dos materiais por produto (minerais analisados) e município onde se concentra a demanda, observando as cooperativas e os pequenos produtores.

Tabela 1. Demandas por ensaios tecnológicos por mineral e municípios na Região do Seridó.

Produto	Município	Demanda
Caulim	Equador / RN	111
Feldspato	Lajes Pintadas / RN	16
Scheelita	Currais Novos / RN	84
Tantalita	Currais Novos / RN	7
Argila	Currais Novos – Parelhas / RN	357
Mica	Currais Novos / RN	7
	TOTAL	582

Estas demandas foram calculadas com base nos lotes mensais produzidos pelas empresas e demonstram a grande carência por ensaios de caracterização química, que serão indispensáveis na adoção de medidas de controle de qualidade.

3.2. Análises Químicas

Para atestar a capacidade de atendimento das demandas por análise química na região, o IFRN através do LabProc adquiriu equipamentos de caracterização tecnológica, entre os quais um espectrofotômetro de fluorescência de raios X e difratômetro de raios X mostrados na figuras 2 e 3.

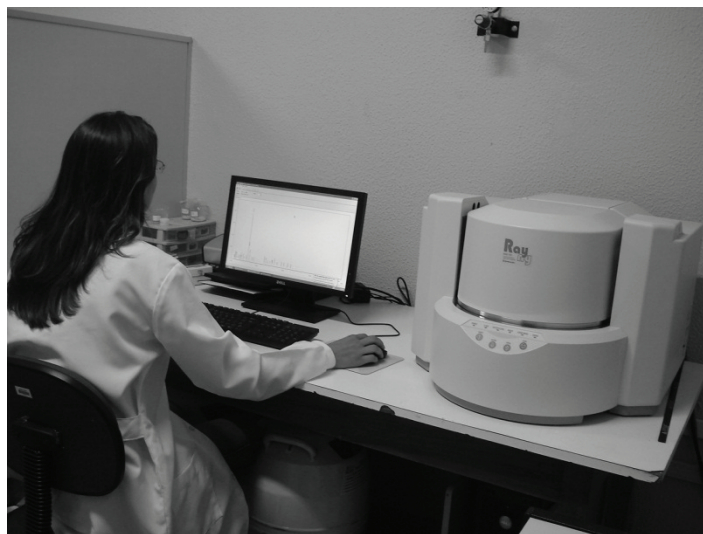


Figura 2. Espectrômetro de fluorescência de raios X modelo EDX-720 Shimadzu. LabProc (IFRN)

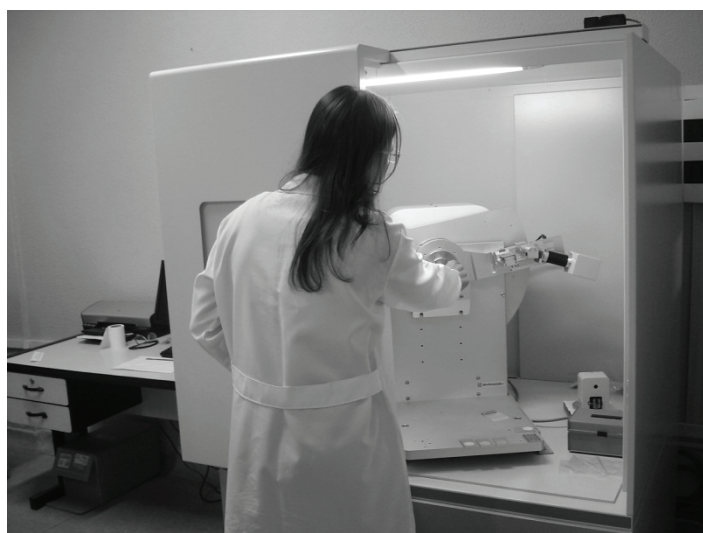


Figura 3. Difratômetro de raios X modelo XRD 7000 Shimadzu. LabProc (IFRN)

O LabProc tem trabalhado para qualificar os resultados obtidos com o espectrômetro de fluorescência de raios X, os quais são obtidos com a calibração do equipamento com amostras previamente padronizadas em laboratórios certificados.

A Tabela 2 apresenta os resultados comparados entre as análises realizadas pela fluorescência de raios X no LabProc e por absorção molecular no laboratório da Mineração Tomaz Salustino, afim de mostrar a confiabilidade dos resultados.

Tabela 2. Resultados de análises de padrões de WO_3 .

Padrão % WO_3	Leitura Fluorescência	Leitura Absorção
0,010	0,000	0,010
0,100	0,000	0,090
1,000	1,326	1,010
5,000	6,498	5,040
10,000	11,539	10,200
20,000	21,444	22,360
50,000	52,074	55,860

Observa-se que o equipamento de fluorescência não detectou a presença de WO_3 nas concentrações de 0,01 e 0,1%, mostrando que para baixas concentrações de WO_3 o equipamento é inadequado.

Com base nos dados da Tabela II foram plotados gráficos de convergência, como apresentados na Figura 4, 5 e 6.

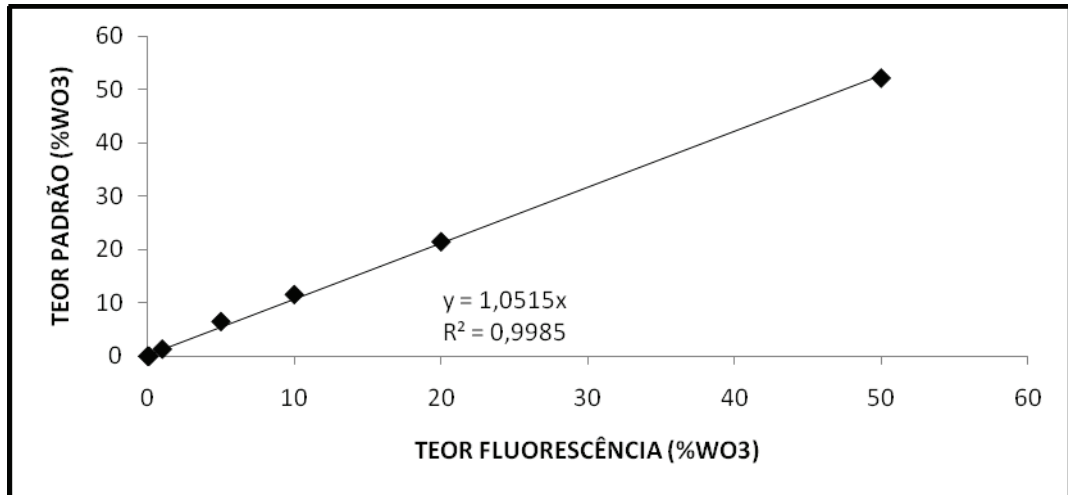


Figura 4. Gráfico de convergência Teor Padrão vs. Leitura da Fluorescência.

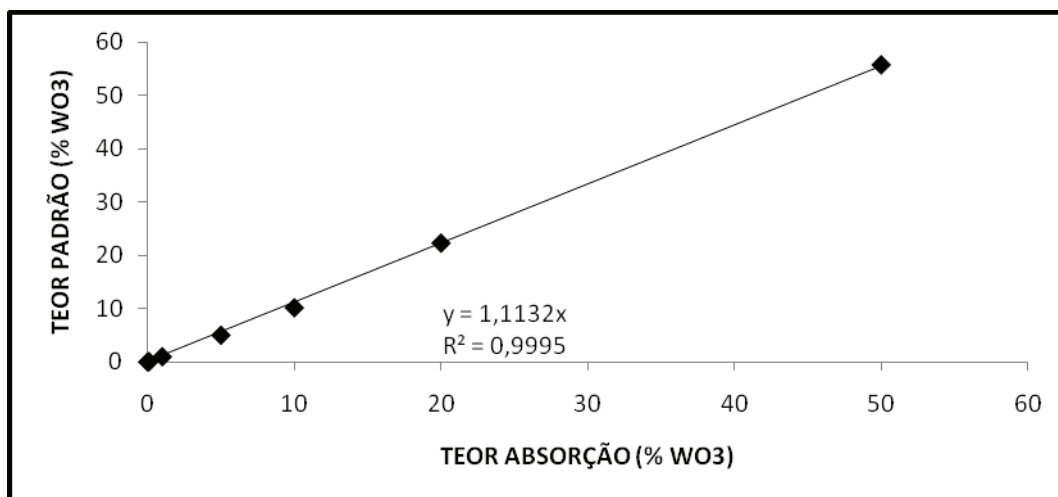


Figura 5. Gráfico de convergência Teor Padrão vs. Leitura da Absorção.

Nos gráficos apresentados nas figuras 4 e 5 percebe-se que a convergência dos resultados das análises com os valores padrões é muito próxima, atingindo um R^2 igual a 0,998 para os ensaios realizados por fluorescência e 0,999 nos testes realizados por absorção molecular, atestando grande grau de confiabilidade dos resultados.

A Figura 6 é apresentado um gráfico de convergência entre as leituras por fluorescência de raios-x e da absorção.

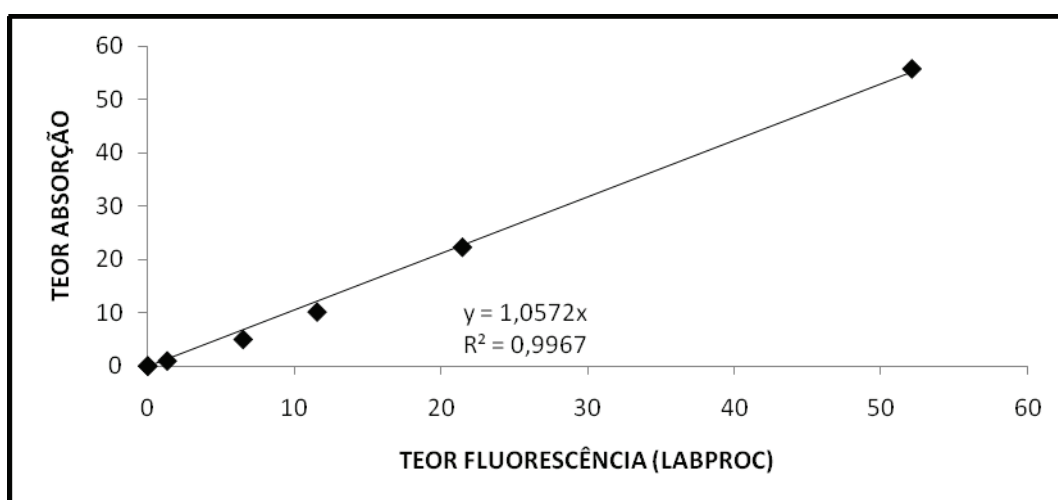


Figura 6. Gráfico de convergência fluorescência vs absorção.

Quando plotados juntos em um gráfico de convergência, os resultados obtidos na fluorescência de raios X e na absorção molecular, apresentam-se muito próximos e convergentes, gerando um R^2 de 0,996, um alto grau de confiabilidade que pode validar a metodologia utilizada para criação de padrões que beneficiarão os pequenos e médios empreendimentos ligados aos APL de base mineral, fornecendo-lhes uma ferramenta segura para análises químicas, inserindo mais este parâmetro de controle de qualidade.

Assim, os resultados obtidos com o exemplo apresentado mostram que o APL de base mineral passa a ser melhor atendido, tendo em vista a disponibilidade de laboratório adequado para a caracterização tecnológica de minérios. As aplicações destas técnicas possibilitarão agregar valor ao produto obtido pelas cooperativas e pequenos produtores da região.

4. CONCLUSÃO

A alta demanda por análises químicas para atender as cooperativas e os pequenos empreendimentos ligados a APL de base mineral exigem ações diretas no sentido de viabilizar os ensaios tecnológicos de caracterização química destes empreendimentos, análises estas que precisam ser feitas a partir de padrões confiáveis.

Os testes demonstraram uma grande convergência entre os resultados obtidos entre as análises do mineral scheelita por absorção molecular e a fluorescência de raios-x, demonstrando a validação deste método.

Enfim, o LabProc se disponibiliza para cooperar com o setor e construir uma rede de integração que minimize custos com valoração do produto.

5. AGRADIMENTOS

Os autores agradecem ao IFRN, CNPq – FINEP – FAPERN (Projeto Fortalecimento da Estrutura de Apoio a Pesquisa para APL mineral do Rio Grande do Norte) e programa PIBITI pela concessão das bolsas.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Rede APLMineral. Disponível em: <http://migre.me/1dDSF>. Acessado em: 09 de julho de 2010.

Standard Methods. American Public Health Association. Washington, DC. 2005

Bezerra et. AL – Validação do método de preparação de amostra de ouro no LabProc – IFRN.

Manual de Instrução de Energia Dispersiva da Shimadzu - Espectrofotômetro de fluorescência de Raio-X. Rayny Series EDX – 720/800Hs/900HS.