

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA GRANULOMETRIA, NAS ANÁLISES POR ESPECTROMETRIA DE FLOURESCÊNCIA DE RAIOS-X POR DISPERSÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA, EM AMOSTRAS DE MINÉRIO DE FERRO, UTILIZANDO PASTILHAS FUNDIDAS E PENSADAS.

STUDY OF THE INFLUENCE OF GRANULOMETRY, ON ANALYZES BY X-RAY FLOWERCENCE SPECTROMETRY BY WAVELENGTH DISPERSION, IN IRON ORE SAMPLES, USING FUSED BEAD AND PRESSED POWDER.

Guilherme Sousa Janotti

Aluno de Graduação do 4º período, Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período: junho de 2023 a julho de 2023

guilhermejanotti7@gmail.com

Lilian Irene Dias da Silva

Orientador, química, D.Sc.

lidias@cetem.gov.br

Andrey Linhares Bezerra de Oliveira

Coorientador, químico, M.Sc.

aloliveira@cetem.gov.br

RESUMO

A espectrometria de fluorescência de raios-X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF) é uma técnica extremamente poderosa e versátil, multi-elementar, permitindo análises qualitativas e semi-quantitativas de amostras líquidas e sólidas sem a necessidade de digestão. Além disso, é uma técnica simples e rápida. No presente trabalho foi estudada a influência da granulometria nos resultados das análises por WDXRF em amostras de minério de ferro, preparadas através do método de prensagem para a determinação de ferro total, utilizando duas amostras reais e cinco materiais de referência certificados (MRC). Inicialmente foi determinada a distribuição do tamanho de partícula das sete amostras. Em seguida, as amostras foram pulverizadas a $<106\ \mu\text{m}$, $<75\ \mu\text{m}$ e $<10\ \mu\text{m}$, homogeneizadas e quarteadas. Uma alíquota de cada amostra foi seca a 105°C por uma hora, prensada com ácido bórico e lida pelo WDXRF. Os resultados obtidos para os MRCs DC14033 (hematita), DC14038 (siderita) e para as amostras 1 e 2 (minério de ferro) tiveram boas recuperações em todas as granulometrias estudadas. Para os MRCs Fer-1, Fer-2 e Fer-4 (rocha de formação de Fe) foram obtidas recuperações mais baixas (78% - 88%) sendo as melhores recuperações nas amostras com granulometria $< 10\ \mu\text{m}$, com diferenças de 9%, 3% e 6% para as $< 75\ \mu\text{m}$, respectivamente.

Palavras-chave: WDXRF, granulometria, pastilha prensada, minério de ferro.

ABSTRACT

Wavelength dispersion X-ray fluorescence spectrometry (WDXRF) is an extremely powerful and versatile, multi-element technique, allowing qualitative and semi-quantitative analyzes of liquid and solid samples without the need for digestion. In addition, it is a simple and fast technique. In the present work, the influence of granulometry on the results of WDXRF analysis of iron ore samples prepared using the pressing method for the determination of total iron was studied, using two real samples and five certified reference materials (CRM). Initially, the particle size distribution of the seven samples was determined. Then, the samples were sprayed at $<106\ \mu\text{m}$, $<75\ \mu\text{m}$ and $<10\ \mu\text{m}$, homogenized and quartered. An aliquot of each sample was dried at 105°C for one hour, pressed with boric acid and read by WDXRF. The results obtained for MRCs DC14033 (hematite), DC14038 (siderite) and for samples 1 and 2 (iron ore) had good

recoveries in all particle sizes studied. For the MRCs Fer-1, Fer-2 and Fer-4 (iron-forming rocks) have low recovery (78% - 88%) with the best recoveries being in samples with granulometry < 10 μm , with differences of 9%, 3% e 6% to < 75 μm , respectively.

Keywords: WDXRF, granulometry, pressed powder, iron ore.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é 2º maior produtor de minério de ferro do mundo, sendo responsável por 19% da produção. Apenas a China produz quantidades maiores, representando 21% da produção mundial. As maiores jazidas brasileiras estão em Minas Gerais, com 61,2% das reservas nacionais, Mato Grosso do Sul, com 28,1% e o Pará, com 10,4%. O país é o 5º em reserva mundial do minério, com 17 bilhões de toneladas, sendo que as reservas do país e da Austrália, apresentam o maior teor de ferro contido, da ordem de 60% (ANDRADE; CUNHA; VIEIRA, 1995).

A técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF) não requer dissolução da amostra, o que torna muito mais rápida que as técnicas clássicas por via úmida. É uma técnica não destrutiva, quando a preparação da amostra é por prensagem, e vem sendo utilizada com sucesso na quantificação de elementos majoritários, e alguns traços, obtendo resultados que podem ser comparados aos obtidos por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (IPC OES) em amostras geológicas. (ASFORA, 2010; DA LUZ et al, 2010). Capaz de determinar desde o sódio até o urânio (POTTS e WEBB, 1992) em amostras sólidas, líquidas ou gasosas.

2. OBJETIVO

Esse trabalho tem como objetivo estudar a influência da granulometria na quantificação de amostras de minério de ferro por WDXRF, utilizando tamanho de partículas diferentes (10 μm , 75 μm e 106 μm) para preparo de pastilhas prensadas e avaliar a recuperação obtida.

3. METODOLOGIA

3.1 Determinação do Tamanho de Partícula

Inicialmente foi determinada a distribuição do tamanho de partícula das sete amostras estudadas no equipamento Mastersizer 2000 – Hydro 2000 SM da Malvern.

3.2 Preparo das Amostras

O material de referência foi pulverizado em grau de ágata para obtenção de alíquotas com granulometria < 75 μm , enquanto as amostras reais foram pulverizadas obtendo as alíquotas < 106 μm e < 75 μm . Para a obtenção de partículas <10 μm todas as amostras foram pulverizados no moinho Mc Crone da Glen Creston. As amostras com os diferentes tamanhos de partícula foram homogeneizadas e quarteadas. Uma alíquota de cada amostra foi seca na estufa a 105°C por uma hora. Para a obtenção das pastilhas, as amostras foram prensadas na prensa hidráulica Fluxana da Vaneox, utilizando 1 g de amostra e 0,3 g de ácido bórico (H_3BO_3) como aglutinante.

3.3 Análise das amostras

Para obtenção do valor da perda por calcinação (PPC) foi utilizado 1 g de amostra no TGA-701 da LECO. A análise das pastilhas prensadas foi feita pelo WDXRF Axios Max da PANalytical.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A granulometria dos MCRs Fer-1, Fer-2 e Fer-4 além das amostras 1 e 2 foi obtida na leitura das amostras pelo Mastersizer 2000 e os resultados estão expressos na Tabela 1 e são referentes ao passante de 80% das amostras, d(0.9). Enquanto a granulometria dos MCRs DC14033 e DC14038 foram obtidas através dos seus respectivos certificados de referência. A Tabela 1 também apresentam os valores da perda por calcinação obtidos pelo TGA.

Tabela 1: Distribuição de tamanho de partícula das amostras avaliado pelo diâmetro médio d(0.9) e perda por calcinação (PPC).

Amostra	Tipo de mineral	Granulometria (µm)	PPC (%)
DC14033	Hematita	88,00	0,99
DC14038	Siderita	83,00	21,35
Fer-1	Rocha de formação de Fe	107,80	-0,58
Fer-2	Rocha de formação de Fe	87,00	-0,51
Fer-4	Rocha de formação de Fe	76,25	3,74
Amostra-1	Minério de Fe	196,89	2,45
Amostra-2	Minério de Fe	213,75	3,14

Os resultados obtidos de $\text{Fe}_2\text{O}_3^{\text{total}}$ para as amostra e suas respectivas recuperações estão expressos nas tabelas 2, 3 e 4, nas granulometrias $< 10 \mu\text{m}$, $< 75 \mu\text{m}$ e $\mu\text{m} 106 \mu\text{m}$, respectivamente.

Tabela 2: Resultado das pastilhas prensadas nas amostras $< 10 \mu\text{m}$ lidas em triplicata.

Amostra	$\text{Fe}_2\text{O}_3^{\text{Tot}}$ certificado (%)	$\text{Fe}_2\text{O}_3^{\text{Tot}}$ (%)	Desvio padrão	RSD (%)	Recuperação (%)
DC14033	88,2	82,4	0,1	0,1	93
DC14038	62,5	60,4	0,1	0,2	97
Fer-1	75,9	66,6	0,2	0,2	88
Fer-2	39,2	32,3	0,1	0,3	82
Fer-4	39,9	33,5	0,1	0,2	84
Amostra-1	80,7	84,3	0,1	0,1	104
Amostra-2	81,4	82,8	0,1	0,1	102

Tabela 3: Resultado das pastilhas prensadas nas amostras < 75 µm lidas em triplicata.

Amostra	Fe ₂ O ₃ ^{Tot} certificado (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Desvio padrão	RSD (%)	Recuperação (%)
DC14033	88,2	80,4	0,1	0,2	91
DC14038	62,5	61,4	0,2	0,3	98
Fer-1	75,9	59,8	0,2	0,3	79
Fer-2	39,2	31,1	0,7	2,1	79
Fer-4	39,9	31,1	0,3	0,9	78
Amostra-1	80,7	82,2	0,1	0,2	102
Amostra-2	81,4	82,6	0,5	0,6	102

Tabela 4: Resultado das pastilhas prensadas nas amostras < 106 µm lidas em triplicata.

Amostra	Fe ₂ O ₃ ^{Tot} certificado (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Desvio padrão	RSD (%)	Recuperação (%)
Amostra-1	80,7	82,8	0,2	0,2	103
Amostra-2	81,4	82,7	0,1	0,1	102

Avaliando os resultados contidos nas Tabelas 2, 3 e 4, para as amostras 1 e 2, e para os MRCs DC14033 e DC14038 boas recuperações foram obtidas, variando de 91 a 104%. Os MRCs Fer-1, Fer-2 e Fer-4 apresentaram recuperações de 78 a 88%, sendo as melhores recuperações na granulometria < 10 µm, com diferenças de 9%, 3% e 6% para as < 75 µm, respectivamente.

5. CONCLUSÕES

Foi verificado que não houve diferença significativa dos resultados nas diferentes granulometrias para as amostras 1 e 2, e para os MRCs DC14033 e DC14038 e foram boas as recuperações obtidas (91% a 104%). Para os MRCs Fer-1, Fer-2 e Fer-4 foram obtidas recuperações mais baixas (78% a 88%) sendo as melhores recuperações nas amostras com granulometria < 10 µm, com diferenças de 9%, 3% e 6% para as < 75 µm, respectivamente.

Para continuidade do trabalho mais amostras serão estudadas, outro aglomerante será testado, as amostras também serão analisadas por FRX nas pastilhas fundidas.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa concedida, ao CETEM pela infraestrutura para realização do trabalho, aos meus supervisores Andrey Linhares e Lilian Irene pelo conhecimento compartilhado e revisão deste trabalho e meus colegas da COAMI.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDRADE, M.L.A.; CUNHA, L.M.S., VIEIRA, J.R.M. O mercado mundial de minério de ferro e a inserção brasileira. BNDES: Biblioteca Digital, 1995. Disponível em: < <http://www.bndes.gov.br> >. Acesso em 03 jul. 2023.

ASFORA, V.K. Fluorescência de raios X por dispersão de energia aplicada à caracterização de tijolos de sítios históricos de Pernambuco, dissertação de Mestrado, UFPE, 2010.

POTTS, P.J., WEBB, P.C. X-ray fluorescence spectrometry. *Journal of Geochemical Exploration*, vol. 44, p. 251-296, 1992.