

1 Introdução

O ferro é um dos elementos químicos mais abundantes na natureza e o mundialmente mais produzido. A fonte principal de ferro é o minério de ferro, sendo que 99% do minério extraído é transformado, na indústria siderúrgica, em aço para utilização nas indústrias de construção civil, automobilística, produtos eletrodomésticos, etc.

Minérios são rochas que contêm um ou uma associação de minerais com interesse econômico agregado, o qual depende da concentração do mineral e da viabilidade econômica de extração (a mineração). A mineração é uma indústria global presente em países desenvolvidos e em desenvolvimento com importância significativa para o produto interno bruto (PIB) dessas nações. A demanda internacional por minérios aumentou significativamente nas últimas décadas e deverá manter-se elevada ainda por muitos anos, principalmente por causa da necessidade de melhoria de infraestrutura e de suprimento de bens materiais de nações emergentes como Brasil, Índia e China.

O Brasil é o segundo maior produtor de minério de ferro, com 390 milhões de toneladas produzidas em 2011, e é o segundo em reservas de minério de ferro com 29 bilhões de toneladas. Nesse contexto, o Brasil assume um lugar de destaque no cenário internacional devido ao alto teor de ferro encontrado nos minérios de hematita (60% de ferro), especialmente no Pará, e em Minas Gerais. Ao longo dos últimos anos, as exportações brasileiras de minério de ferro vêm aumentando, assim como a mão de obra empregada na mineração.

Como o valor agregado do minério depende do teor de ferro existente, a quantificação do ferro é ponto crucial, da cadeia que vai da mineração ao produto final, o aço. Vários documentos normativos associados à quantificação do teor de ferro em minério de ferro, a nível nacional e internacional, mencionam a volumetria (ISO 2597-1:2006; ABNT NBR ISO 9507:2003; ABNT NBR 8577:2011; ASTM E246:2010), que é uma técnica analítica clássica, adequada para tal aplicação, por causa da característica de determinação de componentes

majoritários (analitos cujas quantidades estão acima de 1%, em massa, em relação à quantidade total da amostra). A ISO 9516-1:2003 recomenda o uso espectrometria de fluorescência de raios-X por dispersão de onda (WDXRF) que é uma técnica instrumental adequada para a determinação de componentes maiores, permitindo ainda a determinação multielementar. Alternativamente, a Espectrofotometria de absorção molecular, indicada nas normas ABNT NBR 13934:1997 e ASTM E394:2009 para a análise de ferro em água, pode ser adaptada para a quantificação de ferro em minério de ferro, mesmo sendo uma técnica de análise mais apropriada para a determinação de elementos traço (analitos cujas quantidades estão abaixo de 0,01%, em m/m, em relação à quantidade total da amostra).

Na literatura se encontram publicações abordando a quantificação de ferro em minério de ferro por volumetria (O.M.P. Bhargava, et al ,1978; S. Kallman & E. Komarkova, 1982), porém estas não apresentam estudos de validação com cálculo de incerteza de medição. Um estudo para determinação de ferro em minério de ferro utilizando WDXRF (Yoshiro Matsumoto, et al. 1989) apresenta resultados acompanhados de avaliação da precisão do método.

Alguns estudos descritos na literatura utilizam espectrometria de fluorescência de raios-X por energia dispersiva (EDXRF) para quantificar ferro em minério de ferro, porém as publicações não são de circulação internacional, com o texto escrito em idioma Chinês (LIAO Hai-ping et.al 2011).

As técnicas analíticas instrumentais têm evoluído nos últimos anos devido aos avanços tecnológicos, em especial com relação à robustez dos sistemas e diminuição do tamanho e custo de aquisição destes, além do desenvolvimento de softwares que aperfeiçoam o tempo de análise e aperfeiçoam a interpretação dos resultados. Dessa forma, além do desempenho metrológico das diferentes técnicas mencionadas em normas e na literatura, em especial na comparação de um método clássico com um instrumental, é importante considerar outros aspectos na seleção de um método analítico para a quantificação de ferro em minério: o impacto económico, e o tempo necessário para a realização das análises, o que inclui as etapas de manipulação/preparação de amostras. Estes aspectos, porém, não são abordados de forma explícita nas publicações/documentos sobre os métodos analíticos deixando para o analista o estabelecimento da relação aparentemente

óbvia, porém em certo contexto errônea, de que um método clássico é mais barato e o instrumental é mais rápido.

Outro aspecto fundamental para a seleção de um método analítico é o impacto ambiental. Dentre os métodos mencionados para quantificação de ferro em minério de ferro, a Espectrometria de Fluorescência de raios-X atende todos os sete princípios da química analítica verde (YIHUA HE ET AL, 2007).

1.1. Objetivos

1.1.1. Objetivo Geral

Quantificar o ferro em minério de ferro por Espectrometria de Fluorescência de raios-X por Dispersão de Energia (validação e estimativa de incerteza de medição), com estudo comparativo em relação à Volumetria e à Espectrofotometria de Absorção Molecular, quanto ao desempenho metrológico e impacto económico.

1.1.2. Objetivos específicos

Identificar os métodos analíticos e técnicas instrumentais descritos em documentos normativos/legislativos e na literatura científica para determinação da concentração de ferro em minério.

Quantificar o teor de ferro em minério de ferro por Espectrometria de Fluorescência de raios-X por Dispersão de Energia (EDXRF)

Quantificar o teor de ferro em minério de ferro por meio de Volumetria e Espectrofotometria de Absorção Molecular, para fins de comparação com o desempenho do método por EDXRF, incluindo a estimativa da incerteza de medição.

Calcular parâmetros de impacto económico e tempo de análise para cada uma das três técnicas utilizadas no trabalho.

Comparar EDXRF com os outros métodos, quanto ao desempenho metrológico, impacto económico e tempo de análise.

1.2. Estrutura da dissertação

A presente pesquisa está estruturada em sete capítulos, descritos a seguir:

Capítulo 1. Introduz o tema do trabalho, indicando a motivação e relevância para sua realização.

Capítulo 2. Descreve os aspectos mais importantes relativos à mineração e ao minério de ferro.

Capítulo 3. Descreve as técnicas analíticas utilizadas no trabalho para quantificação do teor de ferro em minério de ferro.

Capítulo 4. Apresenta conceitos sobre confiabilidade metrológica, parâmetros de validação de métodos e incerteza de medição.

Capítulo 5. Descreve os materiais e métodos utilizados para quantificar o teor de ferro em minério de ferro;

Capítulo 6. Apresenta os resultados obtidos nos estudos de validação, estimativa de incerteza de medição e análise de impacto económico e tempo de análise dos métodos avaliados.

Capítulo 7. Apresenta as conclusões da pesquisa e algumas recomendações.