



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
GRADUAÇÃO EM QUÍMICA TECNOLÓGICA
ESTÁGIO SUPERVISIONADO CURRICULAR

Samuel Felipe Martins Costa

Rotina de Análise Quantitativa de Amostras Minerais

Belo Horizonte

Junho/2023

Samuel Felipe Martins Costa

Rotina de Análise Quantitativa de Amostras Minerais

Relatório referente a atividade de estágio supervisionado como parte dos requisitos para conclusão do curso de graduação em química tecnológica.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Esther Maria Ferreira Lucas.

Coordenadora: Fernanda Batalha de Magalhães.

Belo Horizonte

Junho/2023

Parecer e aprovação do relatório pelo supervisor

Eu Lumanda Gylagalli como supervisor do estágio obrigatório, estou ciente deste relatório de estágio supervisionado, redigido pela estagiário(a) Samuel F M Costa e concordo com as informações descritas, confirmo a sua veracidade e aprovo o mesmo.

22.996.939/0002-71
INSCR. EST.: ISENTO
INSCR. MUN.: 1/335/91467
GEOANALABS LABORATÓRIOS LTDA
Rua Groenlândia, 268
B. Jardim Canadá - CEP 34007-772
NOVA LIMA -- MG



SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	5
2. DESENVOLVIMENTO.....	7
2.1. <i>Revisão Bibliográfica.....</i>	7
2.2. <i>Etapas do Processamento.....</i>	8
2.2.1. <i>Fundição.....</i>	10
2.2.2. <i>XRF.....</i>	11
2.2.3. <i>Avaliação e Expedição.....</i>	12
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	14
4. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	15
REFERÊNCIAS.....	16

1. INTRODUÇÃO

O presente relatório diz respeito ao desenvolvimento das atividades da disciplina de estágio curricular obrigatório ofertada pelo curso de química tecnológica do CEFET-MG como requisito parcial para conclusão do curso. Ao longo de 300h, o autor realizou seus trabalhos na empresa privada Geoanalabs sob supervisão da coordenadora responsável: Fernanda Batalha de Magalhães, concomitantemente sob orientação da professora de estágio obrigatório: Esther Maria Ferreira Lucas.

A área de atuação do estágio disponibilizada pela empresa corresponde a área de mineração, sendo o principal foco a determinação de ferro em amostras e minérios brutos. A empresa oferece serviços de preparação de rochas, testemunho, solos, sedimentos, minérios e concentrados, bem como, preparação físico-química das amostras recebidas e análise de amostras por fluorescência de raio x (XRF). De forma geral, a curva de calibração do equipamento de raio x lê onze elementos distintos como ferro, manganês, silício, fósforo e sódio, etc. Todavia, tendo em vista o fator predominante dos interesses tanto regionais quanto econômicos, o ferro sempre apresenta-se como o elemento mais recorrente nas análises.

A concedente do estágio, além dos dois setores administrativos de RH e diretoria, apresenta quatro setores ligados à produção, são eles: o recebimento de amostras - onde o material sedimentar bruto é recebido, identificado e loteado; o laboratório de processamento físico - onde realiza-se a adequação do material para as granulometrias utilizadas no laboratório; o laboratório de XRF - onde os componentes do analito são analisados pelo equipamento de raio x; e pelo setor de expedição - onde os relatórios, banco de dados e resultados finais são elaborados e enviados para os clientes.

A Geoanalabs localiza-se na cidade de Nova Lima no endereço nº 268 no bairro Jardim Canadá, CEP 34000-001, sob o CNPJ 22.996.939/0002-71. Trata-se de uma empresa de pequeno porte que atualmente possui cerca de 28 (vinte e oito) funcionários. Os horários e turnos de serviço são muito flexíveis, no total os períodos são distribuídos entre diurno de 6 às 14h , noturno de 14 às 23h e madrugada de 23 às 6h completando um ciclo ininterrupto de trabalho, de forma que cada funcionário tem a liberdade de transitar entre horários de acordo suas necessidades.

O corpo de funcionários da Geoanalabs abrange uma faixa etária diversa em sua maioria composta por adultos e alguns jovens de maneira que cada setor apresenta suas características próprias. O setor de recebimento e entrada de amostras e o laboratório de

processamento físico são compostos majoritariamente por 20 (vinte) pessoas com até o ensino médio completo, sendo eles responsáveis por boa parte dos trabalhos braçais da empresa. Por outro lado, o laboratório de fluorescência por raio x é composto em sua maioria por técnicos em química, são 5 (cinco) pessoas responsáveis pela manutenção e utilização adequada dos equipamentos de análise. Já o setor de avaliação e expedição, possui uma funcionária sem formação superior, um técnico em química, uma graduada em química e o próprio autor, graduando em química tecnológica. Sendo no total 3 (três) pessoas que instruíram e assistiram o estagiário durante a execução das atividades.

No ponto de vista hierárquico, todos os setores são subordinados à Aléxia Costa (do setor de avaliação e expedição), graduada em química tecnológica pelo CEFET-MG em 2022, que acaba por coordenar todos os setores simultaneamente. Ela, por conseguinte, é subordinada direta do diretor administrativo Eduardo Lyse e da gerente Fernanda Magalhães, sendo ambos sócios graduados em química e com o cadastro CRQ ativos. Cabendo ao estagiário, portanto, cumprir suas funções de avaliador auxiliar dos resultados analíticos no setor de avaliação e expedição. Todavia, ao longo do período de trabalho, funções no setor de laboratório de XRF também foram momentaneamente realizadas a fim de se obter maior compreensão do processo como um todo.

Um dos pilares da estruturação da empresa é sua parceria com a Fundação Gorceix, uma das principais instituições brasileiras do ramo de mineração e metalurgia. A Gorceix é uma instituição localizada na cidade de Ouro Preto, cuja tradição histórica é fortemente ligada ao fomento do âmbito minerador da região e suas fortes relações com a Geoanalabs apresentam características muito próximas. A reciprocidade da relação entre as organizações é nítida, a instituição de Ouro Preto envia amostras de rotina para serem analisadas por XRF, porém também recebe amostras da empresa de Nova Lima para realização de ICP em amostras mais complexas (FUNDAÇÃO GORCEIX, 2022).

O estágio encontra-se como maneira realista de colocar em prática os aprendizados obtidos ao longo do curso de química tecnológica, ligando-se diretamente com a política de qualidade da empresa, que consiste no comprometimento com a excelência na qualidade dos serviços prestados, buscando resultados cada vez mais impactantes positivamente para os clientes, lembrando-se sempre da responsabilidade da empresa com os requisitos legais e boas empregabilidades (LYSE, 2016). O foco dos trabalhos realizados em acordo com as normas da disciplina e com as normas da empresa apresentou bons resultados para o convívio acadêmico e trabalhista do autor, além de reforçar os laços entre a contratante e o CEFET-MG.

2. DESENVOLVIMENTO

O trabalho realizado no estágio ofertado pela concedente apresenta vertentes diversas com relação a modo de execução dos serviços, relação com os clientes e inserção no mercado de trabalho, partindo disso, o estágio é uma oferta única para o aluno da graduação, que o recebe como forma de identificar seu futuro e sua mentalidade.

2.1. *Revisão Bibliográfica*

As fontes de normalização das atividades mineradoras são muito bem estabelecidas na indústria, ainda mais tratando-se de um país fortemente ligado ao extrativismo mineral como o Brasil. A NBR ISO 14001 é uma das mais famosas instruções de adequação a norma para a extração mineral e melhor forma de gestão dos recursos ambientais gerados por ela. É determinada a melhor aplicação possível das novas tecnologias e formas de manuseio dos recursos minerais para evitar impactos ambientais e problemas produtivos (ABNT, 2004).

Por outro lado, a normatização da oferta de serviços com base na análise de materiais minerais é pouco conhecida. A ISO 11459 abrange os fatores acerca das análises do minério de ferro em determinadas amostras, identificando circunstâncias como: número de laboratórios envolvidos no processo e a definição prática do que são os minérios de ferro em si (ISO, 1997). Já a ISO 9001 de certa forma, apresenta de forma detalhada quais as necessidades a serem cumpridas por um empreendimento que oferta serviços como os identificados na empresa Geoanalabs (ABNT, 2015).

O exercício da atividade empresarial que ocorre com o preparo físico-químico de quarteamo, britagem, peneiramento, fusão e abertura de amostra preparam o material sedimentar para ser levado ao equipamento de XRF ou ICP (dependendo do caso) para determinação do teor ferroso da amostra. A técnica de fluorescência de raio x é um método analítico de rotina aplicada em maiores volumes de amostra que técnicas como difração de raio x, basicamente, a técnica consiste na emissão de um feixe energético com o comprimento de onda na região do raio x que incide sob o analito em questão fazendo com que os elementos que compõem a matéria interagir absorvendo e dissipando a energia. A absorção da energia consiste em um estado de fluorescência do elemento em questão fazendo com que o equipamento identifique qual elemento está respondendo em determinado sinal e analisando sua concentração conforme a intensidade dessa resposta (INTEGRATING RESEARCH AND EDUCATION, s.d.).

Os testes para controle de qualidade das amostras recebidas diariamente são corriqueiros, por exemplo: execução das leituras de raio x em duplicata, re-preparação de amostras cujo valor de concentração não corresponde aos limites de detecção do aparelho e principalmente na avaliação do teor mineral de cada amostra individualmente. Nesse último ponto reside a principal função do autor durante o período de estágio. Durante a avaliação, o histórico de cada cliente conta para compreender melhor a composição do material de rotina de forma que clientes que enviam sedimentos com muitos interferentes para análise requerem atenção dobrada em suas amostras.

A avaliação realizada parte do uso de padrões para adequação dos resultados aos valores aceitos comercialmente. Os padrões são oriundos do CTRS (Centro Tecnológico de Referência SulAmericano) cuja função é descrever as concentrações encontradas nas curvas de calibrações para materiais de referência, ou seja, apresentar as concentrações dos elementos estudados em materiais certificados que servem de auxílio para remoção das margens de impureza das amostras recebidas (CTRS, s.d.). Cabendo, portanto, ao estagiário a função de identificar as espécies analisadas, fazer juízo de valor considerando o histórico da amostra, adequar os valores obtidos pelo equipamento de raio x e padronizá-los.

Assim, seguindo adequadamente os processos de entrega de relatórios, boas práticas de serviços e gestão de qualidade a empresa concedente do estágio entrega os serviços de granulometria e análise mais adequados possíveis às normas vigentes.

2.2. Etapas do Processamento

As etapas que compõem a área de funcionamento da empresa passam por diversos setores responsáveis cada um por uma parte diferente do processo. Existem também setores de extrema relevância sejam eles RH ou diretoria, todavia com o foco no ramo produtivo os setores responsáveis pelos serviços prestados são, respectivamente:

- Setor de Recebimento e Entrada de Amostras;
- Laboratório de Processamento Físico;
- Laboratório de Fluorescência por Raio X (XRF);
- Setor de Avaliação e Expedição.

De forma geral, o material bruto é recebido e prontamente identificado na recepção da empresa. A partir disso os solos e sedimentos são destinados a um pátio de estoque e é realizada a contabilização do material em lotes até que haja a confirmação das situações legais

e comerciais dos lotes recebidos. Após o sinal positivo, inicia-se o processo de secagem, peneiramento e redução granulométrica das partículas sólidas dos solos, para adequar o material às necessidades do equipamento de raio x. O estoque das amostras pode ser observado na Figura 1 abaixo.

Figura 1 - Estoque de amostras brutas..



Dessa maneira, os solos são convertidos em pós muito finos, separados e levados para pesagem inicial no laboratório de XRF. O pó de amostra é separado para ser utilizado em duas vertentes: o cálculo de PPC (Perda por Calcinação - quantia de analito perdido durante o aquecimento na mufla) e a fusão da amostra em uma pastilha homogênea. O analito é pesado em cadinhos antes e depois do processo de calcinação realizado em uma mufla a 1.000 °C para cálculo do PPC, sendo esse o valor orgânico e não desejado durante as análises subsequentes. Já a fusão, é realizada a partir da mistura de um fundente de tetraborato de lítio com o analito que, quando levado ao procedimento de fusão resulta em uma pastilha homogênea e livre de imperfeições físicas.

Assim, as pastilhas geradas são levadas para o equipamento de raio x de acordo seu lote e realiza-se a leitura de cada pastilha na curva de minério de ferro. Por fim, encerrada a leitura, os resultados são exportados para planilhas onde todos os valores obtidos são revisados e padronizados com bases em padrões minerais. A avaliação dos dados remove os traços dos resquícios e das impurezas e erros do limite de detecção (LD) dos analitos nas pastilhas, podendo, finalmente, serem adequadas ao relatório final no sistema de software da empresa e enviado aos clientes por email.

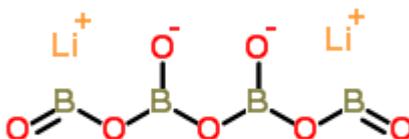
2.2.1. Fundição

A pesagem e fundição do analito é fundamental para o processo como um todo pois permite que a medição das espectrometrias realizadas pelo equipamento de raio x seja o mais preciso o possível. A fusão transforma a massa granulométrica e irregular dos analitos e uma pastilha padronizada de tetraborato de lítio como identificado na Figura 2 e sua estrutura também pode ser observada na Figura 3 abaixo.

Figura 2 - Pastilhas de analito.



Figura 3 - Estrutura do Tetraborato de Lítio.



Fonte: Ningbo Inno Pharmchem Co, s.d.

O tetraborato é um composto iônico escolhido minuciosamente tendo em vista seu potencial de evitar a formação de cristais e irregularidades nas pastilhas que, apesar do preço relativamente elevado, é o composto de melhores resultados para sua função de fundente anidro pois qualquer tipo de interação com a água do ambiente poderia atrapalhar a leitura dos elementos do analito.

O procedimento em si consiste na pesagem de $(7,000 \pm 0,001) g$ de fundente e $(0,501 \pm 0,001) g$ de analito que é disposto sob o fundente em recipientes metálicos.

Realiza-se a homogeneização e inserção da mistura em cadinhos na máquina de fusão. Bem como os analitos, os padrões também passam por esse procedimento e, após cerca de vinte minutos, as pastilhas são formadas e organizadas dependendo de seus lotes originais.

2.2.2. XRF

A análise de fluorescência por raio x inicia assim que o processo de fusão é encerrado, deixando claro a importância da interferência do fator humano caso as pastilhas apresentem algum tipo de arranhão ou defeito. Elas são dispostas por ordem de prioridade de lote no equipamento de raio x, cabendo ao responsável pela programação a leitura dos analitos. O equipamento de XRF apresenta 96 (noventa e seis) espaços para pastilhas distintas e utiliza diferentes curvas pré-programadas para realizar a leitura do espectro dos elementos, sendo os mais comuns a curva de ferro (XRF-Fe), curva de manganês (XRF-Mn) e curva de ferro com enxofre (XRF-Fe-S).

A curva de ferro é a mais comum que identifica ao total 11 (onze) elementos diferentes nas suas formas naturais, todavia, há também uma curva denominada XRF-Fe-20 capaz de ler até 20 (vinte) elementos diferentes pois alguns solos possuem diversos tipos de interferentes e impurezas que requerem uma análise mais profunda.

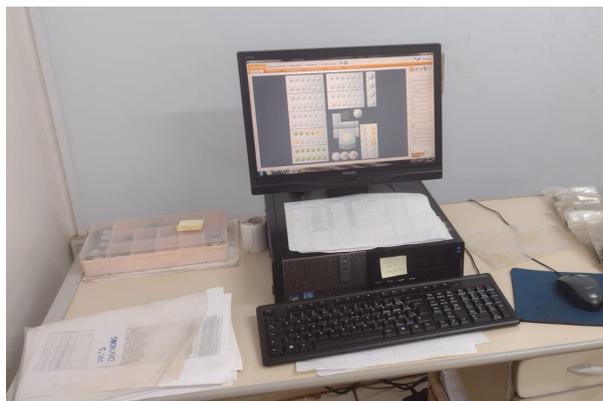
De forma ampla, o equipamento demora cerca de dois a três minutos para cada leitura de pastilha, sendo o processo completamente automático, cabendo ao responsável a programação e disposição das pastilhas no equipamento. Um lote pode variar sua quantidade de amostras dependendo do cliente e de como foi alocado na recepção, com isso em mente, a análise deve organizar os valores de leitura isolados de volta aos lotes originais que serão enviados aos clientes.

Ao fim da leitura, o lote juntamente com seus padrões e os resultados anteriores do PPC são dispostos em arquivos de texto (.txt) utilizando um software específico do equipamento para que os valores obtidos possam ser manipulados da forma que for necessário. Os arquivos contêm todos os registros de data, hora, concentrações e registros do lote das amostras que agora estão prontas para serem enviados para tratamento de dados. O equipamento e o computador de programação podem ser observados nas Figuras 4 e 5 abaixo.

Figura 4 - Equipamento de XRF.



Figura 5 - Computador de programação do espectro de raio x.



2.2.3. Avaliação e Expedição

O processo de avaliação dos resultados obtidos na leitura de raio x consistem na organização e formulação de planilhas na ferramenta Microsoft Excel para que haja a conversão dos valores puros do equipamento de raio x com valores de padrões já tabelados. Cabe ao avaliador todo um procedimento prático e até subjetivo da adaptação de cada resultado para melhor conversão do valor final.

Inicialmente, busca-se corrigir os valores de elementos considerados ruídos naturais presentes no solo entregues pelos clientes. Elementos como fósforo, magnésio, sódio são naturalmente elementos presentes em baixas quantidades por toda camada da crosta e que agem como impurezas no processo de extração dos metais de interesse (CARVALHO, 2012). A comum redução desses valores aproxima os resultados do limite de detecção do equipamento (LD), cujo valor é até 0,01 % da composição total do analito.

Após as conversões, o valor de fechamento da composição do analito se distancia dos 99,99% idealizados para cada analito, portanto, cabe ao avaliador identificar qual melhor maneira de que o fechamento da amostra seja aproximado desses valores sem que haja alterações muito significativas dos resultados do equipamento. Alterações nos elementos de ferro (na forma de óxido de ferro), silício (na forma de sílica) e manganês (na forma de óxido de manganês) tendem a ser os mais efetivos, todavia, dependem de cada lote, sendo assim, diversos padrões diferentes se fazem necessários.

Ao fim do processo, os resultados das planilhas são repassados para o software da empresa para que seja gerado automaticamente um documento de identificação digital. Finalmente, esse identificador é convertido em um documento oficial com todos os serviços encomendados, sejam eles os resultados das curvas, os resultados da granulometria ou outros serviços diversos. O documento, acompanhado dos elementos que compõem o analito, são digitalmente assinados pelo diretor da empresa e destinados aos e-mails dos respectivos clientes, encerrando o processo de prestação de serviços.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As análises executadas durante o período de estágio concedido pela empresa Geoanalabs são exercícios de rotina que variam apenas no analito de interesse, já que de maneira prática as análises são as mesmas. Apesar de tratar-se de uma atividade que, no passado, foi exercida e destinada a alunos do curso técnico de química (com prioridades para alunos do CEFET-MG), foi possível exercer adequadamente o objetivo do estágio.

Outras disciplinas previamente cursadas no curso de química tecnológica como: laboratório de química fundamental, laboratório de química analítica quantitativa e laboratório de química analítica instrumental atuaram como método de fortificação do conhecimento obtido ao longo do estágio. Essas áreas complementares do conhecimento foram essenciais para melhor inserção do aluno no meio de trabalho.

Durante todo o processo, a atividade mais recorrente foi a de avaliador. Encarregou-se, portanto, das análises tanto qualitativa quanto quantitativa de correção dos analitos com relação aos padrões minerais. As planilhas contendo os resultados de cada lote são adequadamente registradas e registradas nos softwares da empresa, deixando um registro de todas as atividades executadas.

Alguns obstáculos encontrados no decurso do projeto foram a adaptação às necessidades dos clientes, como por exemplo, as diferentes demandas por leituras nas curvas menos usuais de manganês e enxofre. Exigências de serviços como a determinação de ferro total ou realização de ICP (inductively coupled plasma) para determinação do teor de elementos mais raros (ouro, nióbio ou prata) necessitam de mais atenção para os clientes, sendo necessário manter um bom contato com eles e ser o mais transparente possível, assim como exposto na política de qualidade da empresa (LYSE, 2016).

Além disso, a compreensão sobre a importância da obtenção de valores exatos para impurezas ficou o mais nítido possível, afinal, elementos como fósforo são “toxinas” que deixam o ferro extremamente poroso e frágil, o que prejudica possíveis extrações e produção de lingotes de ferro, logo, as medidas quantitativas devem ser as mais precisas possíveis. Outro ponto também é a impossibilidade de tratamento de dados acerca do elemento lítio, pois o mesmo já é utilizado como material fundente, impossibilitando sua análise de XRF.

A empresa consta de pouco mais de 500 (quinhentos) clientes, sendo cerca de 12 (doze) deles muito assíduos, também considerados como clientes de produção. De todos os resultados entregues tem-se em registro pessoal com relação à avaliação, registro e expedição

direta de aproximadamente 98 (noventa e oito) analitos diários realizados apenas por um único avaliador (o autor em questão), fato este que certamente movimentou indiretamente milhares de reais em favor da empresa.

De fato, alguns erros foram realizados em alguns pontos da execução das atividades. Notou-se alguns equívocos na forma de registro dos lotes e expedição adequada dos resultados aos clientes, porém, todos foram prontamente corrigidos com a assistência dos colegas de trabalho. Acrescenta-se também que a compra dos padrões específicos para cada amostra demanda muitos recursos financeiros, o que às vezes dificulta a execução da atividade laboratorial pois o preço de um padrão pode ser superior ao valor dos lucros obtidos com a prestação de serviço e tudo isso deve ser levado em conta para que a qualidade da análise não seja afetada.

Considera-se, então, que a atuação do exercício de estagiário foi realizada de maneira consideravelmente boa, tanto pelas identificações pessoais quanto pelo retorno que foi delegado ao estagiário pelos seus superiores no comando.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir do que foi exposto, conclui-se, portanto, que o estágio é uma ferramenta muito útil de inserção do estudante no ambiente do mercado de trabalho, sendo assim, uma oportunidade ímpar na formação do aluno da graduação. As experiências profissionais obtidas antes, durante e depois da realização do processo agregaram muito valor emocional e racional ao autor. É impossível não citar a importância de outras disciplinas na construção do saber ao longo da realização do trabalho. Compreendendo, ao fim, que a rotina de análise quantitativa das amostras minerais agregou em muito para conhecimento químico e pessoal do estagiário.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 14001**: Sistemas da gestão ambiental Requisitos com orientações para uso. S.L.: Anais, 2004. Disponível em: <http://www.madeira.ufpr.br/disciplinasghislaine/iso-14001-2004.pdf>. Acesso em: 13 jun. 2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 9001**: Sistemas de Gestão de Qualidade - Requisitos. S.L.: Anais, 2015. Disponível em: https://portal.fiocruz.br/sites/portal.fiocruz.br/files/documentos_2/nbriso9001.pdf. Acesso em: 14 jun. 2023.

CARVALHO, Filipe Bueno. **Redução do Teor de Fósforo dos Aços em Convertedores LD Através de Adição de Briquete**. 2012. 100 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012. Cap. 3. Disponível em: <https://ppgem.eng.ufmg.br/defesas/1635M.PDF>. Acesso em: 14 jun. 2023.

CTRS. **Materiais de Referência Certificados (MRC)**. [S. l.]: Centro Tecnológico de Referência SulAmericano, s.d.. Disponível em: <https://www.ctrsulamericano.com/>. Acesso em: 26 jun. 2023.

FUNDAÇÃO GORCEIX (Ouro Preto). **Identidade Organizacional**. 2022. Disponível em: <https://site.gorceix.org.br/identidade-organizacional>. Acesso em: 14 jun. 2023.

INTEGRATING RESEARCH AND EDUCATION (Indianapolis). Karl Wirth, Macalester College and Andy Barth. **X-Ray Fluorescence (XRF)**. Indianapolis: Indiana University~Purdue University, s.d. Disponível em: https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRF.html. Acesso em: 26 jun. 2023.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 11459**: Iron ores — Certified reference materials — Preparation and certification for use in chemical analysis.

S.L.: Anais, 1997. Disponível em:
<https://cdn.standards.iteh.ai/samples/19410/1015b7d8b8dc440fa6e5b7fb5f21a68d/ISO-11459-1997.pdf>. Acesso em: 14 jun. 2023.

LYSE, Eduardo. **Política de Qualidade de Geoanalabs Laboratórios Ltda.** 01 ago. 2016