

DECOMPOSIÇÃO DE AMOSTRAS DE MINÉRIO DE FERRO UTILIZANDO FORNO DE MICRO-ONDAS PARA A DETERMINAÇÃO DE FERRO



VI Jornada PCI

Decomposition of iron ore samples using a microwave oven for the determination of iron

Lucilene Santana de Oliveira (Bolsista de Capacitação Institucional, Técnica em Química)
Manuel Castro Carneiro (Supervisor, Químico, DSc.)

Coordenação de Análises Mineraiis - CETEM

Abstract The use of a microwave oven for the decomposition of samples is an alternative to conventional procedures since it allows the use of higher temperatures, with consequent increase of the oxidizing power of the acids used; reduces the sample preparation time and the problems associated with losses of the more volatile components and contamination. The study presented in this work indicated that the conventional electric plate heating method used for the decomposition of iron ore samples and determination of total Fe by dichromatometry should be replaced by a method involving microwave oven and determination by flame atomic absorption spectroscopy due to the numerous advantages presented in this last method. Accuracy and recoveries were $\leq 2\%$ and $\geq 95.2\%$, respectively.

Introdução

A etapa de decomposição de amostras é a mais crítica e demorada de um método analítico, apresenta o maior custo da análise e onde mais erros são cometidos. O emprego de um forno de micro-ondas para a decomposição de amostras é uma alternativa aos procedimentos convencionais já que permite o uso de temperaturas mais elevadas, com consequente aumento do poder oxidante dos ácidos utilizados; reduz o tempo de preparo das amostras e os problemas associados com perdas dos componentes mais voláteis e contaminação.

Objetivos

Implementar o método de decomposição de minérios de ferro utilizando forno de micro-ondas. Após essa etapa, a concentração de ferro total será determinada por dicromatometria e por espectroscopia de absorção atômica com chama.

Metodologia

Decomposição da amostra em forno de micro-ondas (1)

Transferência de 6 mL HCl conc. ao vaso de reação do forno de micro-ondas contendo amostra



Forno de micro-ondas



Fluorização do resíduo A após calcinação do papel de filtro



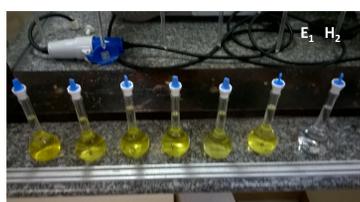
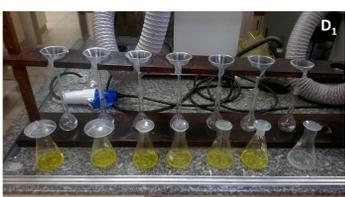
Dissolução em HCl do resíduo A fluorizado com pirossulfato de potássio



Precipitação de Fe(OH)₃ com NH₄OH



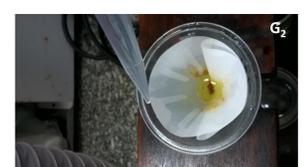
Transferência da solução para balão volumétrico



Decomposição da amostra em chapa de aquecimento elétrica (2)



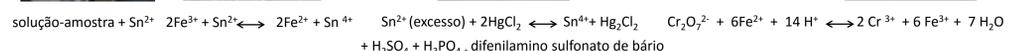
Filtração



Dissolução de Fe(OH)₃ com HCl 1:2 e transferência do filtrado B para balão volumétrico contendo o filtrado A

Metodologia

Titulação de Fe com solução-padrão de dicromato de potássio



Resultados e Discussão

Tabela 1. Concentrações e recuperações de Fe total (n = 3)

	MRC IPT 23A		MRC NCS DC 14006	
	Concentração ± SD, %	Recuperação, %	Concentração ± SD, %	Recuperação, %
PAE + DICRO	65,4 ± 0,4 (0,6)	99,4	43,4 ± 0,1 (0,2)	99,3
PAE + EAA	63,1 ± 1,1 (0,2)	95,8	41,6 ± 0,5 (1)	95,2
MO + DICRO	65,3 ± 0,2 (0,3)	99,2	42,8 ± 0,4 (0,9)	98,0
MO + EAA	63,2 ± 1,3 (2)	96,1	41,6 ± 0,8 (2)	95,2

SD - desvio-padrão; entre parênteses estão os desvios-padrão relativos em %; concentrações certificadas: 65,81% para IPT 23 A e 43,66% para NCS DC 14006.

Conclusão

O método de decomposição de amostras de minérios de ferro utilizando aquecimento em placa elétrica (PAE) e de determinação de Fe total por dicromatometria (DICRO) deveria ser substituído por aquecimento em forno de micro-ondas (MO) e determinação por EAA, devido à rapidez, menor consumo de reagentes e menor número de homens-hora trabalhadas. Esse método também apresentou boa precisão (2%) e recuperações satisfatórias ($\geq 95,2\%$).

Referências

- ARRUDA, M. A. Z., SANTELLI, R. E. Mecanização no Preparo de Amostras por Microondas: O Estado da Arte, Química Nova, v. 20, nº 6, p. 638-643, 1997.
- FONTES, A.V. Caracterização Tecnológica de minério de ferro. Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia de Materiais da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro, 2013.
- KINGSTON, H. M., JASSIE, L. B. Introduction to Microwave Sample Preparation. Theory and Practice, ACS, Professional Reference Book, Washington, 1998.
- SKOOG, D. A., WEST, D. M., HOLLER, F. G. Fundamentals of Analytical Chemistry, Saunders College Publishing, ed. 6, 1992.
- DE PAULA, GABRIELA. Volumetria de Oxi, Dicromatometria. Disponível em: <http://www.ebah.com.br/content/ABAAABvUkAK/volumetria-oxi-dicromatometria>