

Caracterização química de amostras geológicas por fluorescência de raios-X

Chemical characterization of geological samples by x-ray fluorescence

Gabriel Delier Santos da Silva
Bolsista PCI, Técnico em química.

Arnaldo Alcover Neto
Supervisor, Químico, D.Sc.

Resumo

Estanho e titânio são dois metais com ampla aplicação. Devido a esta importância, a caracterização de minerais portadores se faz fundamental. A espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) é uma técnica multi-elementar adequada a caracterização. Neste âmbito, este trabalho teve como objetivo estudar as melhores condições de preparação de amostras de minérios e concentrados de estanho e titânio por prensagem e fusão. A avaliação da eficiência destes procedimentos foi realizada com materiais de referência certificados (MRC) de minérios de estanho e titânio. Dois MRCs de minério, sendo um de Sn (NSC DC 350110) e um de Ti (NIST 670 – Rutile Ore), foram selecionados para o estudo. Cada MRC foi prensado e fundido com dois aglomerantes e fundentes diferentes e analisados em um espectrômetro de fluorescência de raios-X com dispersão de comprimento de onda (WDXRF). Para o MRC contendo estanho, a mistura fluxo fundente e aglomerante tipo WAX se mostraram os melhores métodos de preparo, já que ofereceram recuperações de 96,40% e 105,20%, respectivamente. Para o MRC de TiO_2 o fundente $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ não foi capaz de fundir a amostra completamente. A mistura fluxo fundente, aglomerante WAX e H_3BO_3 apresentaram recuperações satisfatórias de 100,64%, 100,61% e 100,10%, respectivamente.

Palavras-chave: titânio, estanho, fluorescência de raios-X, prensagem, fusão.

Abstract

Tin and titanium are two metals with wide application. Due to this importance, the characterization of carrier minerals is fundamental. X-ray fluorescence spectrometry (XRF) is a multi-elemental technique, adequate for characterization. In this context, this work aimed to study the best conditions for the preparation of tin and titanium ore and concentrate samples by pressing powder and melting procedures. The evaluation of their efficiency was obtained with certified reference materials (CRM) of tin and titanium ores. Two ore MRCs, one from Sn (NSC DC 350110) and one from Ti (NIST 670 – Rutile Ore), were selected for the study. Each MRC was pressed and fused with two different binders and fluxes and analyzed on a fluorescence X-ray spectrometer. For the MRC containing tin, the flux mixture and WAX binder proved to be the best preparation methods, as they offered recoveries of 96.40% and 105.20%, respectively. For the TiO_2 CRM, the $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ flux was not able to fuse the sample completely. The flux mixture, WAX binder and H_3BO_3 showed satisfactory recoveries of 100.64%, 100.61% and 100.10%, respectively.

Keywords: titanium, tin, X-ray fluorescence, pressing powder, fusion.

1. Introdução

“Minerais estratégicos” é um termo consolidado cuja compreensão dependerá da situação aplicada ao termo, podendo ser considerado um mineral estratégico quando o mineral apresenta ou apresentará uma crescente importância no âmbito da produção de tecnologias no geral, ou o mineral tem um alto impacto na economia do país, sendo este, um detentor de reservas significativas. Neste contexto, podemos citar os minerais portadores de estanho e titânio, dois metais com aplicações muito amplas. Devido à importância destes dois elementos para o desenvolvimento dos diversos segmentos industriais, a caracterização de minerais portadores destes é fundamental para maximizar o aproveitamento destes recursos.

A espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) é uma técnica extremamente poderosa e versátil, multi-elementar, capaz de determinar desde o sódio até o urânio (DA LUZ, 2010), permitindo análises qualitativas e quantitativas de amostras líquidas e sólidas sem a necessidade de digestões por via úmida. Dependendo do tipo de amostra e do equipamento disposto para análise, será necessário que a amostra seja prensada ou fundida com um aglomerante ou fundente adequado, sendo de alta importância a avaliação dos resultados para escolha do melhor método de preparo.

2. Objetivos

Este trabalho teve como objetivo estudar as melhores condições de preparação de amostras de minério e concentrado de estanho e titânio por procedimentos de prensagem e fusão.

3. Material e Métodos

Dois MRCs de minério, sendo um de Sn (NSC DC 350110) e um de Ti (NIST 670 – Rutile Ore), foram selecionados para o estudo. Os dois foram submetidos à prensagem utilizando ácido bórico e cera tipo WAX na proporção em massa amostra : aglomerante igual a 2,0 : 0,6, utilizando uma prensa Vaneox, modelo FluXana. Para fusão, utilizando máquina de fusão Eagon 2 (Panalytical), foram testados os fundentes $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ e Fluxo fundente (mistura em massa de 66,7% : 32,8 % de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ com LiBO_2 , respectivamente, com 0,5% de LiI como desmoldante) na proporção mássica 1:10 amostra : fundente. Cada pastilha, prensada ou fundida, para cada MRC foi preparada em triplicata e analisada em triplicata em um espectrômetro de fluorescência de raios-X com dispersão de comprimento de onda (WDXRF), modelo Axios Max da Pananalytical. Após as análises, foi feita a avaliação das recuperações obtidas para os óxidos de titânio e estanho e comparação com os teores certificados. Recuperações foram consideradas satisfatórias quando entre 90 e 110%.

4. Resultados e Discussão

As Tabelas 1 e 2 apresentam os teores médios obtidos para os óxidos de estanho e titânio, bem como suas recuperações e desvios padrão relativos (RSD).

Tabela 1. Teores obtidos de SnO₂, RSD, recuperações média e teor certificado.

NSC DC 35011							
SnO₂ (%) (Li ₂ B ₄ O ₇ :LiBO ₂)	0,71	SnO₂ (%) (Li ₂ B ₄ O ₇)	0,66	SnO₂ (%) (WAX)	0,78	SnO₂ (%) (H₃BO₃)	0,65
RSD	0,02	RSD	0,04	RSD	0,02	RSD	0,06
Certificado	0,74	Certificado	0,74	Certificado	0,74	Certificado	0,74
Recuperação (média)	96,40	Recuperação (média)	88,96	Recuperação (média)	105,20	Recuperação (média)	88,47

Tabela 2. Teores obtidos de TiO₂, RSD, recuperações média e teor certificado.

NIST 670 Rutile Ore					
TiO₂ (%) (Li ₂ B ₄ O ₇ /LiBO ₂)	96,78	TiO₂ (%) (WAX)	96,75	TiO₂ (%) (H ₃ BO ₃)	96,26
RSD	0,15	RSD	0,14	RSD	0,10
Certificado	96,16	Certificado	96,16	Certificado	96,16
Recuperação (média)	100,64	Recuperação (média)	100,61	Recuperação (média)	100,10

Para amostras de estanho, a mistura fluxo fundente e aglomerante tipo WAX se mostraram os melhores métodos de preparo, já que apresentaram recuperações de 96,40% e 105,20%, respectivamente. A mistura fluxo fundente, por apresentar um fundente de caráter ácido (Li₂B₄O₇) e básico (LiBO₂), se mostrou mais adequada para o óxido de estanho, devido ao seu caráter ácido, o que também justifica a baixa recuperação ao utilizar Li₂B₄O₇. O aglomerante WAX possui um maior potencial de aglomeração, justificando a melhor recuperação. Para o MRC de TiO₂ o fundente Li₂B₄O₇ não foi capaz de fundir a amostra completamente, já que tanto o fundente quanto o óxido (com alto teor) apresentam caráter ácido. A mistura fluxo fundente, aglomerante WAX e H₃BO₃ apresentaram recuperações satisfatórias de 100,64%, 100,61% e 100,10%, respectivamente.

5. Conclusão

Os óxidos metálicos alvos deste estudo possuem caráter ácido, sendo assim, verificou-se que a utilização de um fundente também com caráter ácido não fornece bons resultados, não tendo sido capaz de fundir o MRC de titânio e fornecendo recuperação insatisfatória para o MRC de estanho. Ao utilizar a mistura de fundentes Li₂B₄O₇/LiBO₂, que apresenta um fundente de caráter básico, os resultados melhoraram consistentemente. O aglomerante WAX se mostrou mais adequado para amostras contendo óxido de estanho, devido ao seu maior potencial aglomerante. Para amostras contendo titânio, os dois aglomerantes apresentaram recuperações satisfatórias.

6. Agradecimentos

Agradeço ao CNPq pela bolsa concedida, ao CETEM pela infraestrutura para realização do trabalho, ao meu supervisor Dr. Arnaldo Alcover Neto e meus colegas da COAMI.

7. Referências Bibliográficas

DA LUZ, A. B., SAMPAIO, J. A., FRANÇA, S. C. A. Tratamento de Minérios. Brasil, CETEM, 2010.