

CARACTERIZAÇÃO DE FINOS DE MINÉRIO DE Nb, P e ETR DERIVADO DE CARBONATITO

Pedro Henrique Calçada de Medeiros

Aluno de Graduação da Geologia, 9º período, UFRJ

Período PIBIC/CETEM: julho de 2013 a julho de 2014,

pmedeiros@cetem.gov.br

Reiner Neumann

Orientador, Geólogo, D.Sc.

rneumann@cetem.gov.br

1. Introdução

Os materiais finos, com frações menores do que 38 μm , são importantes pois perfazem boa parte da massa total de rochas intemperizadas e podem conter teores significativos de nióbio, fósforo e ETR, elementos valorizados economicamente. Um levantamento recente com 17 amostras de minérios e concentrados de nióbio analisados no CETEM revelou fração menor do que 38 μm perfazendo entre 35,4 e 56,0% da massa. Em termos de distribuição de Nb_2O_5 , os finos destas mesmas amostras continham de 16,6 a 72,4% do total, com uma média de 39,5%. O processamento destas amostras certamente recupera uma parcela significativa deste total, entretanto há um déficit de dados acerca da caracterização desses materiais atualmente, o que implica em perdas significativas. Um estudo preliminar feito com minério fosfático laterítico de origem carbonatítica, por exemplo, determinou que por volta de 40% do P_2O_5 nos finos é amorfo (Villegas et al., 2000). Neste caso, o processo utilizado para recuperação de apatita possivelmente não é eficiente, e esta informação já é suficiente para iniciar uma linha de pesquisa para aprimorar o processo.

2. Objetivos

Uma amostra preparada corretamente de acordo com o tipo de material que a compõe (no caso desse projeto, fração fina) é mais passível de gerar resultados satisfatórios durante uma caracterização mineralógica e tecnológica. Sendo assim, visando aprimorar o processo de recuperação dos elementos de valor econômico, a proposta desse trabalho é desenvolver e testar rotinas de preparação de amostras de materiais finos, além da aquisição de dados para análises e caracterização dessas frações.

3. Metodologia

Foi estudada a fração fina (menor do que 38 μm) de uma amostra de origem carbonatítica, que representa 56% da sua massa, como mostra a Tabela 1.

Tabela 1: Distribuição de tamanho de partícula da amostra estudada

Faixa de tamanho (μm)	Massa (%)
-212+150	0,09
-150+106	2,05
-106+75	5,44
-75+53	8,83
-53+38	27,58
-38	56,01
Total	100,00

Uma secção polida da fração -38 μm +20 μm foi analisada previamente, para balizar a qualidade da preparação.

Inicialmente separou-se uma pequena quantidade do material, que foi dividido em 8 alíquotas de 17g aproximadamente cada uma por meio de um quarteador rotativo Quantachrome. Foram escolhidas três dessas alíquotas, nomeadas como 7038.1, 7038.2 e 7038.3, para diferentes formas de dispersão em meio líquido mostradas na Tabela 2.

Tabela 2: Formas de dispersão em meio líquido para cada uma das alíquotas

Alíquota	Forma de dispersão
7038.1	Água + 30 min em banho ultrassônico
7038.2	Hexametafosfato de Na 0,05% + 30 min em banho ultrassônico
7038.3	Hexametafosfato de Na 0,05%

As alíquotas foram classificadas nas granulometrias -38+20 μm e -20 μm em um peneirador vibratório convencional com peneiras, a úmido, secas em estufa a 60°C e pesadas.

A fração -38+20 μm foi embutida em resina epóxi, desbastada e polida usando-se diamante, recoberta com carbono e analisada em microscópio eletrônico de varredura acoplado a um espectrômetro de energia dispersiva de raios-X (MEV/EDS). Usou-se um MEV FEI Quanta 400, operado a 20 kV e spot size 5 em alto vácuo, e EDS Bruker Quantax 800 com software Esprit, para obter análises de imagem. Foram gerados 100 campos de imagens de elétrons retro-espalhados, não superpostos. O processamento das imagens foi mínimo: delimitação de bordas, segmentação resina-partículas, opening e, preenchimento de buracos. Foram medidos, entre outros, diâmetro equivalente e área, recalculada para porcentagem acumulada em volume dos grãos.

Já a fração menor do que 20 μm teve uma pequena quantidade microclassificada em um peneirador vibratório Fritsch Pulverisette 3 equipado com micropeneiras de 15 e 10 μm .

4. Resultados e discussão

4.1 Peneiramento convencional

O produto do peneiramento convencional das alíquotas é mostrado na Tabela 3.

Tabela 3: Produto em massa do material retido na peneira de 20 μm (% massa).

Amostra	Fração -38 +20 μm	Fração -20 μm
7038.1	55,57	44,43
7038.2	55,67	44,33
7038.3	52,00	48,00

Observa-se o efeito significativo do ultrassom na dispersão das partículas. O uso do dispersante, por outro lado, influenciou muito pouco o resultado.

4.2 Análise de imagem em MEV

Durante as análises do material preparado sem dispersão, foram constatados alguns problemas na qualidade das seções polidas geradas. Algumas porções das amostras apresentaram algumas bolhas, como mostra a figura 1. Tais feições são prejudiciais à qualidade de dados gerados durante as análises.

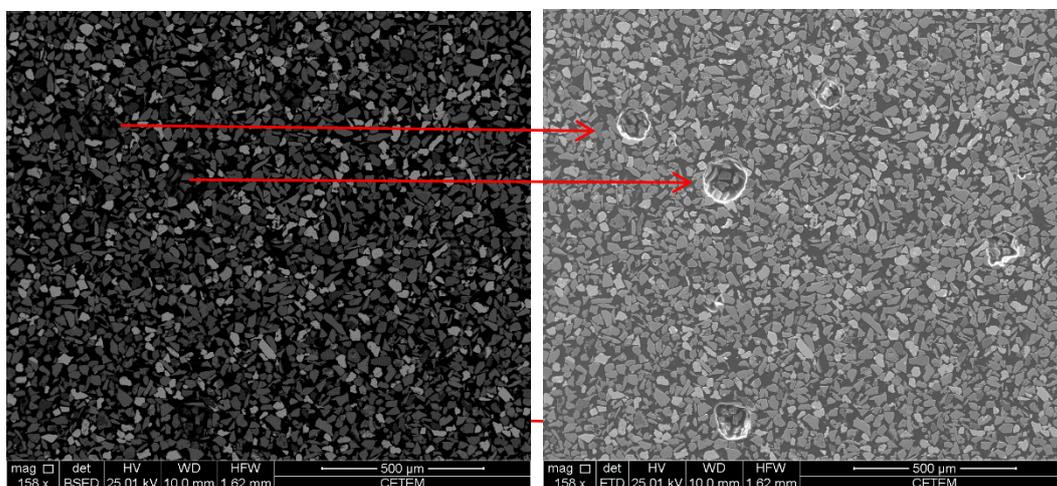


Figura 1: Bolhas geradas nas amostras sem dispersão

A Figura 2 apresenta as análises de 100 campos de imagem da fração $-38 +20 \mu\text{m}$, alíquota 7038.2.

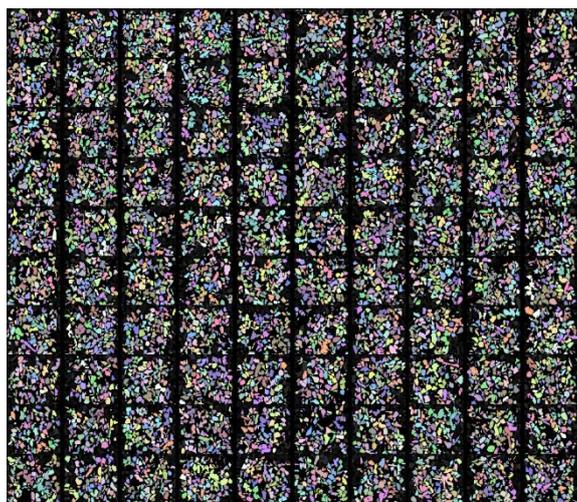


Figura 2: Campos de imagem processada da fração $-38 +20 \mu\text{m}$, alíquota 7038.2

A qualidade das seções polidas geradas foi superior àquelas confeccionadas anteriormente sem uma dispersão adequada do material. Observou-se que havia uma quantidade muito menor de bolhas, e foram encontrados poucos aglomerados de grãos.

A Figura 3 mostra a distribuição de tamanho (diâmetro equivalente das partículas) contra o seu volume equivalente das amostras 7038.1, 7038.2 e 7038.3. Através do gráfico é possível observar que a amostra 7038.2 (dispersa com hexametáfosfato de Na 0,05% e 30 min de banho ultrassônico) foi a que mais apresentou liberação de material fino, seguida por 7038.3 (somente dispersa em hexametáfosfato de sódio) e 7038.1 (somente ultrassom) respectivamente. A diferença entre estas últimas duas é muito pequena, mas o efeito do ultrassom é visível nas partículas mais grossas, que na amostra sem ultrassom formam aglomerados com diâmetro ao redor dos $100 \mu\text{m}$.

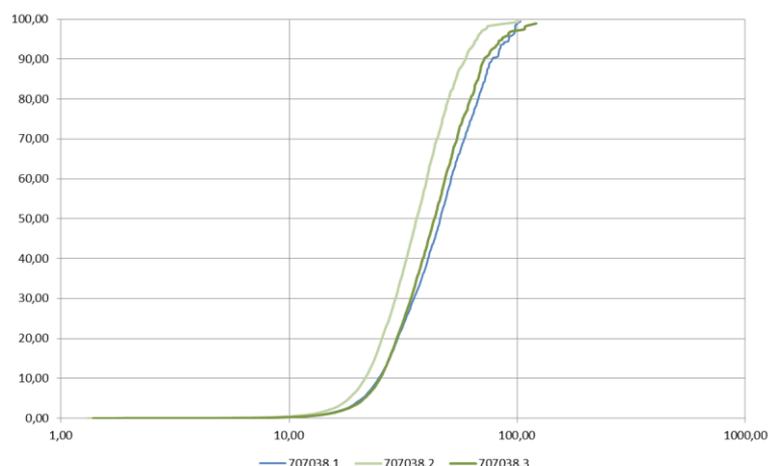


Figura 3: Gráfico passante acumulado (%) x Diâmetro equivalente das partículas (µm)

4.3. Micropeneiramento

O produto em massa do micropeneiramento de uma pequena quantidade da fração menor do que 20 µm da alíquota 7038.2 é mostrado na Tabela 4. Observa-se que a fração -20 +15µm perfaz a maior parte da alíquota. A fração menor do que 10 µm possui massa insignificante e não pôde ser pesada. Considerando-se que este foi o primeiro ensaio executado com o micropeneirador, os resultados são preliminares.

Tabela 4: Distribuição de massa no micropeneiramento de uma pequena parte da fração menor do que 20 µm.

Fração	Peso
-20 +15 µm	96,82
-15 +10 µm	3,18
-10 µm	0,00

5 CONCLUSÕES

A dispersão prévia das amostras mostrou resultado positivo no que diz respeito à melhor qualidade das seções polidas preparadas. No ensaio prévio, sem nenhuma dispersão, foi constatada uma grande quantidade de bolhas e agregados de grãos, feições menos recorrentes quando houve a preparação adequada. Além disso, observou-se que a dispersão com hexametáfosfato de Na 0,05% e banho ultrassônico foi a que apresentou resultado mais satisfatório, ao passo que aquela em meio aquoso foi a menos eficaz.

6 Agradecimentos

Agradeço ao CETEM por ceder sua estrutura para realização do projeto, ao CNPq pela bolsa concedida durante a pesquisa e aos técnicos do SCT (Setor de Caracterização Tecnológica) por auxiliar na preparação das amostras. Da mesma forma agradeço ao meu orientador, Dr. Reiner Neumann por todo conhecimento passado a mim, o que foi fundamental para o sucesso do trabalho.

7 Referências Bibliográficas

VILLEGAS, R.A.S., Neumann, R., and Alcover Neto, A. (2000) Caracterização Quantitativa por Difração de Raios-X do Minério Fosfático de Angico dos Dias/Caracol (BA/PI). VIII Jornada de Iniciação Científica do CETEM, p. 285-294, Rio de Janeiro, RJ.