

Estudo de Rotas de Concentração para Recuperação de Epidoto em Rejeitos da Província Borborema para Aplicações em Dosimetria das Radiações Ionizantes

Eraldo Florêncio da Silva Junior

Bolsista de Iniciação Científica, Graduando Eng. de Minas, UFPE

João Alves Sampaio

Orientador, Engenheiro de Minas, D. Sc., CETEM

Pedro Luiz Guzzo

Co-orientador, Eng. Mecânico, D. Sc., UFPE

Resumo

Este trabalho tem por objetivo o estudo de rotas para realizar a concentração dos minerais do grupo do epidoto presentes nos rejeitos de scheelita da Província Scheelitífera da Borborema, bem como avaliar a resposta termoluminescente (TL) desses minerais para possíveis aplicações na dosimetria das radiações ionizantes. Uma amostra (rocha) desse rejeito foi britada dividindo-se o produto por faixas granulométricas. A pré-concentração do epidoto foi feita em mesa vibratória seguida por concentração magnética onde foram determinados os parâmetros para a concentração do epidoto. As frações obtidas foram caracterizadas por difratometria e fluorescência de raios-X para determinação das fases minerais predominantes. Os resultados da caracterização mineralógica mostram que foi possível efetuar a concentração do epidoto em um nível de aproximadamente 70% e que o rejeito dessa concentração é constituído principalmente de andradita. As respostas TL dessas frações mostraram que o epidoto não apresenta esta propriedade para os níveis de radiação estudados.

1. Introdução

O epidoto é um mineral pertencente à classe dos silicatos, sua fórmula química é dada por $\text{Ca}_2(\text{Al,Fe})\text{Al}_2\text{O}(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{OH})$. É classificado quanto à cristalografia como monoclínico pertencente à classe prismática. As principais propriedades físicas do epidoto são: possui clivagem perfeita segundo $\{001\}$ e imperfeita segundo $\{100\}$. Tem dureza entre 6 e 7 na escala Mohs, sua densidade varia de 3,35 a 3,45 g/cm³ e possui brilho vítreo. Sua coloração pode ser verde-amarelado ou de verde-amarelado a verde-escuro. O epidoto ocorre, comumente, nas rochas metamórficas cristalinas, como o gnaiss, anfibolito e vários xistos, nos quais é o produto da alteração de minerais, tais como o feldspato, o piroxênio, o anfibólio e a biotita. Associado, muitas vezes, com a clorita. Formado, freqüentemente, também durante o metamorfismo de um calcário impuro (tactito), sendo especialmente característicos dos depósitos metamórficos de contato de calcário (Dana-Hurlbut, 1959).

Vários minerais apresentam propriedades luminescentes ou susceptíveis de serem utilizados em outras atividades que envolvam o uso de radiações ionizantes como dosimetria, arquiometria, datação geológica e finalidades nucleares (McKeever, 1985). Devido à sua estrutura cristalina, o grupo do epidoto tem despertado interesse em aplicações nucleares pelo fato de acolher uma quantidade significativa de elementos traços de

grande importância geoquímica e nuclear, tais como Pb, Sr, U, Th, Y e os elementos terras raras +3 (Frei et al., 2003). Além disso, o epidoto tem sido estudado para datação geológica através do método dos traços de fissão (Curvo, 2002). Neste contexto, o objetivo deste estudo é estabelecer uma rota de concentração desse mineral a partir dos rejeitos de scheelita, procedente da lavra de tactitos da província Scheelitífera Borborema (RN).

2. Procedimento Experimental

A Figura 1(a) apresenta a rocha utilizada na preparação das amostras deste trabalho. Com massa de 17,58 kg, ela apresenta minerais de calcita, epidoto, quartzo e uma faixa avermelhada provavelmente constituída por grãos de granada. Inicialmente, a rocha foi quebrada com auxílio de marreta para obter blocos com tamanhos adequados para a britagem. Foi feita a retirada de monocristais de epidoto e calcita com o auxílio de martelo e formão. A Figura 1(b) apresenta alguns monocristais extraídos. Cerca de 6 kg desse material foi reduzido em britadores de mandíbulas (britagem primária e secundária) e posteriormente em um britador de rolos (britagem terciária) com o objetivo de obter um produto com granulometria passante em malha de 10 mesh (1700 μm). O produto obtido foi então classificado em três faixas granulométricas, quais sejam: 28x48, 48x100 e < 100 mesh.



Figura 1. Rocha utilizada na preparação das amostras (a) e monocristais de epidoto (b).

A pré-concentração do epidoto foi realizada para cada faixa utilizando-se uma mesa vibratória modelo Wilfley n° 13, operando com ângulo de inclinação de aproximadamente 15°. As frações de concentrado e o rejeito foram secados em estufa e em seguida pesadas. A partir do pré-concentrado de epidoto, ensaios de separação magnética foram realizados com o separador isodinâmico Frantz, modelo L1, operando com ângulos de inclinação de 15° e nível de vibração entre 4 e 5. A partir das susceptibilidades magnéticas dos minerais constituintes, foram testadas diferentes intensidades de corrente elétrica (I), variando entre 0,3 A e 0,6 A. Antes, a remoção do material fortemente magnético foi realizada com um ímã natural. Em seguida, realizaram-se alguns ensaios em alíquotas de 2,5g na faixa de #48 x #100, com corrente elétrica de 0,5A originando uma fração magnética, provavelmente sendo um concentrado de granada, e uma fração não magnética, constituída

provavelmente de epidoto, calcita e quartzo. Observações feitas com auxílio de lupa binocular mostraram que na fração não magnética predominavam minerais de coloração esverdeada e fragmentos claros de calcita, quartzo e granada. Esta observação nos levou a realizar uma nova separação com corrente de 0,5 A a fim de reduzir ao máximo a presença de granada no concentrado de epidoto. Para efeito de comparação, um monocristal de epidoto foi fragmentado e observado na lupa binocular. Para efetuar a remoção dos minerais fracamente magnéticos, o concentrado foi separado usando uma corrente de 0,6 A, obtendo-se como fração magnética um concentrado com maior teor de epidoto e uma fração não-magnética composta, sobretudo por minerais de coloração verde escura e minerais esbranquiçados. A separação com corrente de 0,6 A foi repetida para a fração magnética para melhorar a qualidade do concentrado de epidoto. Este procedimento foi então realizado para concentrar cerca de 10 g de epidoto a partir de 30 g de pré-concentrado na granulometria de 48x100 mesh.

As frações resultantes do processo de separação magnética foram utilizadas para a análise da resposta termoluminescente (TL). Para isso, alíquotas de aproximadamente 10 g foram reduzidas manualmente em almofariz de porcelana e classificadas na faixa de 100 e 200 mesh. Procurou-se efetuar a redução de maneira que predominassem a quebra por impacto. Como resultado, obtiveram-se alíquotas de aproximadamente 5 g das seguintes frações: pré-concentrado, concentrado final de epidoto, fração magnética final e material fragmentado do bloco monocristalino de epidoto. As leituras TL foram realizadas no Departamento de Energia Nuclear da UFPE usando um equipamento Harshaw entre 50 e 400°C com taxa de aquecimento de 2°C/s. Antes da leitura TL as amostras foram tratadas termicamente a 600°C por uma hora e em seguida irradiadas com uma dose de 500 Gy de raios-gama de irradiador de ⁶⁰Co. Foram realizadas três leituras para cada amostra.

A fração passante na malha de 200 mesh foi utilizada para efetuar a caracterização mineralógica das respectivas alíquotas. Esta etapa foi realizada no Setor de Caracterização Tecnológica do CETEM. Os difratogramas de Raios-X das amostras, obtidos pelo método do pó foram coletados em um equipamento Bruker D4 Endeavor, nas seguintes condições de operação: radiação Co K α (35 kV/40 mA); velocidade do goniômetro de 0,02° (2 θ) por passo com tempo de contagem de 1 segundo por passo e coletados de 5 a 80° (2 θ). As interpretações qualitativas do espectro foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF 02 (ICDD, 2006) e software Bruker Diffrac^{Plus}. O refinamento dos parâmetros de cela e a quantificação das fases foram executados pelo módulo FPM (Full Profile Method) do mesmo software, após calibração das propriedades do equipamento utilizando um padrão de alfa-alumina rastreável a padrões do NIST, fornecido pela Bruker. As análises químicas foram obtidas por fluorescência de raios X, em equipamento Bruker S4 Explorer, a partir de pastilhas de amostras previamente pulverizadas em moinho vibratório de anel e prensadas a 200 kN, com fundo de ácido bórico. Utilizou-se a rotina de análise semi-quantitativa, sem padrões, do fabricante.

3 Resultados

Os parâmetros empregados para a concentração magnética do epidoto foram determinados durante ensaios preliminares de separação magnética. Verificou-se que entre as faixas analisadas, a concentração do epidoto

torna-se mais eficiente para a faixa #48 x #100. A Tabela 1 apresenta as massas das frações magnética (mag.) e não-magnética (não-mag.) para as faixas granulométricas e correntes analisadas.

Tabela 1. Resultado da separação magnética do epidoto em função da corrente e da granulometria .

Corrente I(A)	#28 x # 48		#48 x #100		- #100	
	Mag. (g)	Não-mag. (g)	Mag. (g)	Não-mag. (g)	Mag. (g)	Não-mag. (g)
0,30	-	2,53	-	2,50	-	2,50
0,40	0,08	2,47	0,04	2,44	0,07	2,29
0,50	0,37	2,15	0,43	2,03	0,35	2,02
0,60	1,52	0,96	1,69	0,76	1,43	0,95

A Figura 2 descreve de forma sucinta o procedimento desenvolvido para a concentração do epidoto. Durante a elaboração do procedimento de concentração, optou-se por efetuar duas passagens para cada valor de corrente de forma que o concentrado de epidoto estivesse com o mínimo minerais contaminantes. A Tabela 2 apresenta as frações obtidas utilizando-se o procedimento de concentração descrito acima para a faixa granulométrica de 48x100 mesh.

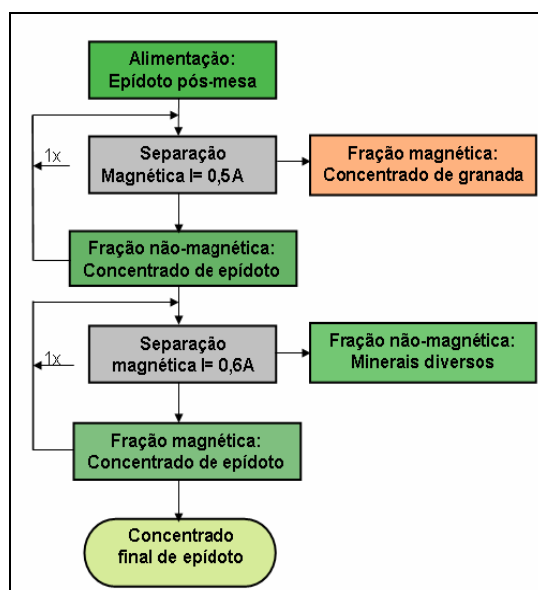


Figura 2. Procedimento desenvolvido para obtenção do concentrado de epidoto.

Tabela 2. Frações obtidas a partir do procedimento de concentração de epidoto para a faixa de 48x100 mesh.

Passagem	I (A)	Alíquota 1 m = 2,52 g		Alíquota 2 m = 2,54 g	
		Mag.	Não-mag.	Mag.	Não-mag.
1	0,50	0,40	2,06	0,40	2,11
2	0,50	0,02	2,00	0,01	2,10
3	0,60	1,13	0,87	1,13	0,95
4	0,60	1,06	0,05	1,08	0,03

A Figura 3 ilustra as frações magnéticas e não magnéticas resultantes do processo de separação para as alíquotas apresentadas na Tabela 2. Visualmente, observa-se que as partículas do concentrado de epidoto têm coloração predominantemente esverdeada.



Figura 3. Alimentação e frações resultantes das passagens pelo separador magnético das duas alíquotas.

Usando o procedimento descrito acima foram processados cerca de 90g de pré-concentrado, em duas etapas. A primeira etapa utilizou 30g de pré-concentrado para a obtenção do concentrado de epidoto para as análises TL e DRX. A segunda etapa utilizou 60g de pré-concentrado e foi processada apenas até a obtenção da fração magnética para $I = 0,5$ A utilizada para caracterização mineralógica e análise da resposta TL.

A Figura 4 apresenta os difratogramas de raios-X do monocristal (e-m) e das frações pós-mesa (e-pm), concentrado (e-c) e rejeito (e-r). Análise DRX mostrou que a fração pós-mesa é constituída principalmente pelos minerais epidoto, andradita, calcita e quartzo. Observamos ainda que as frações concentrado e monocristal contêm uma alta concentração de epidoto. No difratograma do rejeito vemos que a concentração de andradita é maior que a de epidoto e vemos também uma baixa concentração de calcita.

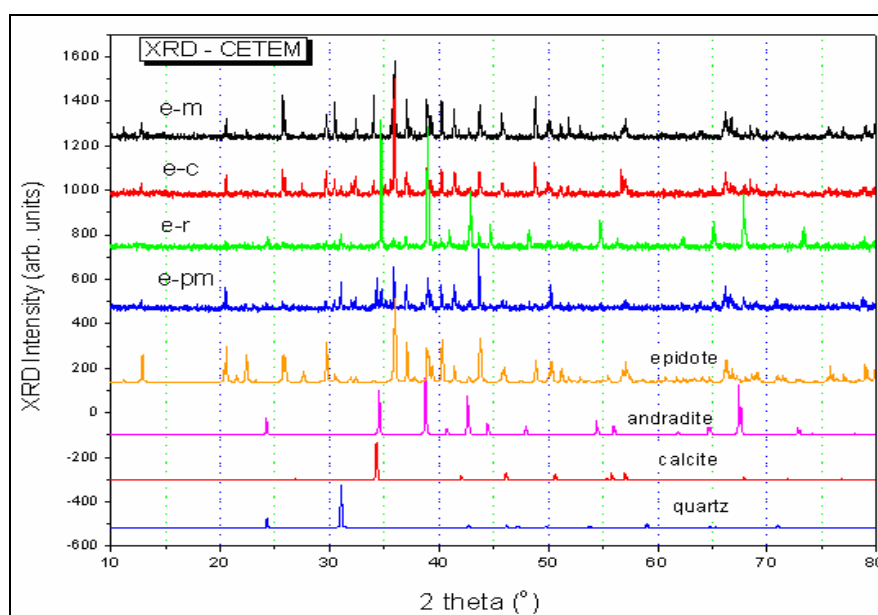


Figura 4. Difratograma de raios-X do monocristal e das frações resultantes da concentração do epidoto.

A Tabela 3 apresenta os resultados da análise semiquantitativa por FRX. Nós observamos que todas as amostras possuem os óxidos constituintes do mineral epidoto, porém, algumas diferenças devem ser destacadas. O rejeito possui uma quantidade maior de CaO que o bloco monocristalino e a fração pós-mesa, indicando a presença de calcita nesta fração. O material pós-mesa apresenta uma quantidade maior de SiO₂, provavelmente devido à presença do quartzo. Os resultados desta análise estão de acordo com os difratogramas apresentados na figura 4, ambos mostrando que foi possível concentrar o epidoto a partir dos rejeitos da mineração da scheelita.

Tabela 3. Óxidos presentes nas frações pós-mesa, rejeito, concentrado e monocristal determinados por FRX.

óxido	Concentração semi-quantitativa (%)			
	e-pm	e-r	e-c	e-m
Al ₂ O ₃	10,00	6,14	8,67	10,20
Fe ₂ O ₃	13,72	22,79	16,65	16,27
SiO ₂	33,75	27,26	27,08	25,56
CaO	22,64	27,00	21,98	21,62
K ₂ O	0,03	0,03	0,02	0,04
MgO	3,07	1,04	1,79	0,58
MnO	0,68	1,72	0,47	0,25
Na ₂ O	0,08	0,00	0,00	0,00
P ₂ O ₅	0,14	0,30	0,28	0,21
SrO	0,07	0,02	0,12	0,15
TiO ₂	0,43	0,50	0,13	0,06
ZrO ₂	0,01	0,02	0,01	0,00

A Figura 5 mostra o resultado da análise TL do monocristal de epidoto e das frações concentrado, rejeito e pós-mesa. A partir da análise da resposta TL do monocristal, constatamos que o epidoto não apresenta esta propriedade para as doses de radiação estudadas. Picos de emissão em temperaturas iguais foram verificados para o rejeito em intensidades muito maiores que no concentrado. Os picos de emissão observados na fração pós-mesa são os que apresentam maior intensidade. Este fato sugere que a intensa emissão observada no material pós-mesa seja provocada por um mineral presente em maiores concentrações nesta fração. Dada às características dosimétricas (temperatura, intensidade e largura à meia altura) do pico observado a 270°C na fração pós-mesa, torna-se interessante identificar o mineral ou associações de minerais responsáveis por esta emissão, visando uma possível aplicação na dosimetria das radiações ionizantes. Os resultados de DRX e FRX sugerem que este mineral possa ser a calcita.

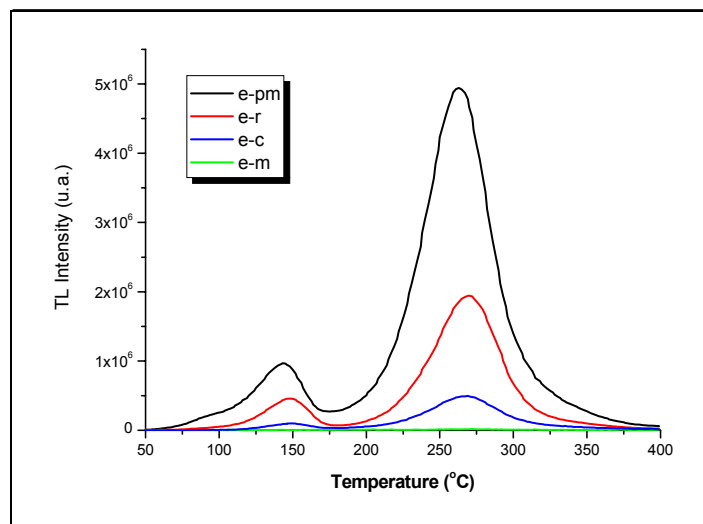


Figura 5. Resposta TL das frações pós-mesa e rejeito, concentrado e monocristal.

4. Conclusão

Através dos ensaios de caracterização pudemos constatar que o método desenvolvido para a concentração do epidoto pode ser considerado eficiente para a faixa granulométrica estudada. Os ensaios de emissão termoluminescente mostraram que o epidoto não apresenta uma resposta TL adequada para o uso em dosimetria. Observou-se que o pós-mesa tem uma resposta TL elevada, devendo-se, portanto, investigar qual o mineral responsável por esta emissão visando sua possível aplicação na dosimetria das radiações ionizantes.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem ao Dr. Reiner Neumann (CETEM) pela realização das medidas de difratometria e fluorescência de raios-X e pelo auxílio na interpretação dos difratogramas e ao Prof. José Carlos Silva pelas suas sugestões para a definição das etapas de concentração. As respostas TL foram realizadas pelo Dr. Henry L. Sullasi do Dep. de Energia Nuclear da UFPE. Um dos autores (EFSJr) agradece ao Programa PIBIC/CETEM/CNPq pela concessão da bolsa de iniciação científica.

Referências

- CURVO, E. A. C. 2002. **Estudo da datação por traços de fissão em epidoto** 50p.. Tese (Mestrado) – Instituto de Física Gleb Wataghin, Universidade Estadual de Campinas.
- DANA-HURLBUT 1959. **Manual de Mineralogia Vol.2**, 457p.
- MCKEEVER S.W.S. 1985. **Thermoluminescence of Solids**. Cambridge Univ. Press, 376p.
- FREI D, LIEBSCHER A, WITTENBERG A, CLIFF S. SHAW J. 2003. **Contrib. Mineral. Petrol.** 146, pp.192-204.