

Preparação de amostras para caracterização mineralógica e tecnológica dos minérios de lítio pegmatíticos

Sample preparation for mineralogical and technological characterisation of pegmatitic lithium ores

Edivaldo da Conceição Silva

Bolsista PCI, técnico

Reiner Neumann

Supervisor, Geólogo, D. Sc.

Resumo

Os minerais portadores de lítio de minérios pegmatíticos, tanto aqueles em que o elemento é essencial (espodumênio, petalita, montebrasita-amblygonita) quanto aqueles em que pode substituir outros elementos (micas, anfibólios, cloritas) não são triviais para serem corretamente identificados, uma vez que as técnicas envolvendo fluorescência de raios X não detectam lítio. Isso coloca exigências adicionais na determinação dos demais elementos constituintes dos minerais (Si, Al, P, Mg e outros) para a identificação por relações estequiométricas. Além disso, difração de raios X tem uma importância ainda maior para a quantificação de fases.

A preparação certa permite resultados adequados. A boa conciliação dos resultados de composição química calculada a partir da mineralogia, contra a análise química da amostra, mostra como a preparação e a análise mineralógica como um todo foi correta.

Palavras-chave: preparação de amostras, minérios de lítio, pegmatitos, caracterização mineralógica, caracterização tecnológica

Abstract

Lithium-bearing minerals from pegmatitic ores, both those with essential Li (as spodumene, petalite, montebrasite- amblygonite) or where Li occurs replacing other elements (as in micas, amphiboles, chlorites), are challenging to be correctly identified, as lithium is not detected by X-ray fluorescence techniques. This poses additional requirements on the determination of the mineral-forming elements (Si, Al, P, Mg and others) for the identification by stoichiometric ratios. X-ray diffraction has thus an even greater relevance for quantitative phase analysis.

The right sample preparation allows for adequate results. A good conciliation between a sample composition calculated from its mineralogy against chemical assays ensures sample preparation and mineralogical analyses were correct.

Key words: sample preparation, lithium ores, pegmatites, mineralogical characterisation, technological characterisation.

1. Introdução

Os minerais portadores de lítio de minérios pegmatíticos não são triviais para serem corretamente identificados, uma vez que as técnicas envolvendo fluorescência de raios X não detectam lítio. Isso coloca exigências adicionais na determinação dos demais elementos constituintes dos minerais (Si, Al, P, Mg e outros) para a identificação por relações estequiométricas. Por essa razão, difração de raios X tem uma importância ainda maior para a quantificação de fases. Todas as técnicas exigem uma preparação de amostras cuidadosa e especializada. O acabamento de superfícies polidas precisa ser espelhado, e sem contaminação dos abrasivos, particularmente alumina. A cominuição para DRX não pode amorfizar nenhuma fase, principalmente fases mais delicadas como carbonatos e filossilicatos.

2. Objetivos

Preparação adequada de amostras de minérios de Li derivadas de pegmatitos, para viabilizar uma caracterização mineralógica e tecnológica adequada.

3. Material e Métodos

Foram analisadas diversas amostras de projetos do CETEM, com objetivos desde os mais simples até uma caracterização mais completa. Um conjunto de 76 amostras de minérios, concentrados e rejeitos foram preparadas e analisadas por difração de raios X quantitativas. As amostras foram quarteadas em um quarteador rotativo Quantachrome para separação de uma alíquota representativa de aproximadamente 3 g, e moídas em moinho McCrone em 15 mL de água deionizada, com meio moedor de ágata, por 10 minutos. A suspensão da amostra moída foi descarregada numa placa de Petri de teflon, e seca em estufa a 60°C. Depois de seca, a amostra foi retomada com o auxílio de uma espátula plástica, desagregada por moagem manual num gral de ágata, e montada no suporte do tipo *backload* (para redução de orientação preferencial) para a análise.

Para uma outra amostra de minério integral foi adotado um fluxograma mais complexo (Figura 1A).

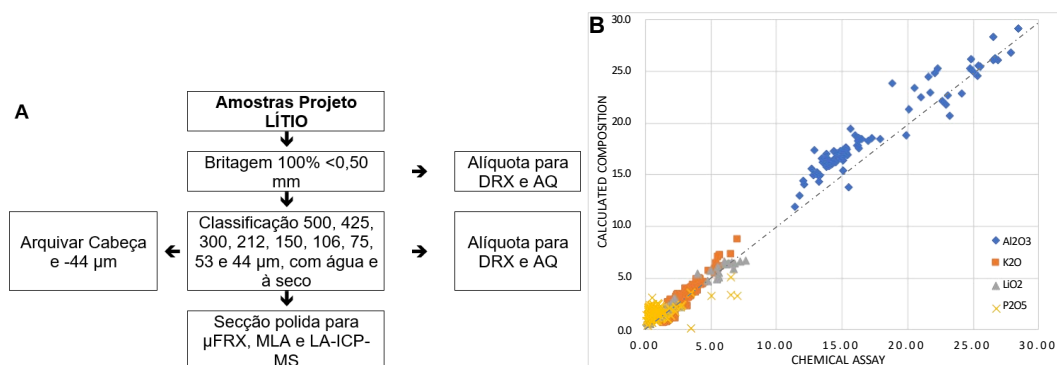


Figura 1. A - Fluxograma da preparação de amostra de minério de lítio pegmatítico; B Conciliação das análises químicas plotadas contra a composição química calculada a partir da mineralogia e da composição estequiométrica dos minerais (% massa).

Esse procedimento de preparação envolve a britagem da amostra toda abaixo de 0,5 mm, seu quarteamento (roteador rotativo) para retirar uma alíquota para análises por DRX e análises químicas de cabeça, e classificação do restante nas peneiras indicadas, inicialmente com água abundante. Após secagem das frações em estufa a 60°C, nova classificação nas mesmas peneiras, a seco em classificador Ro-Tap por 10 minutos.

Todas as frações foram quarteadas em quarteador rotativo, retirando-se uma alíquota (aproximadamente 4 g) para embutimento em resina epóxi, e uma segunda alíquota (~5 g) para análises por difração de raios X. Da amostra de finos (<44 µm) somente esta última foi gerada.

Para difração de raios X de todas as frações granulométricas, além da amostra de cabeça e dos finos, seguiu-se a preparação descrita anteriormente. Após aquisição do difratograma, essas mesmas amostras são enviadas aos laboratórios para determinação de elementos maiores por fluorescência de raios X, perda por calcinação, e alguns elementos por ICP-OES, particularmente Li.

A preparação das secções polidas, como se destina também às análises por MLA, envolve a mistura das partículas de todas as frações granulométricas (menos os finos) com esferas de carbono amorfo, que promovem a separação das partículas. Essa mistura é acondicionada em moldes com 30 mm de diâmetro e adição de resina epóxi de alto desempenho Struers Epofix, já misturada ao seu catalizador. As montagens são colocadas em vácuo para redução de bolhas de ar aprisionado, e curadas por pelo menos 16 h à temperatura ambiente. As amostras são depois desbastadas e polidas usando discos de diamante com granas de 70 a 6 µm em matriz metálica, e com diamantes de 3 e de 1 µm, sobre panos muito duros.

4. Resultados e Discussão

A Figura 2 mostra a conciliação de um lote de 75 amostras analisadas por difração de raios X e método de Rietveld. Considerando-se que muitos minerais quantificados nas amostras são soluções sólidas e grupos de minerais com grandes variações composicionais, é um resultado excelente.

5. Conclusão

A preparação adequada das amostras permite a geração de dados confiáveis e úteis nas etapas de caracterização mineralógica e tecnológica de minérios de minérios de Li derivados de pegmatitos.

6. Agradecimentos

Agradecimentos ao CETEM e ao SCT pela oportunidade, e ao MCTI e CNPq pela bolsa.