

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE BAUXITAS POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Paulo Vitor de Almeida Richa

Aluno de Graduação da Universidade Federal do Rio de Janeiro. 3º período, UFRJ
Período PIBIC/CETEM: julho de 2013 a julho de 2014,

paulovitor_richa@hotmail.com

Thais de Lima Alves Pinheiro Fernandes

Orientador, Eng. Químico, D. Sc.

tfernandes@cetem.gov.br

1. INTRODUÇÃO

Embora descrita como minério de alumínio, a bauxita em espécie é um mineral heterogêneo, uma combinação dos minerais gibbsita, diaspório e boehmita, formada por ação do intemperismo sobre rochas aluminossilicáticas. De modo geral, a bauxita é a principal fonte de alumina (Al_2O_3) e a principal rota de beneficiamento é o Processo Bayer que consiste, basicamente, na transformação do óxido de alumínio em alumínio metálico. A importância industrial do alumínio vai desde a produção de aeronaves, automóveis e equipamentos industriais até eletrônicos, utensílios de cozinha, latas e produtos de higiene (SIQUEIRA, 2006).

A análise multielementar instrumental por fluorescência de raios X (FRX) é realizada por meio da medida das intensidades dos raios X característicos emitidos pelos elementos químicos componentes de uma amostra, quando devidamente excitada. Quando um elemento é excitado, este tende a ejetar os elétrons dos níveis eletrônicos interiores, e conseqüentemente, elétrons dos níveis mais exteriores realizam um salto quântico para preencher esse vazio. As transições eletrônicas são caracterizadas por perda de energia, emitida na forma de fótons de raios-X, características e bem definida para cada elemento. Resta apenas registrar essas emissões e quantificá-las, já que suas intensidades estão relacionadas com a concentração de cada elemento na amostra. (RATTI, 2006)

Os softwares de gerenciamento dos espectrômetros de FRX permitem a realização de análises semiquantitativas, usando para tanto curvas genéricas e ajustes matemáticos específicos e análises quantitativas, baseadas em curvas analíticas criadas pelo usuário utilizando materiais de referência certificados. (RATTI, 2006)

2. OBJETIVO

O objetivo foi avaliar o método semiquantitativo de análise em EFRX e a influência da preparação de amostra (granulometria da amostra e variação do fundente utilizado) nos resultados obtidos.

3. METODOLOGIA

A amostra inicial de bauxita, com aproximadamente 1Kg (971,67 g), foi submetida às seguintes etapas de preparação: moagem, homogeneização e quarteramento. As etapas de homogeneização e quarteramento deram origem a 20 alíquotas de 20 g cada que foram utilizadas nos testes subsequentes.

Como o interesse principal do trabalho foi avaliar a influência da granulometria e da utilização de diferentes fundentes nas análises por EFRX, a primeira etapa do trabalho

consistiu nos testes de moagem realizados nos moinhos *Pulverisette 6* com panela de carbeto de tungstênio, o material foi submetido a diferentes tempos de moagem (0 (Original), 5, 10, 20, 30, 40 e 50 minutos). No que diz respeito à preparação optamos pela fusão para evitar qualquer tipo de interferência causada pelo efeito matriz. No processo de fusão foram utilizados dois diferentes fundentes, o tetraborato de lítio puro ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) e a mistura de tetraborato com metaborato de lítio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{LiBO}_2$ (50/50%)) na mesma proporção (1g de amostra para 5g de fundente) e utilizando máquina de fusão automática modelo *Vulcan* da **FLUXANA** em temperatura de trabalho de 1050 °C.

As pastilhas foram analisadas no espectrômetro de fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda, com tubo de Rh, modelo *Axios^{max}* da *Panalytical*, 6 vezes por dia, durante 3 dias consecutivos, no método semiquantitativo Omnian.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Avaliação dos resultados de análise de materiais de referência em relação aos padrões certificados

Nessa etapa do trabalho foram utilizados os materiais de referência certificados (MRC), BXSP, BXPA e BXGO. Como os valores de concentração desses materiais são conhecidos e confiáveis eles foram utilizados para avaliar a acuidade dos resultados analíticos. Comparando-se os resultados obtidos com os valores certificados pode-se observar uma grande coerência e, portanto, uma boa aplicabilidade do método semiquantitativo OMNIAN para caracterização de bauxitas preparadas por fusão.

A análise das pérolas fundidas (Tabela 1) mostrou que a utilização do tetraborato puro ou da mistura 50/50% não afeta os resultados. Comercialmente o tetraborato puro é mais barato que a mistura e a equivalência de características dos dois fundentes permite que a escolha seja baseada na disponibilidade financeira.

A moagem dos MRCs também não afetou os resultados, esse comportamento indica que a granulometria abaixo de 70 μm (característica dos MRC de bauxita) é suficiente para se obter resultados satisfatórios (Tabela 2).

Tabela 1: Resultados % (m/m) das análises químicas semiquantitativas realizadas em EFRX a partir de pérolas fundidas dos MRCs: BXSP, BXPA e BXGO.

BXSP									
	Al_2O_3	SiO_2	P_2O_5	K_2O	TiO_2	Fe_2O_3	ZnO	ZrO ₂	H ₂ O
BXSP MAX F	49,9	14,5	0,204	0,49	1,24	7,1	0,01	0,16	26,1
BXSP MAX G	49,9	14,6	0,208	0,5	1,25	7,1	0,01	0,16	26,1
Valor Certificado	50,1	15	0,203	0,53	1,24	6,7	0,009	0,15	26,1
Desvio padrão	0,4	0,2	0,005	0,02	0,02	0,1	0,001	0,01	0,5
BXPA									
BXPA MAX F	52,5				1,41	13,4	0,004		27,5
BXPA MAX G	52,6				1,39	13,4	0,003		27,5
Valor Certificado	52,8				1,42	12,8	0,004		27,5
Desvio padrão	0,4				0,02	0,1	0,001		0,1
BXGO									
BXGO MAX F	60,5	0,66	0,049		0,44	4,8			33,3
BXGO MAX G	60,4	0,7	0,049		0,43	4,9			33,3
Valor Certificado	60,7	0,63	0,042		0,46	4,6			33,3

Desvio padrão	0,4	0,05	0,003	0,02	0,1				0,4
---------------	-----	------	-------	------	-----	--	--	--	-----

*Max F – 50% Metaborato de Lítio e 50% Tetraborato de Lítio
MaxG – 100 % Tetraborato de Lítio

Tabela 2: Resultados (% (m/m)) das análises químicas semiquantitativas realizadas em EFRX a partir de pérolas fundidas dos MRCs: BXSP, BXPA e BXGO submetidos a moagem por cerca de 5 minutos no McCrone.

BXSP									
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	ZnO	ZrO ₂	H ₂ O
BXSP MAX F	49,8	14,6	0,2	0,48	1,19	7	0,012	0,16	26,1
BXSP MAX G	49,8	14,7	0,19	0,49	1,16	6,9	0,01	0,15	26,1
Valor Certificado	50,1	14,7	0,203	0,53	1,24	6,7	0,009	0,15	26,1
Desvio padrão	0,4	0,2	0,005	0,02	0,02	0,1	0,001	0,01	0,5
BXPA									
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	ZnO	ZrO ₂	H ₂ O
BXPA MAX F	52,2				1,41	13,4	0,004		27,5
BXPA MAX G	52,4				1,39	13,3	0,003		27,5
Valor Certificado	52,8				1,42	12,8	0,004		27,5
Desvio padrão	0,4				0,02	0,1	0,001		0,1
BXGO									
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	ZnO	ZrO ₂	H ₂ O
BXGO MAX F	60,2	0,88	0,05		0,44	4,9			33,3
BXGO MAX G	60,2	0,88	0,04		0,44	4,9			33,3
Valor Certificado	60,7	0,63	0,042		0,46	4,6			33,3
Desvio padrão	0,4	0,05	0,003		0,02	0,1			0,4

*Max F – 50% Metaborato de Lítio e 50% Tetraborato de Lítio
MaxG – 100 % Tetraborato de Lítio

4.2 Avaliação da influência do fundente e da granulometria na análise química por FRX de amostra de bauxita

Em concordância com os resultados das amostras de MRC, não foram observadas variações significativas nos resultados obtidos por EFRX para a amostra de trabalho quando ela foi preparada por fusão utilizando como fundente tetraborato de lítio puro (Li₂B₄O₇) e a mistura de tetraborato com metaborato de lítio (Li₂B₄O₇ + LiBO₂ (50/50%)) na razão 1:5 (Tabela 3). A moagem em diferentes tempos (Tabela 4) ratificou que bons resultados analíticos são obtidos em amostras de bauxita com granulometria abaixo de 70µm, não havendo necessidade de trazer tais materiais para granulometrias entre 10 e 50 µm.

Tabela 3: Resultados (% (m/m)) das análises químicas semiquantitativas realizadas em EFRX a partir de pérolas fundidas da amostra de trabalho.

	AMOSTRA DE TRABALHO								
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	ZnO	ZrO ₂	H ₂ O
Original MAX F	51,4	7,3	0,04	0,01	1,76	11	0,001	0,21	27,87
Original MAX G	51,5	7,4	0,04	0,01	1,69	11	0,002	0,21	27,87
5 Min MAX F	51,7	7,3	0,04	0,02	1,72	10,7	0,001	0,21	27,9
5 Min MAX G	51,6	7,3	0,04	0,01	1,71	10,9	0,003	0,21	27,9

10 Min MAX F	51,6	7,3	0,04	0,01	1,75	11	0,002	0,22	27,81
10 Min MAX G	51,6	7,3	0,04	0,01	1,75	10,9	0,003	0,21	27,81
20 Min MAX F	51,4	7,4	0,04	0,01	1,73	10,9	0,002	0,21	27,89
20 Min MAX G	51,4	7,4	0,04	0,01	1,69	11	0,002	0,21	27,89
30 Min MAX F	51,6	7,4	0,04	0,01	1,75	10,9	0,002	0,21	27,8
30 Min MAX G	51,4	7,4	0,04	0,01	1,75	11	0,002	0,22	27,8
40 Min MAX F	51,5	7,4	0,04	0,02	1,76	10,9	0,002	0,21	27,77
40 Min MAX G	51,6	7,4	0,04	0,01	1,72	11	0,002	0,22	27,77
50 Min MAX F	51,4	7,5	0,04	0,02	1,74	11,1	0,002	0,21	27,74
50 Min MAX G	51,5	7,5	0,04	0,01	1,75	11	0,002	0,22	27,74
McCrone MAX F	51	7,7	0,04	0,02	1,71	11,1	0,003	0,21	27,87
McCrone MAX G	51,1	7,8	0,04	0,01	1,74	11	0,003	0,21	27,87

*Max F – 50% Metaborato de Lítio e 50% Tetraborato de Lítio

MaxG – 100 % Tetraborato de Lítio

Tabela 4: Resultados (% (m/m)) das análises químicas semiquantitativas realizadas em EFRX a partir de pérolas fundidas da amostra submetida à moagem por 0,5,10,15,20,30 e 50 minutos em moinho de carbeto de tungstênio modelo *Pulverisette 6*.

	AMOSTRA DE TRABALHO									
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	ZnO	ZrO ₂	H ₂ O	
Original Média (MAX F e G)	51,4	7,3	0,04	0,01	1,72	11,0	0,002	0,21	27,9	
5 Min Média (MAX F e G)	51,7	7,3	0,04	0,01	1,72	10,8	0,002	0,21	27,9	
10 Min Média (MAX F e G)	51,6	7,2	0,04	0,01	1,74	10,9	0,002	0,21	27,8	
20 Min Média (MAX F e G)	51,4	7,4	0,04	0,01	1,71	10,9	0,002	0,21	27,9	
30 Min Média (MAX F e G)	51,5	7,4	0,03	0,01	1,75	11,0	0,002	0,22	27,8	
40 Min Média (MAX F e G)	51,5	7,4	0,04	0,01	1,74	10,9	0,002	0,21	27,8	
50 Min Média (MAX F e G)	51,5	7,5	0,04	0,01	1,74	11,0	0,002	0,21	27,7	
McCrone Média (MAX F e G)	51,0	7,7	0,04	0,01	1,72	11,0	0,003	0,21	27,9	

*Max F – 50% Metaborato de Lítio e 50% Tetraborato de Lítio

MaxG – 100 % Tetraborato de Lítio

5 CONCLUSÕES

Os resultados experimentais mostraram que a análise semiquantitativa por EFRX é eficiente para quantificação elementar de amostras de bauxita e que não são necessários esforços complementares na moagem do material uma vez que granulometria abaixo de 70µm atende. A alternância entre os fundentes estudados também não modifica significativamente os resultados.

6 AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela bolsa, ao Cetem, a minha orientadora Thais Fernandes e aos meus colegas de trabalho Carlos Sodré, Hury Hellen e Jaqueline Veloso.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

RATTI, G., Apostila LCT-USP, Fluorescência de raios X, 2006.

COSTA, L. S., CARNEIRO, M. C. e DOMINGUES, N. N., CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE BAUXITA. XIV Jornada de Iniciação Científica – CETEM, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, p. 1-7, 2006.