

SÉRIE ROCHAS E MINERAIS INDUSTRIAIS

**Aproveitamento de Feldspato Pegmatítico da Região
Borborema-Seridó para Produção de Vitrocerâmica
Feldspática Reforçada com Leucita**

PRESIDÊNCIA DA REPÚBLICA

Luiz Inácio Lula da Silva

José Alencar Gomes da Silva

Vice-Presidente

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA

Sérgio Machado Rezende

Ministro da Ciência e Tecnologia

Luiz Antonio Rodrigues Elias

Secretário-Executivo

Luiz Fernando Schettino

Secretário de Coordenação das Unidades de Pesquisa

CETEM – CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

Adão Benvindo da Luz

Diretor do CETEM

Antônio Rodrigues Campos

Coordenador de Apoio à Micro e Pequena Empresa

Arnaldo Alcover Neto

Coordenador de Análises Mineraias

João Alves Sampaio

Coordenador de Processos Mineraias

José da Silva Pessanha

Coordenador de Administração

Ronaldo Luiz Correa dos Santos

Coordenador de Processos Metalúrgicos e Ambientais

Zuleica Carmen Castilhos

Coordenadora de Planejamento, Acompanhamento e Avaliação

SÉRIE ROCHAS E MINERAIS INDUSTRIAIS

ISSN –1518-9155

ISBN 978-85-61121-33-4

SRMI - 13

Aproveitamento de feldspato pegmatítico da região Borborema-Seridó para produção de vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita

Carla Napoli Barbato

Engenheira Química - UFF, M.Sc. em Engenharia de Materiais - PEMM/COPPE/UFRJ, Doutoranda em Engenharia Química - EQ/UFRJ. Atuação na área de minerais industriais.

Tsuneharu Ogasawara

Engenheiro Industrial Metalúrgico - UFF, M.Sc. e D.Sc. em Engenharia Metalúrgica e de Materiais - PEMM/COPPE/UFRJ, Pós-Doc pela Rutgers - The State University of New Jersey. Professor Adjunto do PEMM/COPPE/UFRJ. Atuação na área de materiais cerâmicos avançados.

João Alves Sampaio

Engenheiro de Minas - UFPE, M.Sc. e D.Sc. em Engenharia Metalúrgica e de Materiais - PEMM/COPPE/UFRJ, Tecnologista Sênior do CETEM/MCT. Atuação na área de tratamento de minérios.

CETEM/MCT

2008

SÉRIE ROCHAS E MINERAIS INDUSTRIAIS

Sílvia Cristina Alves França

Editora

Luiz Carlos Bertolino

Subeditor

CONSELHO EDITORIAL

Adriano Caranassios (CETEM), Antonio Rodrigues Campos (CETEM), Francisco Wilson Holanda Vidal (CETEM), Jurgen Schnellrath (CETEM), Salvador Luiz M. de Almeida (CETEM) Artur Pinto Chaves (USP), Benjamin Calvo Pérez (Universidade Politécnica de Madri), Carlos Adolpho Magalhães Baltar (UFPE), Marsis Cabral Junior (IPT), Renato Ceminelli (Consultor)

A Série Rochas e Minerais Industriais publica trabalhos na área mí-nero-metalúrgica. Tem como objetivo principal difundir os resultados das investigações técnico-científicas decorrentes dos projetos desenvolvidos no CETEM.

O conteúdo desse trabalho é de responsabilidade exclusiva do(s) autor(es).

Thatyana Pimentel Rodrigo de Freitas

Coordenação editorial

Vera Lúcia Espírito Santo Souza

Programação visual

Carla Napoli Barbato

Editoração eletrônica

Barbato, Carla Napoli

Aproveitamento de feldspato pegmatítico da região Borborema-Seridó para a produção de uma vitrocerâmica felspática reforçada com leucita/ Carla Napoli Barbato, Tsuneharu Ogasawara, João Alves Sampaio. – Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008.

41p. (Série Rochas e Minerais Industriais, 13)

1. Feldspato. 2. Minerais industriais. 3. Leucita. 4. Vitrocerâmica. I. Centro de Tecnologia Mineral. II. Ogasawara, Tsuneharu. III. Sampaio, João Alves. IV. Série. V. Título.

CDD – 553

SUMÁRIO

RESUMO	7
ABSTRACT	8
1 INTRODUÇÃO	9
1.1 Feldspato	10
1.2 Pegmatito da Região Borborema-Seridó	11
1.3 Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	12
2 MATERIAIS E MÉTODOS	15
2.1 Preparação da Amostra Bruta do Pegmatito da Região Borborema-Seridó	15
2.2 Caracterização da Amostra Bruta do Pegmatito da Região Borborema-Seridó	16
2.3 Ensaio de Beneficiamento	16
2.4 Produção da Frita	18
2.5 Sinterização da Frita	19
2.6 Obtenção da Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	20
3 RESULTADOS E DISCUSSÕES	21
3.1 Caracterização da Amostra Bruta do Pegmatito da Região Borborema-Seridó	21
3.2 Ensaio de Beneficiamento	23
3.3 Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	27
4 CONCLUSÕES	33
4.1 Beneficiamento do Pegmatito da Região Borborema-Seridó	33
4.2 Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita	34
BIBLIOGRAFIA	35

RESUMO

No Brasil, as principais fontes comerciais de feldspato são os pegmatitos, que são rochas de composição basicamente graníticas. Os pegmatitos da região Borborema-Seridó, localizados nos estados da Paraíba e Rio Grande do Norte, são constituídos basicamente por minerais de quartzo, feldspato, mica, caulim, entre outros. O principal processo de beneficiamento dos pegmatitos é a flotação, que proporciona a separação, em escala industrial, dos minerais (feldspato, quartzo e mica) com descarte das impurezas, como os minerais de ferro. Na etapa de flotação, foi utilizado como coletor o Lilafлот 811 M (eteramina) para a remoção dos minerais de quartzo e muscovita. O concentrado de feldspato obtido foi utilizado na produção de uma vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita, com a seguinte composição química (% em peso): 56,5 de SiO_2 , 20 de Al_2O_3 , 11,2 de K_2O , 0,1 de B_2O_3 , 0,1 de CaO , 10,5 de Na_2O e 0,7 de CeO_2 . A fusão da frita foi realizada em cadinho de alumina, em forno mufla, na temperatura de 1.200°C , seguida de choque térmico em água e moagem. As técnicas utilizadas na caracterização da frita foram: análise térmica (DTA/TGA) e difração de raios-X (DRX). As amostras de pó de frita foram prensadas e sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C para obtenção de uma pastilha, que foi submetida ao processo de prensagem a quente, com a finalidade de obter as vitrocerâmicas. Em razão da elevada temperatura utilizada no processo de prensagem a quente, não foi possível obter as vitrocerâmicas.

Palavras-chave

pegmatito, feldspato, flotação, frita, leucita

ABSTRACT

In Brazil, the main commercial sources of feldspar are the pegmatites, which composition is basically granitic rocks. The pegmatites of the Borborema-Seridó's area, located in the states of Paraíba and Rio Grande do Norte, are constituted basically by minerals of quartz, feldspar, mica, kaolin, among others. The main process of improvement of the pegmatites is the flotation, which provides the separation in industrial scale of the minerals: feldspar, quartz and mica with discard of the sludges as the minerals of iron. In the flotation stage, it was used as collector Lilaflot 811 M (eteramine) for the removal of the minerals of quartz and muscovite. The concentrate of obtained feldspar was used in the production of a leucite reinforced feldspathic glass-ceramic with the following chemical composition (% in weight): 56.5 of SiO₂, 20 of Al₂O₃, 11.2 of K₂O, 0.1 of B₂O₃, 0.1 of CaO, 10.5 of Na₂O and 0.7 of CeO₂. The melting process was run in alumina crucible and muffle furnace at the temperature 1,200°C, followed by thermal shock in water, grinding. The techniques used in the characterization of the frits were: thermal (DTA) analysis and ray-X diffraction. The samples of frits powder were pressed and sintered to form tablets, which were submitted to injection molding at high temperatures (900°C; 1,000 and 1,100°C) with the purpose of obtaining the shaped glass-ceramic piece. In reason of the high temperature used in the injection molding it was not possible to obtain the glass ceramic.

Keywords

pegmatite, feldspar, flotation, frit, leucite.

1 | INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos são utilizados em restaurações dentárias por possuírem características estéticas semelhantes ao dente natural, alta resistência à degradação química na cavidade bucal e, principalmente, por serem biocompatíveis.

Muitas das cerâmicas dentárias são vitrocerâmicas, isto é, possuem uma fase constituída por grãos finos e policristalinos envolvidos por uma matriz vítrea (GORMAN e HILL, 2003). As fases cristalinas numa vitrocerâmica podem ser: apatita, dissilicato de lítio, mica, leucita, entre outros.

As vitrocerâmicas feldspáticas reforçadas com leucita utilizam o feldspato como matéria-prima básica. No Brasil, a principal fonte comercial de feldspato são os pegmatitos que podem ser encontrados na região Borborema-Seridó, localizada nos estados da Paraíba e Rio Grande do Norte.

No mercado brasileiro, atualmente, as vitrocerâmicas para fins odontológicos, utilizam matérias-primas importadas como, por exemplo: *Optimal Pressable Ceramic (OPC)*, *IPS Empress*, entre outras. Além disso, há poucas pesquisas em desenvolvimento sobre materiais cerâmicos para restaurações dentárias que utilizam matéria-prima nacional. Desta forma, são necessárias pesquisas desde a lavra dos minerais básicos, seu beneficiamento/purificação até à produção de cerâmicas odontológicas.

Neste contexto, o presente trabalho teve por finalidade estudar um processo de obtenção de uma vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita, utilizando os feldspatos contidos nos pegmatitos da região Borborema-Seridó.

1.1 | Feldspato

Os feldspatos constituem os grupos de minerais mais abundantes na crosta terrestre (cerca de 60%) e compreendem os silicatos de alumínio combinados com sódio, potássio, cálcio e, eventualmente, bário. Os principais minerais são:

- ortoclásio/microclínio - $(K_2O.Al_2O_3.6SiO_2)$;
- albita - $(Na_2O.Al_2O_3.6SiO_2)$;
- anortita - $(CaO.Al_2O_3.2SiO_2)$.

As características básicas dos feldspatos estão relacionadas a seguir:

- densidade - 2,54 a 2,76;
- cores - branco, cinza, róseo;
- dureza - 6 a 6,5 (escala Mohs);
- sistema de cristalização - monoclinico, triclinico;
- aspecto ótico - translúcido e transparente (menos frequente);
- clivagem - perfeita em duas direções formando ângulos de 90°C ou próximo deste valor.

O aspecto ótico e as cores decorrem da existência de grandes volumes vazios em sua estrutura, o que permite a ocorrência de vários elementos nestes sítios. Como, geralmente, a cor de cada feldspato numa rocha é constante, este é um bom critério para indicação do tipo de mineral existente. Os potássicos (ortoclásios) costumam ser róseos e os cálcicos ou sódicos (plagioclásios) brancos.

1.2 | Pegmatito da Região Borborema-Seridó

A província pegmatítica da região Borborema–Seridó localiza-se nos estados da Paraíba e do Rio Grande do Norte. Cerca de quatrocentos corpos pegmatíticos encontram-se encaixados em micaxistos, quartzitos e gnaisses do Grupo Seridó e, em proporções bem menores, nos gnaisses e migmatitos do complexo gnáissico–migmatítico. Os pegmatitos, na maioria, são mineralizados em tantalita/columbita, berílio, cassiterita, turmalinas, águas-marinhas, espodumênio, micas, feldspatos, quartzo, caulim, entre outros.

No pegmatito localizado no município de Currais Novos (mineração Ubaeira), são encontrados os seguintes minerais: quartzo, feldspatos, micas, berilo, turmalina e, eventualmente, a tantalita, aparentemente sem valor comercial.

O beneficiamento de feldspato geralmente fundamenta-se na flotação e separação magnética para remover os minerais acessórios, tais como a mica, granada, ilmenita e quartzo. No caso de pegmatito e de areia feldspática, o quartzo é aproveitado como co-produto. Em algumas aplicações, a existência de sílica (quartzo) é vantajosa, no entanto em outras requer um feldspato bastante puro.

Os métodos de exploração e lavra até então empregados na região Borborema-Seridó são rudimentares, não há o emprego de técnicas de engenharia de minas. As técnicas de concentração utilizadas são também rudimentares e consistem apenas em uma catação manual na frente de lavra (LUZ *et al.*, 2003).

1.3 | Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita

As porcelanas odontológicas designadas para próteses unitárias metalo-cerâmicas e muitos outros vidros e cerâmicas odontológicas utilizam como matéria-prima o feldspato. Quando o feldspato é misturado com vários óxidos metálicos e submetido ao tratamento térmico a altas temperaturas (1.150°C a 1.530°C), ocorre uma fusão incongruente, processo no qual o material se funde, formando um líquido rico em sílica e um cristal com composição química diferente do líquido.

Nos últimos anos, constatou-se um crescente uso de vitrocerâmica nas restaurações dentárias. A vitrocerâmica é um material constituído por grãos finos e policristalinos encobertos por uma matriz vítrea. A fase cristalina confere ao compósito cerâmico uma melhoria na resistência mecânica, dureza e estabilidade química, quando comparado com a fase vítrea (GORMAM e HILL, 2003).

A vitrocerâmica é obtida mediante controle da cristalização da frita durante o tratamento térmico. Nesta etapa, ocorre a nucleação e o crescimento da fase cristalina na matriz vítrea, que depende da composição química e de um tratamento térmico específico (CATTELL *et al.*, 2005).

As porcelanas constituídas de leucita são utilizadas em restaurações dentárias, com o objetivo de aumentar a resistência mecânica da porcelana e de compatibilizar os coeficientes de expansão térmica (α) da cerâmica com o coeficiente de expansão térmica do substrato metálico, pois os vidros derivados de feldspato possuem baixos coeficientes de expansão térmica, que são incompatíveis com os das ligas metálicas utilizadas como substrato em restaurações metalo-cerâmicas. As vitrocerâmicas constituídas de leucita são bastante versáteis e podem

ser obtidas por vários mecanismos de sinterização, em fornos convencionais ou em fornos com prensagem a quente (CATTELL *et al.*, 2005).

A leucita é um mineral, potássio-alumino-silicato ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$), com elevado coeficiente de expansão térmica. O seu ponto de fusão está em torno de 1.693°C (HASHIMOTO *et al.*, 2005). À temperatura ambiente, a fase predominante da leucita é tetragonal. A mudança de fase passando de cúbica (alta leucita) para tetragonal (baixa leucita), no intervalo de 605-625°C, é acompanhada por uma variação significativa do volume e do coeficiente de expansão térmica ($\alpha = 11 \times 10^{-6}$ a $13 \times 10^{-6} K^{-1}$ para $\alpha = 20 \times 10^{-6}$ a $25 \times 10^{-6} K^{-1}$), que geram uma tensão compressiva tangencial em volta dos cristais responsáveis pela neutralização da força motriz de formação de trincas (CATTELL *et al.*, 2005, TSETSEKOU *et al.*, 2002). A cristalização ou a introdução da expansão elevada da leucita na fase tetragonal na base vítrea é benéfica, pois aumenta o coeficiente de expansão a um ótimo nível, permitindo uma boa interação do mineral com o substrato metálico (CATTELL *et al.*, 2001).

O volume de leucita numa porcelana dentária varia de 17 a 45% de leucita tetragonal na matriz vítrea. As porcelanas que possuem elevadas percentagens de leucita sofrem, com maior frequência, a deflexão de trincas, fenômeno que ocorre quando a trinca muda de direção de propagação ao encontrar um cristal, o que diminui a intensidade de propagação (CESAR *et al.*, 2004).

1.3.1 | Prensagem a Quente

A técnica de prensagem a quente utiliza um forno especial com uma prensa pneumática, na qual o material vítreo é prensado

num molde refratário em elevada temperatura, a vácuo. As vantagens da prensagem a quente, comparada com outros métodos de queima, são: diminuição da porosidade, aumento do módulo de Weibull, aumento da tensão flexural e excelente adaptação.

O sistema utiliza ciclos de processamento pequenos e a técnica de cera perdida, que é uma técnica utilizada para obter um modelo de cera com a forma desejada e este é eliminado durante a sua queima deixando uma cavidade-molde no refratário para ser depois preenchida por metal líquido ou vidro escoante, favorecendo a obtenção de um produto com a forma próxima ao ideal. Este processo é usado rotineiramente nas indústrias cerâmicas e seu uso foi sugerido na produção de porcelanas dentárias, em restaurações metalo-cerâmica e totalmente cerâmica. O sistema *IPS Empress* foi o primeiro a utilizar este processo na produção de cerâmicas que contêm cristais de leucita, seguido pelo sistema *Optimal Pressable Ceramic* (OPC). As condições nas quais é realizado o processo de prensagem a quente dos sistemas mencionados acima constam na Tabela 1 (GORMAN *et al.*, 2000).

Tabela 1. Condições da prensagem a quente para o sistema *IPS Empress* e *Optimal Pressable Ceramic*

Sistema	T ₁ (°C) / Pressão (bar)	t ₁ (min)	t ₂ (min)
IPS Empress	1.180 / 5	20	20
OPC	1.150 / 5	20	15

T₁- Temperatura de queima; t₁ – tempo no patamar; t₂ – tempo de prensagem

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Para obter o concentrado de feldspato há necessidade de um processo que consiste de três etapas:

- (i) preparação da amostra, que consiste na britagem, homogeneização e moagem da amostra;
- (ii) estudos de caracterização tecnológica, que consiste nas determinações das composições químicas e mineralógica da amostra e grau de liberação do feldspato em relação aos seus contaminantes;
- (iii) beneficiamento do minério por meio da flotação e/ou separação magnética.

2.1 | Preparação da Amostra Bruta do Pegmatito da Região Borborema-Seridó

A primeira etapa consistiu na cominuição da amostra, com auxílio do britador de mandíbulas. O produto da britagem foi rebitado em um britador de rolos, operando em circuito fechado com uma peneira de abertura de 2,38 mm. No estágio seguinte, procedeu-se a homogeneização da amostra global em pilha prismática e foram retiradas sub-amostras de 20 kg. Para se realizar os ensaios em laboratório, foi feita nova pilha de homogeneização com sub-amostras de 20 kg, obtendo alíquotas de 1,0 kg.

Os ensaios de moagem foram realizados em moinho de barras de laboratório (300 X 165 mm). Assim, utilizaram-se 10 barras de 20 mm de diâmetro, 1 kg de minério e 1 L de água, variando-se apenas o tempo de moagem.

2.2 | Caracterização da Amostra Bruta do Pegmatito da Região Borborema-Seridó

A caracterização da amostra foi realizada por meio de: análise granulométrica, determinação do espectro de liberação, análise química por fluorescência de raios-X, espectroscopia de absorção atômica, análise mineralógica determinada por difratometria de raios-X e análise petrográfica.

2.3 | Ensaios de Beneficiamento

A Figura 1 ilustra o diagrama em blocos das etapas dos processos utilizados no beneficiamento do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN).

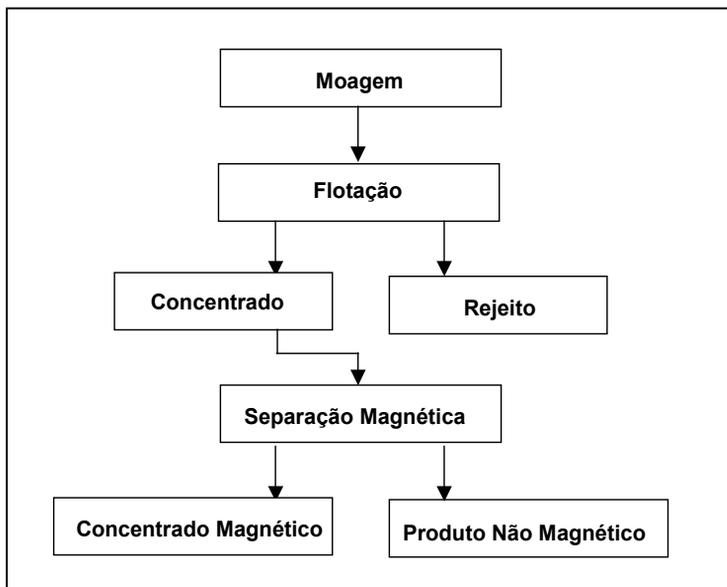


Figura 1. Diagrama em blocos das etapas de beneficiamento do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN)

2.3.1 | Flotação

Os ensaios de flotação foram realizados em uma célula DENVER MOD D12 de laboratório, com uma cuba de 5 L e amostras de 1 kg, previamente moída no moinho de barras.

Optou-se pela flotação reversa do feldspato em relação à muscovita e ao quartzo. O processo foi conduzido em dois estágios: *rougher* e *scavenger*. Assim, o concentrado de feldspato foi a fração não flotada no estágio *scavenger*.

Utilizou-se como coletor o Lilafлот 811 M, uma eteramina, utilizada como coletor de quartzo e muscovita (BRAGA *et. al*, 2005). O pH da polpa utilizado foi controlado com auxílio dos ácidos fluorsilícico (H_2SiF_6) e o sulfúrico (H_2SO_4). Na Tabela 2 estão descritas as condições e o sistema de reagentes em que foram realizados os ensaios da flotação.

2.3.2 | Separação Magnética

Os ensaios de separação magnética foram realizados em um separador magnético a úmido de alta intensidade, modelo *Boxmag Rapid*, com os concentrados de feldspato, obtidos no processo de flotação.

O produto não magnético, o concentrado de feldspato e os rejeitos das etapas *rougher* e *scavenger* foram submetidos à análise química por espectroscopia de absorção atômica para determinar os teores de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , Na_2O e K_2O .

Tabela 2. Condições operacionais e o sistema de reagentes do processo de flotação

			<i>Rougher</i>	<i>Scavenger</i>
pH			3	3
Tempo de cond. do ácido (min)			5	-
Tempo de cond. do coletor (min)			1	1
Tempo de flotação (min)			5	3
Rotação no cond. (rpm)			1400	1400
Rotação durante a flotação (rpm)			1200	1200
% de sólidos no cond.			37	18
% de sólidos na flotação			18	18
Ensaio	Tempo de Moagem (min)	Regulador de pH	Sistema de Reagentes (Lilafлот 811 M)	
			Conc. do Coletor (g/t)	
			<i>Rougher</i>	<i>Scavenger</i>
1	16	H ₂ SiF ₆	400	200
2	16	H ₂ SiF ₆	300	150
3	16	H ₂ SiF ₆	200	100
4	16	H ₂ SiF ₆	100	50
5	16	H ₂ SO ₄	200	100
6	16	H ₂ SO ₄	100	50
7	11	H ₂ SO ₄	200	100
8	21	H ₂ SO ₄	200	100

Cond- Condicionamento, Conc.- concentração, Lilafлот 811 M- eteramina

2.4 | Produção da Frita

A principal matéria-prima utilizada na composição da frita foi o produto não magnético do ensaio 8 de beneficiamento do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN). As composições química do feldspato e da frita estão descritas na Tabela 3.

Tabela 3. Composições química (% em peso) do feldspato e da frita

Composição Química do Feldspato (% em peso)						
Feldspato	SiO ₂ 63	Al ₂ O ₃ 16,95	Na ₂ O 7,54	K ₂ O 3,34	Fe ₂ O ₃ 0,04	Total 90,87
Composição Química Padrão da Frita (Cattell et. al, 2005)						
Componentes		% (em peso)	Componentes		% (em peso)	
SiO ₂		56,1	K ₂ O		11,2	
Al ₂ O ₃		19,9	Na ₂ O		10,5	
CeO ₂		0,7	Total		98,4	

Baseada na composição padrão da frita, além do acréscimo do feldspato foi necessária a adição das seguintes matérias-primas: Al₂O₃, Na₂CO₃, K₂CO₃, bórax e CeO₂. A quantidade de matéria-prima utilizada (% em peso) para obter a frita pode ser observada na Tabela 4.

Tabela 4. Quantidade de matéria-prima (% em peso) utilizada na produção de frita

Matérias-primas	(% em peso)	Matérias-primas	(% em peso)
Feldspato	77,30	K ₂ CO ₃	10,5
Al ₂ O ₃	4,25	bórax	2,40
Na ₂ O	4,95	CeO ₂	0,60

A mistura de pós foi homogeneizada num gral de ágata, vertido num cadinho e levada à mufla, na temperatura de 1.200°C, por 3 h. Após a fusão do material, a mistura foi resfriada bruscamente em um recipiente com água e gelo.

2.5 | Sinterização da Frita

A frita obtida foi cominuída no grau de ágata a uma granulometria inferior a 43 µm, para em seguida ser prensada (15,4 bar), em molde cilíndrico de aço inox com diâmetro de 0,9 mm. As pastilhas obtidas foram submetidas ao processo de sinteriza-

ção nas seguintes temperaturas: 900, 1.000 e 1.100°C, por 1 h, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

2.6 | Obtenção da Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita

As fritas sinterizadas nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C foram prensadas a quente no forno *Ceram Press da NEY*. A temperatura inicial foi de 700°C, taxa de aquecimento de 60°C/min e mantido à temperatura de 1.180°C, por 38 min, nesse patamar a prensagem ocorreu por 18 min, com a pressão de 5 bar.

O pó de frita, de frita sinterizada e da vidrocerâmica foram caracterizadas por meio das seguintes técnicas: análise térmica diferencial e gravimétrica (DTA/TGA), difratometria de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 | Caracterização da Amostra Bruta do Pegmatito da Região Borborema-Seridó

A análise do difratograma de raios-X da amostra bruta (Figura 2) indica a existência dos seguintes minerais: microclínio, albita, muscovita e quartzo.

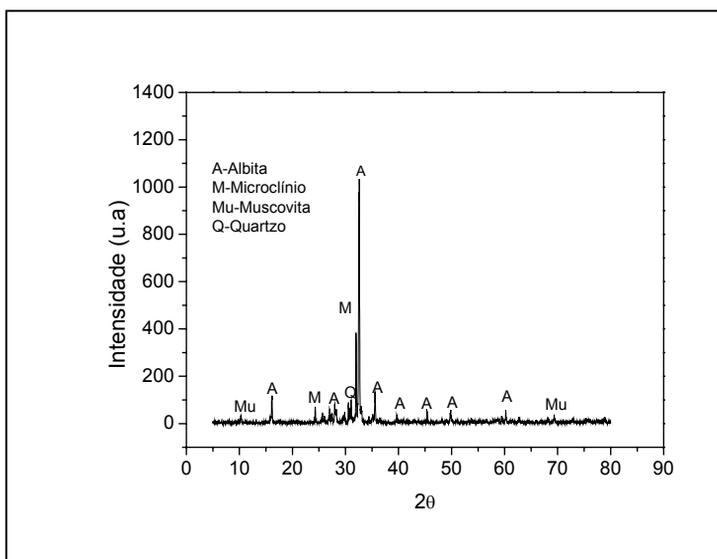


Figura 2. Difratograma de raios-X (radição $\text{Co K}\alpha$) da amostra bruta do pegmatito da região Borborema-Seridó

Com base nos resultados da análise química por fluorescência de raios-X (Tabela 5) e pela difração de raios-X, pode-se concluir que o feldspato é sódico (albita), pois o teor do óxido de sódio é superior ao do óxido potássico. O óxido e/ou hidróxido de ferro deve estar associado à granada. Esta, todavia, não detectada pela análise de difração de raios-X, em decorrência

da sua baixa concentração na amostra. Mesmo assim, a granada foi identificada pela análise petrográfica (Figura 3).

Tabela 5. Composição química da amostra bruta do pegmatito da região Borborema-Seridó (RN)

Componentes	% (em peso)	Componentes	% (em peso)
SiO ₂	69,22	CaO	0,34
TiO ₂	0,02	MgO	0,08
Al ₂ O ₃	18,34	Na ₂ O	8,00
Fe ₂ O ₃	0,1	K ₂ O	3,25
MnO	0,01	P ₂ O ₅	0,34
Perda ao fogo	0,29	-	-

A observação das frações da análise granulométrica no microscópio eletrônico de varredura e na lupa binocular indica que os minerais de quartzo, muscovita e feldspatos encontram-se liberados na granulometria inferior a 417 µm.

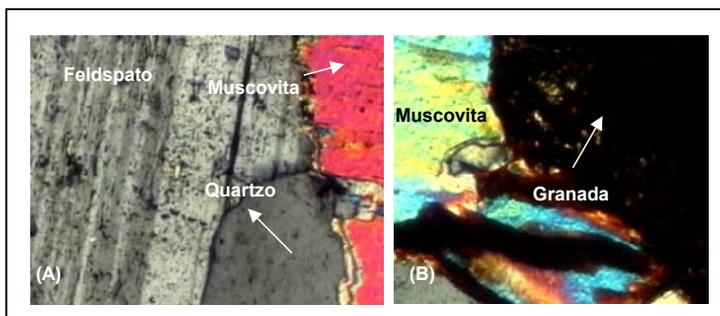


Figura 3. Fotomicrografia com luz polarizada em: (A) os minerais de feldspato, quartzo e muscovita e em (B) os minerais muscovita e granada

3.2 | Ensaios de Beneficiamento

A amostra bruta foi moída em moinho de barras e, em seguida, submetida ao processo de flotação para retirar os minerais de quartzo e muscovita. Este processo consistiu de duas etapas: *rougher* e *scavenger*. O concentrado *scavenger* da flotação foi encaminhado à separação magnética a úmido para remoção dos minerais portadores de ferro, obtendo então a fração não magnética, como concentrado final de feldspato.

Na Tabela 6 observa-se a análise química por absorção atômica da amostra bruta e dos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento.

Tabela 6. Composição química (% em peso) da amostra bruta e dos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento

	Teores (%)				
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Fe ₂ O ₃
Amostra Original	69,22	18,34	8,00	3,25	0,10
Ensaio 1	69,8	16,28	5,26	3,39	0,03
Ensaio 2	71,8	16,33	5,55	3,75	0,02
Ensaio 3	73,4	13,15	4,95	3,28	0,03
Ensaio 4	67,9	12,29	5,05	2,75	0,03
Ensaio 5	66,5	13,86	6,71	2,90	0,05
Ensaio 6	65,7	16,92	6,54	2,79	0,04
Ensaio 7	65,8	16,82	7,80	3,36	0,03
Ensaio 8	63	16,95	7,54	3,34	0,04

Verificou-se que em todos os ensaios de beneficiamento houve a diminuição dos teores de Al, Na e K, isto se deve provavelmente ao arraste de albita e microclínio para o rejeito, indicando que o coletor utilizado não foi muito seletivo a estes minerais.

Nos ensaios de beneficiamento 1, 2, 3 e 4, nos quais foram utilizado o ácido fluorsilícico como regulador de pH, os íons

fluoreto adsorvidos na superfície do feldspato e da muscovita aumentam a carga negativa da superfície destes minerais, facilitando a adsorção do coletor catiônico, aumentando a concentração destes minerais nos rejeitos *rougher* e *scavenger*, por este motivo que nesses ensaios, não foi observada a existência de muscovita, porém elevou-se a concentração de quartzo no produto não magnético. Esse fato foi corroborado pela análise química dos ensaios de 1 a 3 (Tabela 6), na qual pode-se observar o aumento do teor de SiO_2 nos concentrados de feldspatos.

A Figura 4 ilustra a influência da concentração do coletor sobre as recuperações mássica e metalúrgica e sobre os teores dos componentes Na_2O , K_2O e Fe_2O_3 nos concentrados *rougher*, *scavenger* e nos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento de 1 a 4.

Os melhores resultados foram obtidos no ensaio 4 na qual a recuperação dos álcalis ($\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$) foi superior a 80% e a recuperação mássica do produto não magnético em torno de 86%, embora os melhores teores de álcalis foram obtidos no ensaio 3. O segundo melhor resultado foi obtido no ensaio 3, no qual a recuperação de álcalis ($\text{K}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O}$) foi de aproximadamente 80% e recuperação mássica na ordem de 65%.

A menor recuperação metalúrgica de Fe_2O_3 no produto não magnético e os melhores teores de álcalis ($\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$) foram obtidos no ensaio 2. Desse modo, escolheram-se as concentrações dos ensaios 3 e 4 para realizações dos ensaios de beneficiamento 5 e 6, porém modificou-se o regulador de pH.

Nos ensaios de beneficiamento 5 e 6, foi utilizado o ácido sulfúrico como regulador de pH. A análise química destes ensaios (Tabela 6) indica que houve uma diminuição no teor de SiO_2 .

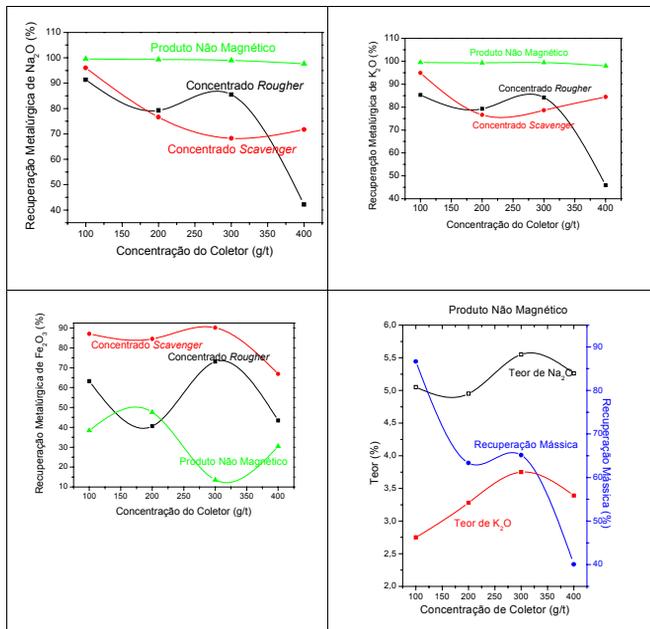


Figura 4. Influência da concentração do coletor sobre o teor, as recuperações metalúrgica e mássica nos concentrados *rougher*, *scavenger* e nos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 1, 2, 3 e 4

Na Figura 5, consta a influência da concentração do coletor sobre as recuperações mássica e metalúrgica e sobre os teores dos componentes Na₂O, K₂O e Fe₂O₃ nos concentrados *rougher* e *scavenger* e nos produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 5 e 6, que utilizaram como regulador de pH o ácido sulfúrico.

O ensaio 6 obteve os melhores resultados na recuperação mássica do produto não magnético. A recuperação metalúrgica dos álcalis foi superior a 90%. Observou-se também menor

recuperação metalúrgica de Fe_2O_3 no produto não magnético (aproximadamente a 45%).

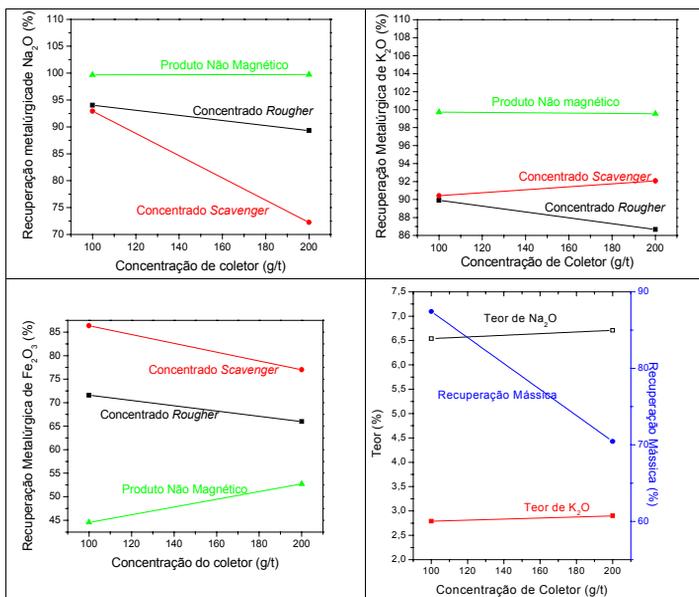


Figura 5. Influência da concentração do coletor sobre o teor, as recuperações metalúrgica e mássica nos concentrados *rougher*, *scavenger* e produtos não magnéticos dos ensaios de beneficiamento 5 e 6

Como a finalidade era obter o concentrado de feldspato para ser utilizado na produção de uma cerâmica odontológica com a seguinte composição química (% em peso): 56,1 de SiO_2 , 20 de Al_2O_3 , 10,1 de Na_2O , 11,2 de K_2O e 0,7 de CeO_2 , verificou-se, por meio dos cálculos estequiométricos, que a quantidade de matéria-prima a ser acrescentada como: Al_2O_3 , Na_2CO_3 e K_2CO_3 era maior, quanto maior o teor de SiO_2 no produto não magnético. Dentro deste contexto, foram realizados os ensaios 7 e 8, com a finalidade de obter um menor teor de sílica.

O menor teor de SiO_2 foi obtido no ensaio 8. Esse fato foi corroborado pela análise química do concentrado não magnético (Tabela 6).

Tabela 7. Quantidade de matéria-prima (g) para a produção de 20 g de frita

Produto Não Magnético	Feldspato (g)	Al_2O_3 (g)	Na_2CO_3 (g)	K_2CO_3 (g)	CeO (g)	Bórax (g)
Ensaio 1	14,21	1,22	1,76	2,20	0,12	0,48
Ensaio 2	14,11	1,31	1,77	2,19	0,13	0,49
Ensaio 3	13,49	1,76	1,89	2,25	0,12	0,48
Ensaio 4	13,88	1,65	1,69	2,20	0,12	0,46
Ensaio 5	14,49	1,43	1,29	2,21	0,12	0,47
Ensaio 6	14,86	0,97	1,33	2,25	0,12	0,48
Ensaio 7	15,17	1,01	1,04	2,18	0,12	0,49
Ensaio 8	15,46	0,85	0,99	2,10	0,12	0,48

3.3 | Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita

3.3.1 | Caracterização da Frita

A avaliação dos difratograma de raios-X (Figura 6) indica que a frita é vítrea, com um perfil difratométrico caracterizado por halo centrado em torno de $2\theta = 33^\circ$, característico da formação de materiais vítreos.

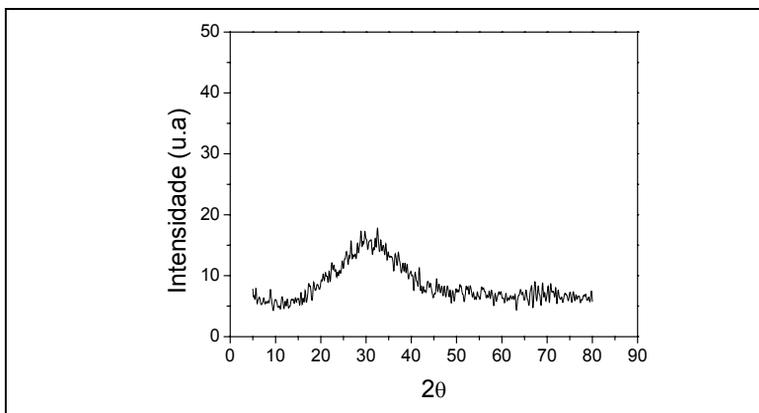


Figura 6. Difratograma de raios-X (radiação Co K α) da frita

Na Figura 7, observam-se dois picos endotérmicos nas temperaturas de 90 e 920°C e um pico exotérmico na temperatura de 740°C.

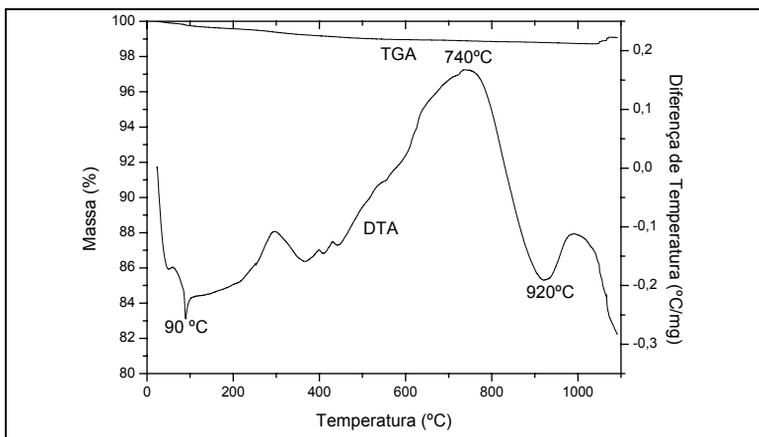


Figura 7. Representação gráfica dos resultados da análise térmica e diferencial (DTA/TGA) da frita

O pico endotérmico correspondente à temperatura de 90°C está relacionado à perda de água livre (umidade), em decorrência do resultado do ensaio termogravimétrico (TGA), que evidencia uma perda de massa no intervalo de temperatura de 0 a 300°C. O outro pico endotérmico (920°C) está relacionado à dissolução de leucita na matriz vítrea (ARAÚJO, 1998 e GUPTA *et al.*, 2003). O pico exotérmico (740°C) está relacionado à cristalização de leucita.

3.3.2 | Sinterização da Frita

A análise do difratograma de raios-X da frita sinterizada nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.110°C (Figura 8) indicou a ocorrência dos cristais de leucita. O pico de leucita foi mais intenso na temperatura de sinterização de 900°C, o que é um indício de que nesta temperatura de sinterização, houve uma maior concentração dos cristais de leucita na matriz vítrea.

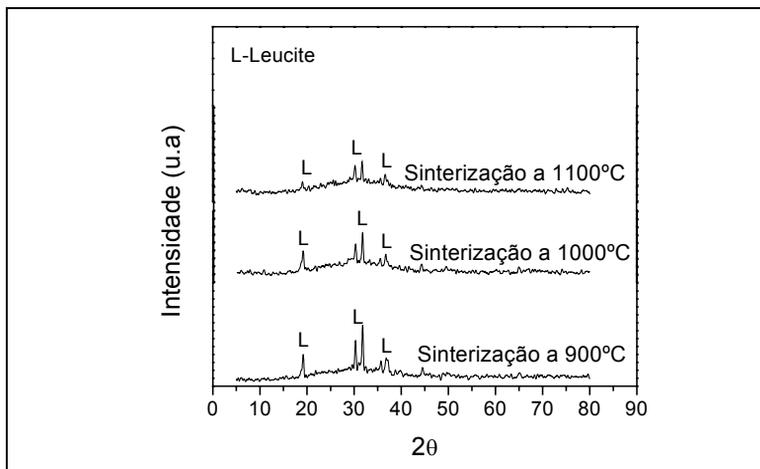


Figura 8. Difratograma de raios-X (radiação Co K α) da frita sinterizada a 900, 1.000 e 1.100°C

Na Figura 9, pode-se observar as micrografias de microscopia eletrônica de varredura da frita sinterizada a 900, 1.000 e 1.100°C.

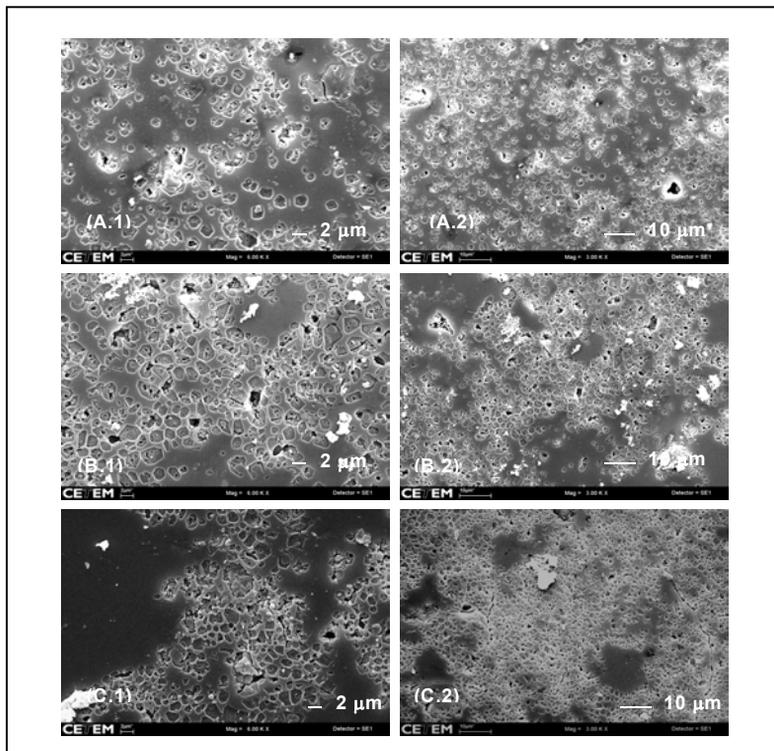


Figura 9. Imagem da microscopia eletrônica de varredura (MEV), com elétron secundário, da frita em (A.1) e (A.2) sinterizada a 900°C, em (B.1) e (B.2) sinterizada a 1.000°C e em (C.1) e (C.2) sinterizada a 1.100°C

A análise de MEV da frita sinterizada (Figura 9) indica que o tamanho dos cristais de leucita situam-se entre 2 a 3 μm e distinguem-se pela sua geometria relativamente esférica em todas

as temperaturas de sinterização (900, 1.000 e 1.100°C). Porém, na temperatura de sinterização de 900°C, o material possui uma distribuição homogênea dos cristais de leucita na matriz vítrea e não há microtrincas ao redor dos cristais e nem na matriz vítrea.

Nas temperaturas de sinterização de 1.000 e 1.100°C, formaram-se aglomerados de cristais de leucita, pequenas áreas da matriz vítrea com ausência de cristais, o que favoreceu a formação de microtrincas. Tais características foram mais intensas na pastilha que foi sinterizada na temperatura de 1.100°C.

Segundo Cattell *et al.* (2001), as microtrincas estão associadas aos grandes cristais de leucita ($5,5 \pm 9,7 \mu\text{m}^2$) e à existência de aglomerados, enquanto as fraturas na matriz vítrea são causadas pela ausência de uma distribuição uniforme dos cristais de leucita, o que contribui para a diminuição da resistência flexural da cerâmica. Para melhorar as propriedades mecânicas, é necessário obter pequenos cristais de leucita (1 μm) distribuídos homogeneamente na matriz vítrea. Estes cristais diminuem a quantidade de microtrincas e a suscetibilidade da matriz vítrea ser fraturada.

3.3.3 | Caracterização das Vitrocerâmicas Feldspáticas Reforçadas com Leucita

Os difratogramas de raios-X da frita sinterizada nas temperaturas de 900, 1.000 e 1.100°C e prensada a quente (Figura 10) indicam ausência dos cristais de leucita, característica de formação de material vítreo. Portanto, não foi obtido a vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita. A ausência destes cristais após o processo de prensagem a quente podem ser atri-

buídas à elevada temperatura (1.180°C) utilizada na prensagem a quente, o que forneceu energias térmica e mecânica necessárias à dissolução dos cristais na matriz vítrea, devido à diminuição da energia interfacial, pois partículas maiores crescem a custa de partículas menores (CATTELL *et al.*, 2005).

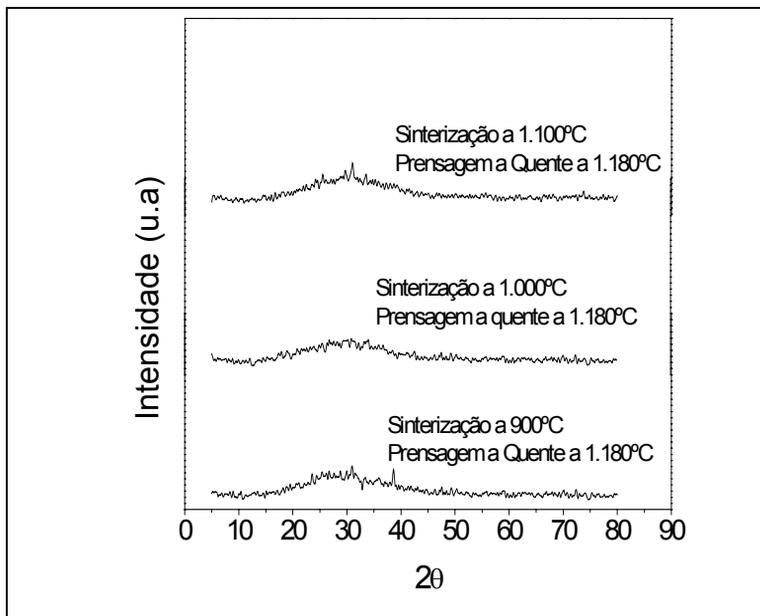


Figura 10. Difratograma de difração (radiação Co K α) de raios-X do processo de prensagem a quente

4 | CONCLUSÕES

4.1 | Beneficiamento do pegmatito da Região Borborema-Serido (RN)

Os minerais constituintes na amostra bruta oriunda do pegmatito da região Borborema-Seridó são: quartzo, albita, microclínio, muscovita. Estes minerais encontram-se liberados na granulometria inferior a 417 μm .

No processo de flotação, no qual utilizou o coletor Lilafлот 811 M (eteramina), é aconselhável utilizar como regulador de pH o ácido sulfúrico para que os minerais de quartzo e muscovita sejam coletados e, conseqüentemente, aumentar a concentração de feldspato no produto não magnético.

No presente estudo, a eteramina (Lilafлот 811 M) deve ter flotado o feldspato, o que justifica a ocorrência de uma quantidade significativa desse mineral nos rejeitos *rougher* e *scavenger*. Tal fato pode explicar a diminuição do teor de álcalis no concentrado de feldspato (produto não magnético), comparado com o teor de álcalis da amostra bruta, por este motivo sugere-se que seja realizado um estudo mais detalhado do assunto, realizando o processo de flotação com outros sistemas de reagentes.

As condições utilizadas no ensaio 8 (tempo de moagem 21 mim, regulador de pH: ácido sulfúrico e dosagem do coletor: 200 e 100 g/t, nas etapas *rougher* e *scavenger*, respectivamente) de beneficiamento proporcionaram a obtenção de um concentrado de feldspato adequado à produção da vitrocerâmica feldspática reforçada com leucita.

4.2 | Vitrocerâmica Feldspática Reforçada com Leucita

As condições utilizadas no processo de obtenção da vitrocerâmica reforçada com leucita, não foram adequadas, provavelmente pela elevada temperatura (1.180°C) utilizada no processo de prensagem a quente que favoreceu à dissolução dos cristais de leucita na matriz vítrea. Esta evidência foi corroborada pelo difratograma de raios-X do produto da prensagem a quente das fritas sinterizadas a 900 , 1.000 e 1.100°C , ou seja, da vitrocerâmica, indicando a ausência do pico relacionado à estrutura cristalina da leucita, sugerindo que o material obtido tem características vítreas e não de uma vitrocerâmica que é caracterizada pela existência de cristais (leucita) distribuídos na matriz vítrea.

BIBLIOGRAFIA

- ARAÚJO, E. B., 1998, "Estudando Vidros por Meio de Análise Térmica Diferencial", *Revista Brasileira de Ensino de Física*, v.20, n.3, dezembro.
- BRAGA, P. F. A., SAMPAIO, J. A., MARQUES, S., 2005, *Estudos de Flotação em Escala de Laboratório com Amostras de Quartzitos*, CETEM, RT 2005-029-00.
- CATTELL, M. J., CHADWICK, T. C., KNOWLES, J. C. and CLARKE, R. L., 2005, "The Crystallization of an Aluminosilicate Glass in the $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$ System", *Dental Materials*, v.21, pp.811-822.
- CATTELL, M.J., CHADWICK, T.C., KNOWLES, J.C., CLARKE, R.L. and LYNCH, E., 2001, "Flexural Strength Optimisation of Leucite Reinforced Glass Ceramic", *Dental Materials*, V.17, pp.21-33.
- CATTELL, M.J., CHADWICK, T.C., KNOWLES, J.C., CLARKE, R.L., SAMARAWIKRAMA, D.Y.D., 2005, "The Nucleation and Crystallization of Fine Grained Leucite Glass-Ceramic for Dental Applications", *Dental Materials*, v.22, pp.925-933.
- CESAR, P. F., YOSHIMURA, H. N., MIRANDA JR., W. G. and OKADA, C. Y., 2004, "Correlation Between Fracture Toughness and Leucite Content in Dental Porcelains", *Journal of Dentistry*, v. 33, pp. 721-729 .
- GORMAN, C. M. and HILL, R. G., 2003, "Hot-Pressed Ionomer Glass-Ceramics. Part I: An Investigation of Flow and Microstructure", *Dental Material*, V.19, pp. 320-326.
- GORMAN, C.M., MCDEVITT, W.E. and HILL, R.G., 2000, "Comparison of Two Heat-Pressed All-Ceramic Dental Materials", *Dental Materials*, v.16, pp.389-395.
- GUPTA, P.K., BARANTA, G., DENRY, I.L, 2003, "DTA Peak Shift Studies of Primary Crystallization in Glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids*, v.317, pp.254-269.

- HASHIMOTO, S., YAMAGUCHI, A., FUKUDA, K. and ZHANG, S., 2005, "Low-Temperature synthesis of Leucite Crystals Using Kaolin", *Materials Research Bulletin*, v. 40, pp. 1577-1583.
- LOND, J.L., FARLEY, D.W. and NORLING, B.K., 2000, "Quantification of Leucite Concentration Using X-Ray Diffraction", *Dental Materials*, v. 16, pp. 20-25.
- LUZ, A.B., LINS, F. A. F., PIQUET, B., COSTA, M. J., COELHO, J. M., 2003, "Pegmatitos do Nordeste: Diagnóstico sobre o Aproveitamento Racional e Integrado", V. 9, *Série Rochas e Minerais Industriais*, CETEM/MCT, pp.7 –97.
- MARCKERT JR, J.R., WILLIAMS, A.L., ERGLE, J.W. and RUSSELL, C.M., 2000, "Water-Enhanced Crystallization of Leucite in Dental Porcelain", *Dental Materials*, v. 16, pp.426-431.
- TSETSEKOU, A., PAPADOPOULOS, T., ADAMOPOULOS, 2002, "Microstructure Effect on the Properties of a Commercial Low-Fusing Dental Porcelain", *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, v. 13, pp. 107-416.

SÉRIES CETEM

As Séries Monográficas do CETEM são o principal material de divulgação da produção científica realizada no Centro. Até o final do ano de 2007, já foram publicados, eletronicamente e/ou impressos em papel, cerca de 200 títulos, distribuídos entre as seis séries atualmente em circulação: Rochas e Minerais Industriais (SRMI), Tecnologia Mineral (STM), Tecnologia Ambiental (STA), Estudos e Documentos (SED), Gestão e Planejamento Ambiental (SGPA) e Inovação e Qualidade (SIQ). A Série Iniciação Científica consiste numa publicação eletrônica anual.

A lista das publicações poderá ser consultada em nossa homepage. As obras estão disponíveis em texto completo para download. Visite-nos em <http://www.cetem.gov.br/series>.

Últimos números da Série Rochas e Minerais Industriais

SRMI-12 – Pigmentos Inorgânicos: Propriedades, Métodos de Síntese e Aplicações. Rui de Goes Casqueira e Shirley Fontes Santos, 2008.

SRMI-11 – Reologia Aplicada ao Transporte de Polpas Mineraias em Dutos. Christine Rabello Nascimento, 2008.

SRMI-10 – Estudo de Alterabilidade de Rochas Silicáticas para Aplicação Ornamental. Roberto Carlos da Conceição Ribeiro, Julio César Guedes Correia, Juliana Maceira Moraes e Adriano Caranassios, 2008.

SRMI-09 – Pegmatitos do Nordeste: Diagnóstico sobre o Aproveitamento Racional e Integrado. Adão Benvindo da Luz, Fernando A. Freitas Lins, Bernardo Piquet, Mário Jorge Costa e José Mário Coelho, 2003.

SRMI-08 – Técnicas Alternativas para a Modificação do Caulim. Marisa Bezerra Mello Monte, Paulo Renato Perdigão de Paiva e Flávia Elias Trigueiro, 2003.

INFORMAÇÕES GERAIS

CETEM – Centro de Tecnologia Mineral

Avenida Pedro Calmon, 900 – Cidade Universitária

21941-908 – Rio de Janeiro – RJ

Geral: (21) 3867-7222 - Biblioteca: (21) 3865-7218 ou 3865-7233

Telefax: (21) 2260-2837

E-mail: biblioteca@cetem.gov.br

Homepage: <http://www.cetem.gov.br>

NOVAS PUBLICAÇÕES

Se você se interessar por um número maior de exemplares ou outro título de uma das nossas publicações, entre em contato com a nossa biblioteca no endereço acima.

Solicita-se permuta.

We ask for interchange.