

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS UNIDADE ARAXÁ ENGENHARIA DE MINAS

GABRIEL SAMPAIO DA SILVA

CARACTERIZAÇÃO DE AMOSTRA DE PEGMATITO LITINÍFERO PARA ESTUDOS FUNDAMENTAIS

ARAXÁ-MG 2023

GABRIEL SAMPAIO DA SILVA

CARACTERIZAÇÃO DE AMOSTRA DE PEGMATITO LITINÍFERO PARA ESTUDOS FUNDAMENTAIS

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais -Unidade Araxá, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Minas.

Orientador: Dr. Fábio de São José

ARAXÁ-MG 2023

GABRIEL SAMPAIO DA SILVA

CARACTERIZAÇÃO DE AMOSTRA DE PEGMATITO LITINÍFERO PARA ESTUDOS FUNDAMENTAIS

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais -Unidade Araxá, como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Minas.

Araxá, 06 de dezembro de 2023.

Sálio de 150 gosé

Presidente e Orientador(a): Prof. Dr. Fábio de São José Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - Unidade Araxá

Membro Titular: Francisco de Castro Valente Neto Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - Unidade Araxá

ima Pinn

Membro/Titular: Kełly de Souza Pires Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - Unidade Araxá

Dedico este trabalho

Aos meus pais, Geraldo e Beatriz, por todo apoio e dedicação, e pelos árduos dias de trabalho para eu realizar esse sonho. Aos meus irmãos, Breno e Luis Arthur, por todo esforço realizado durante a minha ausência. Vocês foram a minha base e fazem parte dessa minha conquista.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente quero agradecer a Deus por ser minha base e oferecer sabedoria em cada passo durante a minha a vida. Agradeço por toda a força concedida para correr atrás dos meus sonhos e nunca desistir.

A minha família, por todo amor e incentivo, aos meus pais, Geraldo e Beatriz, por estarem sempre ao meu lado me apoiando, se esforçando ao máximo para eu realizar o meu sonho e por serem meus maiores exemplos. Aos meus irmãos, Breno e Luis Arthur, por todo esforço realizado durante a minha ausência.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Fábio de São José, por toda atenção, orientação e disponibilidade. Sou grato pelas contribuições e aprendizados compartilhados durante a minha trajetória acadêmica, e pela confiança e por me guiar na realização desse trabalho.

Aos professores, por toda orientação e aprendizado repassado durante os anos de faculdade. Essa proximidade entre aluno e professor é o principal diferencial para a formação de excelentes engenheiros de minas.

Aos meus amigos de Belo Horizonte, Ivan, Paulo e Gabriela, que sempre me apoiaram e permaneceram ao meu lado durante essa jornada. Vocês foram um dos meus pilares para finaliza esse desafio.

Aos meus colegas de faculdade, por todo companheirismo durante os anos de aprendizado, em especial à minha grande amiga Marynara, por toda força e companheirismo nos momentos difíceis, além da sua amizade.

Por isso não temas, porque estou contigo; não te assustes, porque sou o teu Deus; Eu te fortaleço, ajudo e sustento com a mão direita da minha justiça. ISAÍAS 41:10

RESUMO

A crescente demanda pelo desenvolvimento de energias limpas fez com que alguns metais se tornassem essenciais para esse desafio, sendo o lítio fundamental para a produção de componentes de baterias e o desenvolvimento de veículos elétricos, pois as baterias de lítio são capazes de armazenar uma quantidade maior de energia, utilizando uma quantidade menor de metal. Uma alternativa como fonte de lítio são os pegmatitos, que são rochas ígneas formadas a partir da cristalização de líguidos pósmagmáticos de forma lenta. Os pegmatitos litiníferos estão localizados em Minas Gerais e na região nordeste do Brasil, e elas são compostas por quartzo, feldspato, mica e espodumênio, além de elementos acessórios, como berílio, tântalo, estanho e césio. Visando otimizar o processo de beneficiamento do espodumênio, a caracterização realizada por meio de análises da sua composição química e física das partículas permite avaliar uma nova rota de beneficiamento ou otimizar o processo existente. Em vista disso, esse trabalho visa determinar as propriedades físicas da amostra, como massa específica e análise granulométrica, além da realizar a análise química e mineralógica de uma amostra específica de pegmatitos litiníferos da região de Araçuaí, Minas Gerais, para ensaios tecnológicos futuros. Desse modo, realizouse a preparação da amostra, por meio da fragmentação manual, homogeneização, picnometria, moagem e peneiramento a úmido, além de estudar algumas características por meio da microscopia óptica e obter a composição mineralógica e química através da difração de raios X e da fluorescência de raios X, respectivamente. A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que a amostra era pura, já que os resultados da difração de raios X indicam que 94,9% da amostra é espodumênio e 5.1% é quartzo. Esses valores validaram o resultado da picnometria, pois a densidade média foi igual a 3,12 g/cm³. Por fim, realizou-se a fluorescência de raios X para determinar a composição química da amostra. No entanto, o lítio não foi detectado em nenhum resultado da fluorescência de raios X, pois essa técnica é utilizada para detectar elementos com um número atômico maior que 11, enquanto o lítio possui um número atômico igual a 3. Para determinar quantidade de lítio, pode-se utilizar a técnica conhecida como espectroscopia de absorção atômica.

Palavras-chave: pegmatito; espodumênio; lítio; caracterização tecnológica;

ABSTRACT

The growing demand for the development of clean energy has made some metals become essential to this challenge, and lithium is essential for the production of battery components and the development of electric vehicles, because lithium batteries are able to store a greater amount of energy using a smaller amount of metal. An alternative source of lithium are pegmatites, which are igneous rocks formed from the slow crystallization of post-magmatic liquids. The litiniferous pegmatites are located in Minas Gerais and in the northeast Brazil, and they are composed of guartz, feldspate, mica and spodumene, in addition to accessory elements such as beryllium, tantalum, tin and cesium. In order to optimize the processing process of spodumene, the characterization performed by analysis of its chemical and physical composition of the particles allows to evaluate a new processing route or optimize the existing process. In view of this, this study aims to determine the physical properties of the sample, such as specific mass and paticle size analysis, and perform the chemical and mineralogical analysis of a specific sample of pegmatites litiniferous aracuai region, minas gerais, for future technological tests. Thus, there was the preparation of the sample by means of manual fragmentation, homogenization, pycnometry, grinding and wet sieving, in addition to studying algumas characteristics by optical microscopy and obtain the mineralogical and chemical composition by X-ray diffraction and X-ray fluorescence, respectively. From the results obtained, it was concluded that the sample was pure, since the results of X-ray diffraction indicate that 94.9% of the sample is spodumene and 5.1% is guartz. These values validated the result of the pycnometry, because the mean density was iqual to 3.12 g/cm³. Finally, X-ray fluorescence was performed to determine the chemical composition of the sample. However, lithium was not detected in any result of X-ray fluorescence, because this technique is used to detect elements with an atomic number greater than 11, while lithium has an atomic number equal to 3. To determine the amount of lithium, one can use the technique known as atomic absorption spectroscopy

Keywords: pegmatite; spodumene; lithium; technological characterization

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Pegmatitos	17
Figura 2 – Perfil esquemático transversal de um típico dique ou veio de pegr	natito (P)
cortando gnaisse (G). A presença do dique é da ordem de alguns metros	18
Figura 3 – Tipos e subtipos de pegmatitos graníticos relacionados às família	as LCT e
NYF	19
Figura 4 – Mineral espodumênio	19
Figura 5 – Maiores reservas de lítio em 2019	21
Figura 6 – Maiores produções de lítio	21
Figura 7 – Moinho Cilíndrico	24
Figura 8 – Regimes de operação do moinho	24
Figura 9 – Exemplo para cálculo do grau de liberação	25
Figura 10 – Esquema representativo da lei de Bragg	27
Figura 11 – Amostra utilizada na alimentação do britador	28
Figura 12 – Material contaminante da amostra	29
Figura 13 – Amostra inicial	29
Figura 14 – Amostra fragmentada utilizando martelo	30
Figura 15 – Barra metálica e carcaça do moinho de jarro de metal	30
Figura 16 – Imã de neodímio de 10.000 Gauss	31
Figura 17 – Pilha alongada homogeneizada	32
Figura 18 – Pilha alongada final	32
Figura 19 – Conjunto picnômetro com amostra e água	33
Figura 20 – Lupa binocular	34
Figura 21 – Moinho com carga moedora e água	35
Figura 22 – Peneirador suspenso	38
Figura 23 – Série de peneiras utilizadas no peneiramento a úmido	38
Figura 24 – Homogeneização por pilha cônica	39
Figura 25 – Moinho de panela	40
Figura 26 – Shimadzu <i>XRD</i> -7000	41
Figura 27 – Modelo Axios, fabricante Panalytical	41
Figura 28 – Espodumênio observado na lupa binocular	43
Figura 29 – Curva granulométrica	46

Figura 30 – Difratograma de raios X da amostra de espodumênio	47
Figura 31 – Gráfico com o resultado do difratograma de raios X	47

LISTA DE QUADROS E TABELAS

Quadro 1 – As quatros classes de pegmatitos graníticos	18
Tabela 1 – Principais minerais portadores de lítio	22
Tabela 2 – Consumo de energia da Erie Mining Co há mais de 13 anos	22
Tabela 3 – Parâmetros da moagem	
Tabela 4 – Fases da cominuição	
Tabela 5 – Relação de massas e testes	40
Tabela 6 – Perda durante o processo de fragmentação	42
Tabela 7 – Densidade real dos sólidos	43
Tabela 8 – Análise granulométrica da amostra inicial	44
Tabela 9 – Perda de material no peneiramento a seco	44
Tabela 10 – Análise granulométrica do produto da primeira moagem	45
Tabela 11 – Fluorescência de raios X (CBMM)	48

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- DRX Difração de raios X
- FRX Fluorescência de raios X
- RR Relação de redução
- PF Perda de fogo

CEFET-MG Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais

CBMM Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração

LISTA DE SÍMBOLOS

- % Porcentagem
- g Grama
- cm³ Centímetro cúbico
- kWh Quilowatt-hora
- t Tonelada
- " Polegada
- # Mesh
- mm Milímetro
- cm Centímetro
- ml Mililitro
- m Metro
- rpm Rotações por minuto
- µm Micrômetro
- ° Grau

SUMÁRIO

1	INTR	ODUÇÃO	15
2	REFE	ERENCIAL TEÓRICO	17
	2.1	Pegmatitos	17
	2.2	Espodumênio	19
	2.3	Reserva e Produção de Lítio	20
	2.4	Cominuição	22
	2.4	1 MOAGEM	23
	2.5	Microscopia Óptica	25
	2.6	Difração de Raios X	26
	2.7	Fluorescência de Raios X	27
3	MET	ODOLOGIA	28
	3.1	Fragmentação Manual	28
	3.2	Homogeneização	31
	3.3	Picnometria	32
	3.4	Microscopia Óptica	34
	3.5	Moagem	34
	3.6	Peneiramento	37
	3.7	Preparação das Amostras para Análises	39
	3.7	1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	40
	3.7	2 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X	41
4	RESI	JLTADOS E DISCUSSÕES	42
	4.1	Fragmentação Manual	42
	4.2	Picnometria	42
	4.3	Microscopia Óptica	43
	4.4	Análise Granulométrica	44
	4.5	Difração de Raios X	46
	4.6	Fluorescência de Raios X	48
5	CON	CLUSÕES	49
RI	EFER	ÊNCIAS	50

1 INTRODUÇÃO

O lítio é um elemento químico versátil que pode ser utilizado em diversas aplicações industrias e médicas. Um dos usos mais proeminentes do lítio é em baterias recarregáveis, mas ele pode ser incorporado em ligas metálicas, utilizado em na produção de graxas lubrificantes, cerâmica e vidro. Além disso, o lítio pode ser utilizado em tratamentos de transtorno de humor (MOREIRA, 2023).

Devido à crescente demanda pelo desenvolvimento de energias limpas, alguns metais se tornaram essenciais para esse desafio, sendo o lítio fundamental para a produção de componentes de baterias e o desenvolvimento de veículos elétricos, pois as baterias de lítio são capazes de armazenar uma quantidade maior de energia, utilizando uma quantidade menor de metal. De acordo com a Agência Internacional de Energia (2021), até 2040 a demanda por lítio irá crescer mais de 40 vezes no cenário de desenvolvimento sustentável. Algumas montadoras como Renault, Nissan, Volvo e Volkswagen, irão aumentar parcialmente ou totalmente, a produção de veículos elétricos até meados de 2030 (MIRAGAYA, 2021).

Uma alternativa como fonte de lítio são os pegmatitos, que são rochas ígneas formadas a partir da cristalização de líquidos pós-magmáticos de forma lenta, permitindo a formação de cristais grandes e bem definidos, gerando corpos tabulares de grandes dimensões. Os pegmatitos também podem ser definidos como rochas holocristalinas com uma granulometria grosseira, além de conter os minerais encontrados em rochas ígneas comuns como principais minerais, mas com extremas variações quanto ao tamanho dos grãos (JAHNS, 1955 *apud* PALUDO, 2018).

No Brasil, as principais reservas de lítio são provenientes de pegmatitos litiníferos localizadas em Minas Gerais e na região nordeste do Brasil, sendo que, essas rochas são compostas por quartzo, feldspato e mica, além de elementos acessórios, como lítio, berílio, tântalo, estanho e césio. O lítio está presente em vários minerais, mas apenas o espodumênio, a petalita, a lepidolita, a ambligonita e a montebrasita são utilizados como fontes comerciais (BRAGA e SAMPAIO, 2008).

Visando otimizar o processo de beneficiamento do espodumênio, conhecer as propriedades físicas e químicas do mesmo é de extrema importância. A caracterização realizada por meio de análises da sua composição química e física das partículas, permite avaliar uma nova rota de beneficiamento ou otimizar o processo existente, para a produção de lítio.

Nesse contexto, o objetivo do presente trabalho foi realizar a caracterização química e mineralógica de uma amostra específica de pegmatitos litiníferos da região de Araçuaí, Minas Gerais, para ensaios tecnológicos futuros. De forma mais específica, foi determinado algumas propriedades físicas da amostra, como massa específica e análise granulométrica, além de realizar análise química e mineralógica do material.

Diante disso, esse trabalho foi divido em cinco capítulos, sendo o primeiro capítulo constituído por uma introdução e os objetivos. No segundo capítulo, apresentou-se informações referentes ao tema, como definições do pegmatito, características do espodumênio, além dos dados de produção e reserva de lítio. No terceiro capítulo, descreveu-se todos os procedimentos realizados, sendo que os resultados obtidos foram discutidos no quarto capítulo. Por fim, as conclusões do trabalho estão apresentadas no quinto capitulo.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Nesse tópico será abordado os seguintes temas: pegmatitos, espodumênio, reserva e produção de lítio, moagem, microscopia óptica, difração de raios X e fluorescência de raios X.

2.1 Pegmatitos

Os pegmatitos são rochas ígneas formadas pela cristalização lenta de líquidos pós-magmáticos, permitindo a formação de cristais grandes e bem definidos, resultando corpos tabulares de grandes dimensões. Os pegmatitos também podem ser definidos como rochas holocristalinas de granulometria grosseira, contendo como principais minerais, os minerais encontrados em rochas ígneas comuns, mas com tamanhos de grão amplamente variados (JAHNS, 1955 *apud* PALUDO, 2018).

London (2008 *apud* SALES, SANTOS e VIEIRA, 2015) define os pegmatitos como

rochas ígneas de composição granítica, as quais se distinguem de outras rochas magmáticas por sua granulação extremamente grossa ou por abundância de cristais exibindo textura gráfica ou com hábitos de intercrescimento fortemente direcionais, além de possuir zoneamentos minerais bem definidos.

De acordo com a definição de London, os pegmatitos possuem uma granulometria extremamente grossa, como pode ser visto na Figura 1, além de ter um intercrescimento fortemente direcional, como mostrado na Figura 2.



Figura 1 – Pegmatitos.

Fonte: GEOSCAN (2021).

Figura 2 – Perfil esquemático transversal de um típico dique ou veio de pegmatito (P) cortando gnaisse (G). A presença do dique é da ordem de alguns metros.



Fonte: GEOSCAN (2021).

Ginsburg *et al.* (1979 *apud* PALUDO, 2018) classificaou os pegmatitos em quatro classes geológicas, sendo elas, abissal, muscovita, elementos raros e miarolítica. Entretanto, Cerný (1991 *apud* PALUDO, 2018), revisou a classificação, conforme Quadro 1, sendo a classificação amplamente aceita, além de ser de uso geral atualmente. Como pode ser visto, os pegmatitos da classe muscovita e da classe elementos raros (família LCT), são os únicos que possuem Li, em sua composição.

Classe	Família	Elementos menores (típicos)	Ambiente
Abissal	<u>a</u>	U, Th, Zr, Nb, Ti, Y, REE, Mo	4-9 kbar
TODDA		mineralização pobre a moderada	700-800°C
M		Li, Be, Y, REE, Ti, U, Th, Nb>Ta	5-8 kbar
Muscovita -		mineralização pobre a moderada, micas e minerais cerâmicos	580-650°C
		Li, Rb, Cs, Be, Ga, Nb, Ta, Sn, Hf,	2-4 kbar
Elementos	LCT	B. P, F, mineralização pobre à abundante, gemas para uso industrial	500-650°C
raros	NIVE	Y, REE, Ti, U, Th, Zr, Nb>Ta, F,	
	NIL	minerais cerâmicos	vallavel
Miarolítica	NVF	Be, Y, REE, Ti, U, Th, Zr, Nb>Ta, F,	1-2 kbar
Maronica	1,11	mineralização pobre	1-2 KOal

Quadro 1 – As quatros classes de pegmatitos graníticos.

Fonte: PALUDO (2018).

Além da divisão da classe elementos raros em famílias, há as subdivisões em tipo e subtipo, como pode ser visto na Figura 3. A família LCT recebe essa denominação, por conta do enriquecimento dos pegmatitos graníticos em lítio, césio e tântalo, enquanto na família NYF há o enriquecimento de nióbio, ítrio e flúor. Além disso, pode-se observar que o espodumênio está no tipo "complexo", família "LCT" e classe "elementos raros".

Figura 3 – Tipos e subtipos de pegmatitos graníticos relacionados às famílias LCT e





2.2 Espodumênio

O espodumênio (Figura 4) é uma fonte de lítio, sendo que o lítio é um importante metal para o futuro, devido à crescente demanda pelo desenvolvimento de energias limpas, como o armazenamento de baterias e o desenvolvimento de veículos elétricos.



Figura 4 – Mineral espodumênio.

Fonte: SOARES (2021).

De acordo com Geociências (2023), o espodumênio possui as seguintes características mineralógicas:

- 1. Fórmula química: LiAlSi₂O₆;
- 2. Classificação: inossilicatos Piroxênio;
- 3. Dureza: 6,5 a 7 na escala de Mohs;
- 4. Brilho: vítreo;
- 5. Cor: branco, cinza, rosa, amarela ou verde (transparente a translúcida);
- Composição: Li₂O (8,0%), Al₂O₃ (27,4%) e SiO₂ (64,6%), sendo que, pequenas quantidades de lítio (Li) podem ser substituídas por sódio (Na);
- 7. Cristalografia: monoclínico;
- Hábito: em cristais grossos de faces corroídas, alguns muito grandes. Os cristais são estriados profundamente no sentido vertical. Também em massas cliváveis;
- 9. Densidade relativa: 3,15 3,20 g/cm³;
- 10. Clivagem: perfeita (110), com ângulos de 87º ou 93º; partição bem desenvolvida paralela a (100).

O espodumênio pode conter ferro (Fe), manganês (Mn), magnésio (Mg), cálcio (Ca), sódio (Na), potássio (K) e água (H₂O) na sua composição. Além disso, ele possui duas gemas muito valiosas, a hiddenita. que possui uma cor verde, e a kunzita, que possui uma cor de rosa a lilás (UFRGS, 2023)

2.3 Reserva e Produção de Lítio

Conforme a Figura 5, o Chile, a Austrália e a Argentina são os países com maior reserva de lítio, sendo que o Chile possuía uma reserva na ordem de 8,6 milhões de toneladas, em 2019. Enquanto isso, no mesmo ano, o Brasil possuía uma reserva em torno de 95 mil toneladas de lítio.



Figura 5 – Maiores reservas de lítio em 2019.

No que se refere à produção mundial de lítio (Figura 6), a Austrália e o Chile foram os maiores produtores de lítio. Pode-se destacar a produção dos anos de 2018 e 2019 da Austrália, que chegou a produzir cerca de 59 mil e 42 mil toneladas de lítio, respectivamente.



Figura 6 – Maiores produções de lítio.



No Brasil, as principais reservas de lítio provêm dos pegmatitos rochosos localizados no estado de Minas Gerais e na região nordeste do Brasil, sendo rochas compostas por quartzo, feldspato e mica, além de lítio, berílio, tântalo, estanho e césio. O lítio ocorre em uma ampla variedade de minerais, mas apenas espodumênio, lepidolita, petalita, ambligonita e montebrasita são usados como fontes comerciais de lítio, como pode ser visto na Tabela 1 (BRAGA e SAMPAIO, 2008).

Fonte: SOARES (2021).

Minerais	Fórmula	% Li2O	
		Teórica	Típica
Ambligonita	LiAl(P04)(F,OH)	11,9	5
Lepidolita	K(Li,Al ₃) (Si,Al) ₄ O ₁₀ (F,OH)	3,3 - 7,8	3,0-4,0
Petalita	LiAl(Si ₄ O ₁₀)	4,9	3,0-4,5
Espodumênio	LiAl(Si ₂ O ₆)	8	1,5 - 7,0

Tabela 1 – Principais minerais portadores de lítio.

2.4 Cominuição

A cominuição é uma etapa do beneficiamento de minério, visando a redução da granulometria do material, por meio da britagem e da moagem. Esse processo de fragmentação tem por objetivo liberar o mineral-minério da ganga ou reduzir o material até atingir uma granulometria desejada para utilização nas próximas etapas de beneficiamento, caso seja um minério homogêneo. Além disso, destaca-se a necessidade de controlar o tamanho máximo dos produtos gerados, de modo a evitar a geração de quantidades excessivas de partículas finas.

A etapa de cominuição é considerada a etapa de maior gasto econômico dentro de uma mineradora, por conta do seu gasto energético. A questão de exemplo, há mais de 13 anos, a empresa Erie Mining Co possuía um gasto energético e 17,2 kWh/t em sua etapa de fragmentação, correspondendo a 80% de todo o consumo energético, como pode ser visto na Tabela 2 (FIGUEIRA, LUZ e ALMEIDA, 2010).

Operação	kWh/t	Consumo (%)
Fragmentação	17,2	80,0
Concentração	1,5	7,0
Eliminação de rejeito	1,2	6,0
Abastecimento de água	1,5	7,0
Total	21,4	100,0

Tabela 2 – Consumo de energia da Erie Mining Co há mais de 13 anos.

Fonte: CETEM (2010).

Fonte: SOARES (2021).

2.4.1 MOAGEM

A moagem é a última etapa que realiza a fragmentação do material. Nessa etapa, as partículas que alimentam o moinho estão com a granulometria na faixa entre 1/4" a 1" e os produtos estão entre 48# a 100# (OLIVEIRA *et al.*, 2020). No entanto, a granulometria do produto pode ser inferior a 400# (0,037 mm), dependendo do tempo de moagem e do material.

A moagem é a etapa de cominuição com maior gasto energético. Porém, essa etapa possui grande importância para as futuras etapas de beneficiamento, pois é nela que ocorre a liberação total ou parcial do mineral-minério e do mineral de ganga. Caso a moagem seja realizada de maneira incorreta, pode ocorrer dois tipos de problemas, a sobremoagem ou a submoagem, sendo que,

A submoagem do minério resulta num produto de granulometria grossa, com liberação parcial do mineral útil, inviabilizando o processo de concentração. Neste caso, a recuperação parcial do mineral útil e a baixa razão de enriquecimento respondem pela inviabilidade do processo. A sobremoagem, também, não é desejada, pois esta reduz o tamanho das partículas, desnecessariamente, o que acarretará maior consumo de energia e perdas no processo de concentração. (FIGUEIRA, LUZ e ALMEIDA, 2010).

De acordo com Oliveira *et al* (2020), "as operações de moagem são quase todas realizadas nos chamados moinhos revolventes, mais especificamente no moinho de bolas e no moinho de barras". No entanto, existem outros moinhos, como o moinho de martelo, moinho de rolos, moinhos autógenos e semi-autógenos. Além desses moinhos, existe o moinho de jarro, que é utilizado em laboratório e possui a mesma forma de operar de um moinho de bolas.

O moinho cilíndrico de bolas (Figura 7) é constituído de um corpo cilíndrico, como pode ser visto na Figura 8, que gira em torno do seu eixo, fazendo com que o corpo moedor seja elevado até certo ponto e despenque sobre o material (moagem em regime de catarata), acarretando na fragmentação do material. Um parâmetro operacional típico para esse equipamento é a velocidade periférica de rotação que deve ser entre 60% a 85% da velocidade crítica, sendo que, a velocidade crítica é a velocidade angular do moinho em que partículas pequenas fiquem aderidas à parede do moinho devido a força centrífuga (OLIVEIRA *et al.*, 2020).



Figura 7 – Moinho Cilíndrico.

Fonte: CETEM (2010).



Figura 8 – Regimes de operação do moinho.

Quanto à moagem em regime de cascata, ocorre quando a velocidade do moinho é considerada baixa ou o fator de enchimento seja alto, fazendo com que as bolas rolem uma sobre as outras e fragmentação ocorra por atrito e abrasão, predominantemente. Existe um terceiro movimento que as bolas podem realizar dentro do moinho devido à ação força centrífuga. Nesse âmbito, caso a velocidade de operação do moinho seja maior do que a velocidade crítica pode fazer com que os corpos moedores sigam "colados" juntos ao revestimento devido à força centrífuga e, portanto, não ocorra fragmentação alguma do material.

Além disso, o fator de enchimento, ou seja, a porcentagem do volume do moinho ocupado pelas bolas, também deve ser levado em consideração na operação de moagem. Portanto,

A maior capacidade do moinho ocorre para um fator de enchimento de 50%. Entretanto, o valor deve ser definido de acordo com o tipo de moinho e o tipo de descarga. Os valores usuais de fator de enchimento para moinhos de bolas estão entre 28 e 55% [do volume interno útil do equipamento]. (RODRIGUES, 2019).

2.5 Microscopia Óptica

A microscopia óptica é realizada após a etapa de moagem, pois o material será constituído de dois tipos de partículas: partículas livres e partículas mistas. As partículas livres são partículas formadas por um único mineral, enquanto a partícula mista é composta por dois ou mais minerais, como pode ser visto na Figura 9.



Figura 9 – Exemplo para cálculo do grau de liberação.

Fonte: OLIVEIRA (2020).

No método da microscopia óptica, coleta-se uma porção representativa da amostra e realiza uma contagem de partículas livres e partículas mistas pelo método de Gaudin, um método quantitativo por estimativa. Durante o processo de contagem, é necessário determinar o grau de liberação de cada partícula, ou seja, a porcentagem de liberação das partículas. Portanto, partículas livres do mineral de interesse recebe uma porcentagem de 100%, enquanto partículas livres do mineral de ganga recebe uma porcentagem de 0%. Quanto as partículas mistas, o grau de liberação é

determinado pela pessoa que está observando no microscópio. Esse processo é repetido para diferentes faixas granulométricas.

2.6 Difração de Raios X

A difração de raios X (DRX) é utilizada para identificar e determinar, qualitativamente, a composição mineral da amostra, por meio da comparação entre os espectros resultado do experimento e os espectros já conhecido (padrões de análise) (SEVERO, 2019). Segundo Neumann, Schneider e Neto (2010), esse método é destinado para materiais cristalinos, não amorfos, por ser uma técnica que utiliza a interação de ondas na frequência de raios X com os planos de repetição sistemática do retículo cristalino.

Segundo Cordeiro (2014), "Esta técnica é baseada no princípio da difração de raios X, que ao atingirem um material podem ser espalhados elasticamente, sem perda de energia pelos elétrons de um átomo". Portanto, após colidir com o elétron, a trajetória do fóton de raios X é alterada, mas sua fase e energia permanecem iguais às do fóton incidente.

Segundo Bish e Reynolds (1989), existem condições para que aconteça a DRX, sendo elas, a diferença de caminho percorrido pelos raios X e o comprimento de onda da radiação incidente. Conforme Figura 10, essa condição é expressa pela lei de Bragg (Equação 1), ou seja,

$$n\lambda = 2d \, \text{sen}\theta \tag{1}$$

onde:

n: número inteiro (ordem de difração);

λ: comprimento de onda da radiação incidente;

d: distância interplanar para o conjunto de planos hkl (índice de Miller) da estrutura cristalina; e

 θ : ângulo de incidência de raios x.



Figura 10 – Esquema representativo da lei de Bragg.



2.7 Fluorescência de Raios X

A análise química realizada pela fluorescência de raios X (FRX) é,

um método qualitativo e quantitativo multielementar baseado na medida das intensidades (números de raios X detectados por unidade de tempo) dos raios X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra, quando excitada por partículas como elétrons, prótons ou íons produzidos em aceleradores de partículas ou ondas eletromagnéticas, além do processo mais utilizado que é através de tubos de raios X (JÚNIOR, 2007).

Quando um elemento é irradiado por um feixe de fótons com uma energia E_o, "onde E_o excede à energia crítica de excitação em um dado átomo, alguns elétrons são ejetados do átomo, diz-se que o átomo está num estado excitado ou ionizado" (JÚNIOR, 2007). Os átomos ionizados são instáveis, quase no mesmo instante, os elétrons começam a preencher os espaços vazios deixados pelos elétrons ejetados.

Para calcular, aproximadamente, a energia dos raios X irradiado pelos elementos, utiliza-se a Equação 2 (JÚNIOR, 2007),

E = 13,65 (Z - b)²
$$\left(\frac{1}{n_{f}^{2}} - \frac{1}{n_{i0}^{2}}\right)$$
 (2)

onde:

E: energia dos raios X (medida em eV);

ni: número quântico principal do nível inicial do salto quântico;

nf: número quântico principal do nível final do salto quântico;

Z: número atômico do elemento emissor dos raios X; e

b: constante de Moseley, (valores iguais a 1 e 7,4 para as camadas K e L, respectivamente).

3 METODOLOGIA

Nesse tópico será abordado os seguintes temas: fragmentação, homogeneização, picnometria, microscopia óptica, moagem, difração de raio X e fluorescência de raios X.

A fragmentação, homogeneização, picnometria, microscopia óptica, moagem foram realizados no Laboratório de Tratamento de Minérios do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), campus Araxá. Enquanto que, a difratometria de raios X foi realizada no Campus I do CEFET-MG em Belo Horizonte e a fluorescência de raios X foi realizada na Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), em Araxá.

3.1 Fragmentação Manual

Inicialmente, realizou-se a fragmentação do material com um martelo, devido à granulometria do material (Figura 11). Após essa fragmentação, o material foi cominuído pelo britador de mandíbula de um eixo do Laboratório de Tratamento de Minério do CEFET-MG campus Araxá.



Figura 11 – Amostra utilizada na alimentação do britador.

Em seguida foi realizado o peneiramento combinado, sendo que, primeiramente um peneiramento a úmido, para retirar a maior quantidade possível de

finos (< 0,037 mm), utilizando a peneira de 400# (0,037 mm) como peneira de corte. Após peneirar toda a amostra, o material retido foi colocado em uma bandeja e levado à estufa por aproximadamente 24 horas, com a temperatura próxima a 100°C. Ao retirar o material da estufa, percebeu-se que o material estava contaminado com um material metálico (Figura 12) além de um material que não sofria atração magnética. Portanto, o material foi descartado e decidiu-se realizar a fragmentação manualmente.





Para realizar a fragmentação manual, primeiramente pesou-se a amostra inicial proveniente de uma mina de Araçuaí, Minas Gerais (Figura 13). Subsequente a isso, fragmentou-se o material com o martelo até atingir uma granulometria menor, conforme Figura 14.



Figura 13 – Amostra inicial.



Figura 14 – Amostra fragmentada utilizando martelo.

Utilizando uma barra metálica e a carcaça do moinho de jarro de metal (Figura 15), reduziu-se a granulometria mineral até que o mesmo fosse passante em 4# (4,76 mm), pois a granulometria de alimentação da moagem, geralmente, está no intervalo de ¼" a 1" (OLIVEIRA *et al.*, 2020). Sendo assim, primeiro fragmentou-se o material, depois o material foi peneirado e por fim, o material retido em 4# era cominuído novamente.



Figura 15 – Barra metálica e carcaça do moinho de jarro de metal.

3.2 Homogeneização

Posteriormente à fragmentação manual, realizou-se uma homogeneização do material para retirar alíquotas utilizadas em alguns testes, como picnometria e peneiramento do material inicial. Entretanto, notou-se a presença de limalha de ferro oriunda do desgaste da barra metálica. Sendo assim, utilizando um imã de neodímio de 10.000 Gauss foi possível retirar os contaminantes (Figura 16).





Finalizado a limpeza, realizou-se a homogeneização do material por pilha alongada para a retirada de 3 alíquotas utilizadas para a microscopia óptica e para o peneiramento a seco, além de utilizar uma fração da massa para a picnometria.

Primeiramente delimitou-se 50 cm da bancada por meio do auxílio de fita adesiva. A partir de então, com auxílio de um béquer de 600 ml, distribuiu-se a amostra sobre a bancada, construindo assim, uma pilha alongada no trecho delimitado, conforme demonstrado na Figura 17, de forma lenta e contínua. Posteriormente, retirou-se 10% de cada extremidade da pilha, como pode ser visto na Figura 18, e o material retirado foi retomado e redistribuído ao longo da pilha.





Figura 18 – Pilha alongada final.



3.3 Picnometria

A partir do material retirado da pilha alongada, iniciou-se a picnometria, com o intuito de definir a densidade real dos sólidos. Primeiramente, pesou-se um picnômetro vazio de 25 ml tampado com uma rolha de vidro, através da qual passa um canal capilar, anotou-se o peso e, então, colocou-se amostra advinda da pilha alongada nesse picnômetro. A quantidade de amostra foi colocada até preencher o fundo do picnômetro. Em seguida pesou-se o conjunto picnômetro com a amostra.

Posteriormente, adicionou-se água no picnômetro, por meio do auxílio de uma pisseta. Tal água foi colocada até o topo do picnômetro, sendo adicionada lentamente de modo a não propiciar a formação de bolhas, o que pode acarretar desvios nos resultados. A partir de então, secou-se a água que molha a superfície externa do picnômetro, tampou e pesou o conjunto picnômetro com amostra e água, o que pode ser visualizado na Figura 19.



Figura 19 – Conjunto picnômetro com amostra e água.

Subsequente a isso, descartou-se o material que se encontrava dentro do picnômetro sobre uma bandeja, lavou-se o picnômetro e o preencheu com água até transbordar, tampou-o e pesou-se mais uma vez. Dessa forma, foi possível determinar a densidade real dos sólidos por meio da Equação 3. Repetiu-se o procedimento de picnometria mais 2 vezes (triplicata) e fez-se a média dos resultados obtidos para obtenção da densidade média dos sólidos.

$$d_{S} = \frac{(A_{2} - A_{1})}{(A_{4} + A_{2}) - (A_{1} + A_{3})}$$
(3)

onde:

d_s: densidade dos sólidos;

A₁: massa do picnômetro;

A₂: massa do picnômetro + amostra;

A₃: massa do picnômetro + amostra + água;

A₄: massa do picnômetro + água.

3.4 Microscopia Óptica

Conforme informado anteriormente, após fragmentação manual, limpeza e homogeneização, retirou-se uma alíquota para realizar a microscopia óptica. Portanto, utilizou-se a lupa binocular (Figura 20) para determinar o grau de liberação da amostra.



Figura 20 – Lupa binocular.

3.5 Moagem

Primeiramente, utilizando uma trena, mediu-se o diâmetro interno do moinho e selecionou-se 10 bolas de cerâmica. Tal seleção foi realizada considerando 5 bolas que apresentavam maior tamanho e 5 bolas que apresentavam menor tamanho. Após a seleção, mediu-se o diâmetro das bolas. Em sequência, calculou-se a velocidade crítica, utilizando a Equação 4,

$$N_c = \frac{42.3}{\sqrt{D-d}}$$
(4)

onde:

N_c: velocidade crítica;

D: diâmetro interno do moinho;

d: diâmetro médio das bolas.

Subsequente a isso, encheu-se o moinho de jarro de cerâmica até 40% do seu volume com as bolas (fator de enchimento de 40%) e colocou-se água no moinho

até cobrir tais corpos moedores, conforme Figura 21. Em seguida retirou-se as bolas do moinho e colocou-se a água que estava dentro do moinho em uma proveta graduada. Dessa forma, definiu-se o volume de polpa que seria utilizado e calculou-se a densidade de polpa (Equação 5), bem como a massa de polpa (Equação 6), a massa de sólidos (Equação 7) e a massa de água (Equação 8) a ser adicionada em na etapa de moagem, para atender as porcentagens de sólidos de 40%,

$$%S = \frac{d_s(d_p - 1)100}{d_p(d_s - 1)}$$
(5)

$$d_p = \frac{m_p}{V_p} \tag{6}$$

$$m_s = \frac{m_p \cdot \%S}{100}$$
(7)

$$m_a = m_p - m_s \tag{8}$$

onde:

- %S: porcentagem de sólidos;
- d_s : densidade de sólidos;
- d_p : densidade de polpa;
- m_p : massa de polpa;
- V_p : volume de polpa;
- *m_s*: massa de sólidos;
- *m*_a: massa de água.



Figura 21 – Moinho com carga moedora e água.

Ao definir a massa de sólidos e a massa de água, inseriu-se as bolas no moinho e adicionou-se a massa de sólidos e a massa de água. Em seguida, fechouse o moinho e o colocou sobre os rolos para realizar a moagem, durante 50 minutos. Além disso, acionou-se o cronômetro calcular a velocidade do moinho. Para isso, cronometrou-se o tempo que o moinho necessitava para dar 10 voltas e fez-se uma regra de três para saber a quantidade de rotações por minuto do moinho.

Após realizar a moagem, retirou-se as bolas de dentro do moinho, mas para não perder material, lavou-se as bolas sobre uma peneira, sendo que a abaixo dessa peneira havia uma bandeja. Em seguida, virou-se a polpa dentro de um balde e seguiu para a uma etapa de peneiramento a úmido no peneirador suspenso. Esse processo repetiu-se 6 vezes, ou seja, foram realizadas 6 moagens a úmido.

Os parâmetros referentes à moagem estão indicados na Tabela 3. Entretanto, a quinta moagem foi realizada com uma massa de sólidos igual a 517,35 g e uma massa de água de 776,03 g, mantendo a porcentagem de sólidos igual a 40%, a fim de otimizar o tempo e obter uma amostra representativa para retirada das alíquotas do DRX e FRX.

Parâmetro	Valor	Unidade
Diâmetro do moinho	0,19	m
Diâmetro médio das bolas	0,02725	m
Velocidade crítica	104,85	rpm
Tempo (10 voltas do moinho)	17,28	S
Velocidade do moinho	34,72	rpm
Fator de enchimento	40	%
% de sólidos	40	%
Densidade de sólidos	3,12	g/cm³
Densidade de polpa	1,37	g/cm³
Volume de polpa	1180	ml
Massa de polpa	1620,42	g
Massa de sólidos	648,17	g
Massa de água	972,25	g

Tabela 3 – Parâmetros da moagem.

Por fim, calculou-se a relação de redução (RR) da moagem através da Equação 9,

$$RR = \frac{F80}{P80}$$

onde:

RR: relação de redução;

F80: tamanho da partícula onde 80% da alimentação é passante;

P80: tamanho da partícula onde 80% do produto é passante.

A cominuição deve ser realizada em etapas, "pois devido à pequena eficiência energética, natural da operação, é necessário que a redução seja feita de maneira controlada em etapas" (OLIVEIRA, 2015). Na Tabela 4, verifica-se que a moagem pode ser realizada em duas etapas, sendo a moagem grossa, com uma RR até 20, e a moagem fina, com uma RR de 100 até 200 (CHAVES, 2012 *apud* OLIVEIRA, 2015)

Estágio	Relação de	Tamanho Máximo		
	Redução	Alimentação	Produto	
Britagem primária	8:1	5 a 2 ½ ft	> 1 ft a 4"	
Britagem secundária	6 a 8:1	25" (cônicos)	4 a ¾"	
Britagem terciária	4 a 6:1	Depende da câmara do britador	1 a 1/8".	
Britagem quaternária	Até 20	3" ou 1 ¼"	12" a 20 #	
Moagem grossa	Até 20	³ /4" a 3/8"	6 a 35 #	
Moagem fina	100 a 200	1/2"	fino	

Tabela 4 – Fases da cominuição.

Fonte: CHAVES (2012) apud OLIVEIRA (2015).

3.6 Peneiramento

Inicialmente, realizou-se uma análise granulométrica da massa inicial após fragmentação manual. Para isso, definiu-se o tempo de peneiramento (10 minutos) e a série de peneiras, constituída pelas peneiras de 4#, 8#, 28#, 48#, 100#, 200#, 270# e fundo. Posteriormente a isso, as peneiras foram colocadas no peneirador suspenso, como pode ser visto a Figura 22. Ao finalizar o peneiramento a seco, pesou-se o material retido em cada peneira e no fundo, e o material retornou para o processo de moagem, para ser cominuído.

Além de realizar o peneiramento do material inicial, antes de ser moído, realizou-se o peneiramento a úmido do material após cada processo de moagem. Portanto, definiu-se a série de peneiras a serem utilizadas nesse processo, sendo elas, as peneiras de 6#, 16#, 35#, 65#, 100#, 200# e 400# (Figura 23).

Figura 23 – Série de peneiras utilizadas no peneiramento a úmido.

Para realizar o peneiramento a úmido, colocou-se a série de peneiras no peneirador suspenso e despejou-se a polpa. O peneiramento só foi finalizado, ao perceber que a água estava incolor, indicando que não havia partículas inferior a 400# (0,037 mm).

Ao final do peneiramento, colocou-se as massas obtidas em cada faixa em pratos separados e identificados, retirou-se o excesso de água dos pratos, e colocou



Figura 22 – Peneirador suspenso.

o material na estufa para posterior pesagem. Assim que o material secou, foi realizada a pesagem em cada faixa.

Por fim, o material retido nas peneiras 6#, 16#, 35# e 65# retornaram para o fluxo de moagem, enquanto os materiais retidos nas peneiras 100#, 200# e 400# foram separados para realizarem os testes de DRX e FRX. Definiu-se essa faixa de interesse, em consequência desse trabalho ser uma caracterização concomitante a um estudo de pós-graduação, envolvendo a concentração de espodumênio nas mesmas faixas supracitadas.

3.7 Preparação das Amostras para Análises

Subsequente à moagem e ao peneiramento realizado, homogeneizou-se o todo o material retido em 100#, 200# e 400# por pilha cônica, ou seja, distribuiu-se a amostra sobre uma lona, como pode ser visto na Figura 24, e levantou-se de forma alternada os vértices opostos do quadrado em 8 ciclos de 4 tombamentos.



Figura 24 – Homogeneização por pilha cônica.

Após homogeneização do material por pilha cônica, retomou-se o material e o homogeneizou por pilha alongada, retirando-se 10% de cada extremidade da pilha, retomando e redistribuindo ao longo da pilha. Sendo assim, retirou-se 2 alíquotas, sendo uma destinada ao DRX e outra destinada ao FRX, conforme Tabela 5.

Teste	Massa (g)	Observação	Local
DRX	40,25	Pulverizada	CEFET-MG (Belo Horizonte)
FRX	51,25	Global	CBMM (Araxá)

Tabela 5 – Relação de massas e testes.

Para realizar a difratometria de raios X, foi necessário realizar a pulverização da amostra utilizando o moinho de panela (Figura 25). O DRX foi realizado no Campus I do CEFET-MG em Belo Horizonte. Enquanto isso, a fluorescência de raios X foi realizada na CBMM.

Figura 25 – Moinho de panela.



3.7.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Para realizar a análise mineralógica do material, utilizou-se o difratômetro Shimadzu XRD-7000 semelhante à Figura 26, localizado no laboratório de engenharia de materiais do Campus I do CEFET-MG, Belo horizonte. O equipamento possui um tubo de cobre, a faixa de varredura foi de 5 a 90° e o passo foi igual a 0,02° a cada 1 segundo.





Fonte: LABORATÓRIOS COMPARTILHADOS (2023).

3.7.2 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

A análise química foi realizada na CBMM, utilizando o equipamento modelo Axios, fabricante Panalytical, semelhante à Figura 27.



Figura 27 – Modelo Axios, fabricante Panalytical.

Fonte: INDUSTRY SEARCH (2023).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesse tópico será discutido os resultados dos seguintes processos: fragmentação, picnometria, moagem, peneiramento, microscopia óptica, difração e fluorescência de raios X.

4.1 Fragmentação Manual

De acordo com a Tabela 6, a amostra inicial possuía uma massa de 1721,20 g, sendo que, durante o processo de fragmentação utilizando um martelo, houve uma perda de 14,49 g (0,84%). Em seguida fragmentou-se o material utilizando uma barra metálica e a carcaça do moinho de jarro metálico, obtendo uma massa final de 1699,38 g e uma perda de 7,33 g (0,43%). Portanto, após a fragmentação manual, a perda total foi de 21,82 g (1,27%).

Tabela 6 – Perda durante o processo de fragmentação.

Amostra	Massa (g)	Perda (%)
Massa inicial	1721,20	-
Massa intermediária	1706,71	0,84
Massa final	1699,38	0,43

Diante dos dados apresentados acima, nota-se que a perda diminuiu a partir do momento que a fragmentação ocorreu dentro de um recipiente. Além disso, o processo de fragmentação manual não foi realizado dentro do moinho, devido às dimensões do material inicial.

4.2 Picnometria

Os valores de A1, A2, A3, A4 e densidade dos sólidos estão apresentados na Tabela 7, sendo que, para aferir a densidade real, utilizou-se a Equação 3.

Teste	A1 (g)	A2 (g)	A3 (g)	A4 (g)	ds (g/cm³)
1	17,02	21,98	45,84	42,47	3,12
2	17,02	22,88	46,46	42,47	3,13
3	17,02	22,95	46,49	42,47	3,10

Tabela 7 – Densidade real dos sólidos.

Conforme os dados apresentados na Tabela 6, a densidade média do material é igual a 3,12 g/cm³, sendo que, de acordo com Geociências (2023), a densidade relativa do espodumênio está entre 3,15 a 3,20 g/cm³. Portanto, esse valor indica que há uma grande concentração de espodumênio na amostra.

4.3 Microscopia Óptica

Durante à microscopia óptica, verificou-se que havia apenas espodumênio na amostra observada indicando que a concentração da mesma está bem alta. De acordo com Braga e Sampaio (2008), pegmatito litinífero contém quartzo, feldspato e mica, além de espodumênio.

Na Figura 28 é possível verificar os dois planos de clivagem que formam ângulos de 87° ou 93°, além do seu brilho vítreo (GEOCIÊNCIAS, 2023). Pode-se observar que um plano de clivagem é paralelo às bordas esquerda e direita da imagem e o segundo plano de clivagem é paralelo ao plano fotográfico. Ademais, a parte inferior do espodumênio, paralela à margem inferior da imagem, apresenta fratura irregular.

Figura 28 – Espodumênio observado na lupa binocular.



4.4 Análise Granulométrica

A Tabela 8 apresenta os resultados obtidos no peneiramento a seco do material de alimentação da moagem. Nota-se que as faixas de 8# e 28# possuem a maior quantidade de material retido, totalizando 155,52 g (91,25%). Já a Tabela 9 indica a quantidade de material perdido durante o peneiramento, totalizando 0,32 g (0,19%)

Peneira	Malha	Massa retida	% retida	% retida	%	
(#)	(mm)	(g)	simples	acumulado	passante	
4	4,760	0,00	0,00	0,00	100,00	
8	2,380	97,19	57,03	57,03	42,97	
28	0,595	58,33	34,23	91,25	8,75	
48	0,297	7,31	4,29	95,54	4,46	
100	0,149	3,86	2,26	97,81	2,19	
200	0,074	1,97	1,16	98,96	1,04	
270	0,053	0,53	0,31	99,27	0,73	
-270	0,000	1,24	0,73	100,00	-	

Tabela 8 – Análise granulométrica da amostra inicial.

Tabela 9 – Perda de material no peneiramento a seco.

Massa inicial (g)	Massa final (g)	Perda (%)		
170,75	170,43	0,19		

Ao final da fragmentação manual, foram retiradas alíquotas para realizar os testes de picnometria e microscopia óptica, além da perda que houve durante o processo de peneiramento a seco (material do peneiramento retornou para a etapa de moagem). Portanto, após a fragmentação manual havia 1699,38 g, enquanto a massa inicial para realizar a moagem era igual a 1664,50 g.

A Tabela 10 apresenta os resultados obtidos da análise granulométrica da primeira moagem. Nota-se que as faixas com maior concentração de material são 6#, 16# e 35#. Além disso, a % retida simples na peneira de 100# é igual a 4,60%, na peneira de 200# ficou retido 8,64% e na peneira de 400# ficou retido 6,09%.

Peneira	Malha	Massa retida	% retida	% retida	%	
(#)	(mm)	(g)	simples	acumulado	passante	
4	4,760	0,00	0,00	0,00	100,00	
6	3,360	114,37	17,65	17,65	82,35	
16	1,000	224,87	34,69	52,34	47,66	
35	0,420	102,69	15,84	68,18	31,82	
65	0,210	46,38	7,16	75,34	24,66	
100	0,149	29,82	4,60	79,94	20,06	
200	0,074	56,03	8,64	88,58	11,42	
400	0,037	39,50	6,09	94,68	5,32	
-400	0,000	34,51	5,32	100,00	-	

Tabela 10 – Análise granulométrica do produto da primeira moagem.

A velocidade de operação do moinho é igual a 34,72 rpm, correspondendo a 33,11% da velocidade crítica, indicando que o equipamento opera em regime de cascata, visto que, a velocidade periférica de rotação deve ser entre 60% a 85% da velocidade crítica (OLIVEIRA *et al.*, 2020). Por conta desse regime, a fragmentação ocorreu por atrito e abrasão, justificando a quantidade de finos gerados que se encontram retidos nas peneiras de 0,074 mm e 0,037 mm.

Ao finalizar as etapas de moagem e peneiramento, adquiriu-se a massa total de material retido nas peneiras de 100#, 200# e 400#, sendo elas, 132,93 g, 279,95 g e 195,17 g, respectivamente.

A distribuição granulométrica do material de alimentação e do material cominuído na primeira moagem estão representados na Figura 29. Por meio dessas curvas granulométricas, verificou-se os reais valores de F80 (tamanho das partículas de alimentação da moagem, onde 80% é passante) e P80 (tamanho das partículas produto da moagem, onde 80% é passante) para calcular a relação de redução utilizando a Equação 9.



Figura 29 – Curva granulométrica.

Após verificação, determinou-se que o F80 é igual a 3,9 mm e o P80 é igual a 3,2 mm, resultando em uma relação de redução igual a 1,22:1, ou seja, a moagem não foi eficaz, pois era gerado somente material fino, enquanto a moagem do material grosseiro não era eficiente. De acordo com Chaves (2012), a moagem grossa possui uma RR até 20:1, mas a granulometria do produto deveria ser entre 6 a 35#, enquanto a moagem fina possui uma RR de 100 a 200.

Vale ressaltar que as curvas granulométricas obtidas após o peneiramento são relativamente próximas, ou seja, os valores são equivalentes entre si.

4.5 Difração de Raios X

O resultado da difratometria de raios X obtido para a amostra estudada é apresentado na Figura 30 e Figura 31, apresentando os resultados qualitativo e semiquantitativo, respectivamente. O resultado semiquantitativo é obtido por meio do refinamento de Rietveld.



Figura 30 – Difratograma de raios X da amostra de espodumênio.

Figura 31 – Gráfico com o resultado do difratograma de raios X.

S-Q

Spodumene = 94,9%) Quartz, syn = 5,1%

O mineral predominante na amostra é o espodumênio (LiAlSi₂O₆), compondo 94,9% da amostra. Esse valor demonstra a capacidade dos pegmatitos da região de Araçuaí, Minas Gerais, quanto ao fornecimento de lítio. Enquanto isso, também há a presença de quartzo (SiO₂), sendo 5,1% da amostra.

Os pegmatitos da região de Araçuaí, Minas Gerais, são rochas compostas por quartzo, feldspato e mica, além de lítio presente no mineral-minério espodumênio (BRAGA e SAMPAIO, 2008). Nesse DRX, não foi detectado outros minerais, como feldspato e mica, indicando que a amostra é praticamente pura, devido à sua alta porcentagem de espodumênio.

4.6 Fluorescência de Raios X

A análise por fluorescência de raios X é uma análise semiquantitativa e que não havia metodologia específica para análise desse tipo de material. A Tabela 11 apresenta os resultados obtidos pela CBMM. Nota-se que foi feita uma duplicata para comprovar os resultados obtidos no primeiro teste, mas não há os valores da perda de fogo (PF).

Óxidos	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Na ₂ O	P ₂ O ₅	CaO	MnO	SnO ₂	Fe ₂ O ₃
Resultado 1 (%)	30,099	69,152	0,369	0,07	0,078	0,151	0,056	0,036
Resultado 2 (%)	30,233	69,078	0,306	0,053	0,064	0,157	0,063	0,045
Média (%)	30,166	69,115	0,338	0,062	0,071	0,154	0,060	0,041

Tabela 11 – Fluorescência de raios X (CBMM).

Na Tabela 11, verifica-se que a alumina (Al₂O₃) e a sílica (SiO₂) estão em maior concentração. Além disso, nota-se a presença de Na₂O, P₂O₅, CaO, MnO, SnO₂ e Fe₂O₃.

De acordo com Geociências (2023), o espodumênio é composto de Li₂O (8,0%), Al₂O₃ (27,4%) e SiO₂ (64,6%), além de conter ferro (Fe), manganês (Mn), magnésio (Mg), cálcio (Ca), sódio (Na), potássio (K), H₂O (UFRGS, 2023) e SnO₂ (BRAGA e SAMPAIO, 2008). Conforme os resultados indicados na tabela 11, percebe-se que os óxidos presentes na amostra são condizentes com as literaturas encontradas.

O P_2O_5 foi um óxido encontrado por Vargas, França e Braga (2012) em seus resultados, porém, a origem do material não foi informada. Além disso, o P_2O_5 pode ter sido encontrado por conta de um erro de calibração do equipamento. A terceira possibilidade seria a contaminação da amostra durante as etapas de preparação, como peneiramento e separação das alíquotas, sendo necessário a catação dessas impurezas.

Por fim, observa-se que o lítio, que possui um número atômico igual a 3, não foi detectado no FRX. De acordo com Dias, Oliveira e Anjos (2017), o FRX é utilizado para detectar elementos com um número atômico maior que 11, ou seja, não é possível detectar o lítio.

5 CONCLUSÕES

Realizar a caracterização de um mineral-minério, como o espodumênio, é de grande relevância. Conhecer as propriedades físicas e químicas do mesmo, permite avaliar uma nova rota de beneficiamento ou otimizar o processo existente, para a produção de lítio.

Durante a fragmentação manual, observou-se que o material fragmentado formava cristais alongados devido aos 2 planos de clivagem. Esses planos de clivagem e a fratura irregular foi confirmada durante a microscopia óptica.

A velocidade de operação do moinho foi igual a 34,72 rpm, correspondendo a 33,11% da velocidade crítica, indicando que o equipamento operou em regime de cascata. Além disso, a relação de redução foi igual a 1,22:1. Portanto, a moagem não foi eficaz, pois era gerado somente material fino, enquanto a moagem do material grosseiro não era eficiente.

O DRX indicou a presença de 94,9% de espodumênio e 5,1% de quartzo sendo que esses valores foram obtidos por meio do refinamento de Rietveld. Esses resultados validaram o resultado da picnometria, pois a densidade média foi igual a 3,12 g/cm³, enquanto a densidade do espodumênio está na faixa entre 3,15 a 3,20 g/cm³. Ademais, durante a microscopia óptica, não foi encontrado quartzo, indicando a baixa quantidade presente na amostra.

Na FRX, verifica-se a presença de Al₂O₃ e SiO₂, Na₂O, P₂O₅, CaO, MnO, SnO₂ e Fe₂O₃. Conforme os resultados obtidos, percebe-se que os óxidos presentes nas amostras são com as literaturas encontradas.

O P_2O_5 foi um óxido encontrado por Vargas, França e Braga (2012) em seus resultados, porém, a origem do material não foi informada. Além disso, o P_2O_5 pode ter sido encontrado por conta de um erro de calibração do equipamento. A terceira possibilidade seria a contaminação da amostra durante as etapas de preparação, como peneiramento e separação das alíquotas, sendo necessário a catação dessas impurezas.

Por fim, observou-se que o lítio não foi detectado no FRX, pois ele possui um número atômico igual a 3, enquanto o FRX é utilizado para detectar elementos com um número atômico maior que 11. Uma sugestão, seria a realização da espectroscopia de absorção atômica.

REFERÊNCIAS

BISH, D. L.; REYNOLDS, R. C. **Sample preparation for X-ray diffraction**. In: Modern Powder Diffaction. Mineralogical Society of America, Washington, D.C., 1989, Cap.4, p. 73-97.

BRAGA, P. F. A.; SAMPAIO, J. A. **Lítio**. In: Rochas & minerais industriais: usos e especificações. 2. ed. rev. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. cap. 26, p. 585-603.

CORDEIRO, L. C. A. CARACTERIZAÇÃO DE REJEITO DE BENEFICIAMENTO De minério de ferro em faixas ultrafinas antes e após

TRATAMENTO TÉRMICO. Orientador: Fernando Gabriel da Silva Araújo. 2014. 127 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Ouro Preto, 2014. Disponível em:

http://www.repositorio.ufop.br/handle/123456789/3688>. Acesso em: 11 jun. 2023.

CHAVES, A. P. Teoria e Prática de Tratamento de Minérios, Vol. III. – Britagem, Peneiramento e Moagem. São Paulo. Oficina do texto, 2012. *apud* OLIVEIRA, R. L. PROJETO, IMPLANTAÇÃO E AVALIAÇÃO DE MOINHO DE BOLAS EM ESCALA LABORATORIAL. Orientador: Michelly dos Santos Oliveira. 2015. 42 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Minas) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá (MG), 2015. Disponível em: <https://www.eng-minas.araxa.cefetmg.br/wp-

content/uploads/sites/170/2018/05/Rogerio_Leonardo_Oliveira.pdf>. Acesso em: 18 nov. 2023.

CORREA, A. S. **ESTUDO DOS PARÂMETROS PARA CONCENTRAÇÃO MAGNÉTICA DO MINÉRIO DE FERRO PROVENIENTE DA MINA DE POSSE-MG**. Orientador: Tamíris Fonseca de Souza. 2018. 65 p. Trabalho de conclusão de curso

(Bacharelado em Engenharia de Minas) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, 2018. Disponível em: https://www.eng-minage.argva.cefatma.hr/wn.centant/unlagda/aitag/170/2018/12/Amalia.do

minas.araxa.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/170/2018/12/Amelia-de-Souza-Correa-min.pdf>. Acesso em: 11 jun. 2023.

DIAS, B. L. N.; OLIVEIRA, D. F.; ANJOS, M. J. **A utilização e a relevância multidisciplinar da fluorescência de raios X**. In: Revista Brasileira De Ensino De Física, 2017. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/rbef/a/mJH5NgLXg7bTdX7TD7HWCyC/#ModalHowcite>. Acesso em: 18 nov. 2023.

FIGUEIRA, H. V. O.; LUZ, A. B.; ALMEIDA, S. L. M. De. **Britagem e moagem**. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Tratamento de minérios. 5.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. Cap.4, p. 141-211.

GEOCIÊNCIAS USP. **Espodumênio**. USP. Disponível em: https://didatico.igc.usp.br/minerais/silicatos/inossilicatos/espodumenio/. Acesso em: 12 jun. 2023.

GEOSCAN. **Pegmatitos: saiba quais seus tipos e qual a sua importância econômica**. 2021. Disponível em: https://www.geoscan.com.br/blog/pegmatitos/. Acesso em: 12 jun. 2023. IEA. **The Role of Critical Minerals in Clean Energy Transitions**. IEA, 2021. Disponível em: https://www.iea.org/reports/the-role-of-critical-minerals-in-clean-energy-transitions>. Acesso em: 10 mai. 2023.

INBRAS. **Separador Eletromagnético modelo L-4**: Manual de Instrução, Operação e Manutenção. Diadema - SP, 2013.

INDUSTRY SEARCH. **XRF Spectrometer | Axios mAX-Metals**. [S. I.], 2023. Disponível em: https://www.industrysearch.com.au/xrf-spectrometer-axios-max-metals/p/108122>. Acesso em: 18 nov. 2023.

Jahns, R. H. 1955. The study of pegmatites. Economic Geology, 50th Anniversary, volume: 1025-1130. *apud* PALUDO, Carina Machado. **Mineralogia e geoquímica dos nyf-pegmatitos da mina de pitinga (amazonas-brasil)**. Orientador: Artur Cezar Bastos Neto. 2018. 73. Dissertação (Mestrado) – Geociências, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio Grande Do Sul, Porto Alegre, 2018. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/173577>. Acesso em: 15 mai. 2023.

JÚNIOR, A. da S. M. ANÁLISE QUANTITATIVA DO MATERIAL PARTICULADO NA REGIÃO DE CAMPINAS ATRAVÉS DAS TÉCNICAS DE MICROFLUORESCÊNCIA DE RAIOS X E REFLEXÃO TOTAL USANDO

RADIAÇÃO SÍNCROTRON. Orientador: SILVANA MOREIRA. 2007. 286 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas (SP), 2007. Disponível em: http://livros01.livrosgratis.com.br/cp033716.pdf. Acesso em: 12 nov. 2023.

LABORATÓRIOS COMPARTILHADOS. **Difratômetro de raios-X- marca Shimadzu- modelo XRD 7000**. [S. I.], 2023. Disponível em: <http://labcompartilhados.secti.ba.gov.br/?products=difratometro-de-raios-x-marcashimadzu-modelo-xrd-7000>. Acesso em: 18 nov. 2023.

MIRAGAYA, Fernando. Adeus, gasolina! 10 montadoras que têm data para o fim do motor a combustão. **UOL**, 2021. Disponível em: <https://autopapo.uol.com.br/noticia/10-montadoras-anuncio-carro-eletricos/>. Acesso em: 10 mai. 2023.

MOREIRA, Thalles. **Entenda o que é lítio, seus usos e impactos**. 2023. Disponível em: https://www.ecycle.com.br/litio/. Acesso em: 14 dez. 2023.

NEUMANN, R.; SCHNEIDER, C. L.; NETO, A. A. **Parte I: Caracterização mineralógica de minérios** In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Tratamento de minérios. 5.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. Cap.3, p. 57-84.

NEUMANN, R.; SCHNEIDER, C. L.; NETO, A. A. **Parte II: Caracterização mineralógica de minérios** In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Tratamento de minérios. 5.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. Cap.3, p. 85-139.

OLIVEIRA, M. S. *et al.* **Apostila de Prática Experimental de Tratamentos de Minérios**. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Araxá, 2020.

OLIVEIRA, R. L. **PROJETO, IMPLANTAÇÃO E AVALIAÇÃO DE MOINHO DE BOLAS EM ESCALA LABORATORIAL**. Orientador: Michelly dos Santos Oliveira. 2015. 42 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Minas) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá (MG), 2015. Disponível em: https://www.eng-minas.araxa.cefetmg.br/wp-

content/uploads/sites/170/2018/05/Rogerio_Leonardo_Oliveira.pdf. Acesso em: 18 nov. 2023.

PALUDO, C. M. **MINERALOGIA E GEOQUÍMICA DOS NYF-PEGMATITOS DA MINA DE PITINGA (AMAZONAS-BRASIL)**. Orientador: Artur Cezar Bastos Neto. 2018. p. Dissertação (Mestrado em Geociências) - UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, 2018. Disponível em:

<a>https://lume.ufrgs.br/handle/10183/173577>. Acesso em: 11 jun. 2023.

RODRIGUES, C. C. **DIMENSIONAMENTO DE MOINHO DE BOLAS UTILIZANDO O MÉTODO DO BALANÇO POPULACIONAL**. Orientador: Vladmir Kronemberger Alves. 2019. 60 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Minas) - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto (MG), 2019. Disponível em:

https://www.monografias.ufop.br/bitstream/35400000/2329/1/MONOGRAFIA_Dimen sionamentoMoinhoBolas.pdf. Acesso em: 10 out. 2023.

SANTOS, L. M.; SALES, E. D. G.; VIEIRA, F. F. **REVISITANDO O PEGMATITO ALTO SERRA BRANCA, MUNICÍPIO DE PEDRA LAVRADA (PB): MAPEAMENTO GEOLÓGICO, ASPECTOS DE CAMPO E ZONEAMENTO MINERAL**. HOLOS, v. 8, p. 397–407, 2016. Disponível em:

">https://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/3750>. Acesso em: 12 jun. 2023.

SAMPAIO, J. A.; LUZ, A. B.; FRANÇA, S. C. A. **Separação magnética e eletrostática** In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Tratamento de minérios. 5.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010. Cap.9, p. 365-395.

SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A.; LUZ, A. B. **Ensaios de separação magnética e eletrostática**. In: Sampaio, J.A.; França, S.C.A.; Braga, P.F.A. Tratamento de minérios: práticas laboratoriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2007. Cap. 18, p. 319-348.

SEVERO, C. B. **APROVEITAMENTO DE REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO PARA FABRICAÇÃO DE TIJOLOS CERÂMICOS**. Orientador: Fábio de São José. 2019. 62 p. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia de Minas) -Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, 2019. Disponível em: <https://www.eng-minas.araxa.cefetmg.br/wp-

content/uploads/sites/170/2020/02/TCC_Cecilia_Borges_Severo.pdf>. Acesso em: 11 jun. 2023.

SILVA, A. C. COMINUIÇÃO E CLASSIFICAÇÃO: capítulo iv - moagem. Catalão, 2023. 136 slides. Disponível em:

<https://files.cercomp.ufg.br/weby/up/1201/o/C_C_IV_%E2%80%93_Moagem.pdf?1 625192978>. Acesso em: 12 nov. 2023.

SOARES, J. C. M. L. **EFEITO DA GRANULOMETRIA DA ALIMENTAÇÃO NA FLOTAÇÃO DE ESPODUMÊNIO**. Orientador: Rísia Magriotis Papini. 2021. p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) -Universidade Federal de Minas Gerais, 2021. Disponível em: <http://hdl.handle.net/1843/37027>. Acesso em: 11 jun. 2023. UFRGS. **ESPODUMÊNIO – LiAISi2O6**. [S. I.], 2023. Disponível em: https://www.ufrgs.br/minmicro/Espodum%C3%AAnio.pdf. Acesso em: 12 jun. 2023.

VARGAS, T. C.; FRANÇA, S. C. A.; BRAGA, P. F. A. **Beneficiamento de minério de espodumênio para produção de compostos de lítio**. In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 20., 2012, Rio de Janeiro. Anais... Rio de Janeiro:CETEM, 2012. Disponível em: http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/106>. Acesso em: 18 nov. 2023.