

## CARACTERIZAÇÃO TRIBOLÓGICA DE REJEITO DE SCHEELITA

Sá Leitão, N.C.M.C. <sup>(1)</sup>; Souza, J.R. <sup>(1)</sup>; Azevedo, M.S.P. <sup>(1)</sup>; Azevedo, L.S.P. <sup>(1)</sup>;  
Oliveira, P.M. <sup>(1)</sup>; Matamoros, E. P. <sup>(1)</sup>; Medeiros, J.T.N. <sup>(1)</sup>; Souza, C. P. <sup>(2)</sup>.

<sup>(1)</sup> Grupo de Estudos de Tribologia e Integridade Estrutural

<sup>(2)</sup> Laboratório de Materiais Nanoestruturados e Reatores Catalíticos,  
Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Av. Senador Salgado Filho, S/N  
- Campus Universitário – Lagoa Nova, CEP 59072-970, Natal – RN, Brasil;  
nayanesaleitao@yahoo.com.br

*A estocagem de rejeitos de scheelita a céu aberto resultante da exploração das minas da região de Currais Novos e Bodó, Rio Grande do Norte, Brasil, tem gerado, no período 1960-2013, um forte passivo ambiental. Objetivando estudar alternativas de reaproveitamento de scheelitas e viabilizar processos de remediação ambiental, avaliaram-se as características desses materiais. Uma das possibilidades de reaproveitamento é a extração do tungstênio, metal refratário estratégico em aplicações industriais. Investigaram-se a distribuição granulométrica a laser, características químicas e mineralógicas obtidas através de ensaios de DRX, FRX, MEV e EDS, registrando-se traços de tungstênio e metais igualmente importantes. Entre as fases mineralógicas presentes predominaram a calcita, o quartzo e a anortita. Adicionou-se carga desse material a uma matriz polimérica de PTFE e avaliou-se a sua resposta tribológica em um conjunto de ensaios esclerométricos com indentador de 30° e se mediu a energia de deformação à luz dos mecanismos de desgaste associados.*

**Palavras-chaves:** Scheelita, Rejeito, Metais refratários, Tungstênio, Desgaste abrasivo.

### 1. INTRODUÇÃO

Neste Século XXI há forte mobilização ambiental e demanda para metais refratários oriundos de minérios como a scheelita norte-rio-grandense (de onde se obtém o tungstato de cálcio, em Currais Novos e Bodó, Brasil). Este trabalho se insere em um desenvolvimento tecnológico que se alinha à solução para uma exploração ambientalmente amigável.

No Brasil, a região do Seridó foi, na segunda metade do Século XX, o maior produtor de concentrado de minério de Tungstênio, tendo se destacado as grandes minerações scheelitíferas, merecendo destaque as minas Brejuí, de propriedade da Mineração Tomaz Salustino S/A, localizada em Currais Novos,

e Bodó no município homônimo, propriedade da Metais do Seridó S/A (METASA), ambas no Rio Grande do Norte, bem como, próximo à nascente do rio Seridó, a mina Quixaba, em Várzea, na Paraíba.

Desde o início da exploração, métodos e equipamentos rudimentares conferiram rejeito em quantidades significativas de minérios acumulados e depositados a "céu aberto", durante décadas na empresa.

As principais fontes de degradação de uma mineração são os depósitos de "(a) resíduos ou rejeitos decorrentes do processo de beneficiamento e (b) materiais estéreis, ou inertes, não aproveitáveis, provenientes do decapeamento superficial".<sup>(1)</sup>

Dessa forma, caracterizações químicas das pilhas de rejeitos de Scheelita das Minas Brejuí e Bodó, mostram-se eficazes no aproveitamento e valorização comercial do resíduo, através da extração de tungstênio e outros metais de interesse, como produto para aplicação em outros segmentos industriais.

O uso do tungstênio se deve à boa resistência mecânica que possui, principalmente às altas temperaturas. Ao vermelho vivo, a resistência ainda é mantida. De todos os metais, o tungstênio é o que apresenta maior resistência mecânica a temperaturas acima de 1650º C. Apresenta, também, resistência à corrosão, é bom condutor térmico e elétrico, tem um coeficiente de expansão térmica baixo, qualificando-o assim para aplicações tribológicas<sup>(2)</sup>.

Para isto, caracterizou-se o rejeito de scheelita, registrando-se traços de tungstênio e metais estratégicos e avaliou-se o desempenho tribológico de compósitos de PTFE, em que se utilizou esse rejeito como carga em três percentuais distintos.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

As amostras foram coletadas nas pilhas de rejeito resultantes da moagem e beneficiamento do minério scheelitífero, especificamente no ponto que representa o Rejeito Fino da Mina Brejuí, retirado da chamada pilha do Lago de Lama antigo.

As amostras foram homogeneizadas e quarteadas até que a massa se reduzisse a aproximadamente 300g. O método de homogeneização utilizado foi

à pilha na forma de tronco de cone e o método de quarteamento foi realizado em divisor tipo Jones.

Desta massa foram feitas novas homogeneizações/divisões até se obter duas amostras representativas com 300g cada. Em seguida pesada aproximadamente 100g do material, sendo posteriormente pulverizada e peneirada e sua granulometria reduzida a um tamanho de partícula inferior a 100 mesh.

Para o desenvolvimento dos compósitos o Rejeito de Scheelita (RS) foi misturado mecanicamente a um PTFE comercial na forma de pó, os quais foram comprimidos a uma pressão de 15000 lbf por 3 minutos. As amostras tinham as seguintes composições: PTFE / RS (85/15), PTFE / RS (75/25), PTFE / RS (65/35) % em peso.

## **2.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA**

A análise granulométrica foi realizada utilizando um difratômetro a laser marca Microtrac, modelo S3500 SDC, em meio líquido (H<sub>2</sub>O) para que haja a dispersão das partículas e a contagem. A massa utilizada foi correspondente a 100g.

## **2.2 ANÁLISE MINERALÓGICA**

### **2.2.1 Difração de Raios-X**

Para esta análise foram utilizadas partículas inferiores a #200 mesh e separadas amostras representativas do material quarteado.

As amostras foram caracterizadas por Difração de Raios X em um equipamento da marca Shimadzu, modelo XRD 6000 do Núcleo de Estudos de Petróleo e Gás Natural (NEPGN) utilizando uma fonte de radiação de Cu-K $\alpha$  com voltagem de 40 kV, corrente de 30 mA e filtro de Ni. Os dados foram coletados na faixa 2 $\theta$  de 10 a 100 graus e com uma velocidade de 1grau/min.

## **2.3 ANÁLISE QUÍMICA**

### **2.3.1 Fluorescência de Raios-X**

Objetivando obter informações sobre os elementos que poderiam estar presentes e seu percentual, a espectrofotometria por fluorescência de Raios-X, foi realizada utilizando a amostra passante na peneira mesh#325.

Foram analisadas amostras representativas de 5 g, após preparação utilizando-se pastilhas tendo como aglutinante o ácido bórico ( $H_3BO_3$ ) numa proporção de 5:1 (ácido bórico/amostra) onde, posteriormente, foi homogeneizada e prensada com uma carga de 15.000 lb (67 kN) com um tempo de pressão de um minuto, usando-se uma matriz de aço inox com o diâmetro de 30 mm. Este procedimento incluiu a preparação padrão de amostras.

A análise de FRX foi realizada num equipamento da marca Shimadzu modelo XRF-1800 sequencial, empregada a metodologia de dispersão por comprimento de onda (WD-XRF), sendo sua faixa de detecção desde o sódio (Na - Z=11) ao urânio (U - Z=92) e radiação  $RhK\alpha$  ( $\lambda = 0,615\text{Å}$ ).

## **2.4 EDS**

Realizou-se análise em Microscópio Eletrônico de Varredura, como microanálise em EDS, utilizando os seguintes parâmetros: Tempo de aquisição de 60.9s, tempo de processamento de 5s, voltagem de aceleração 15 KV.

## **2.5 ENSAIOS DE ESCLEROMETRIA**

O método utilizado é uma técnica tribológica que consiste em imprimir um movimento pendular em uma ponta cônica indentadora a partir de uma altura H, atingindo o corpo-de-prova com um único risco abrasivo, como mostrado na Figura 1.

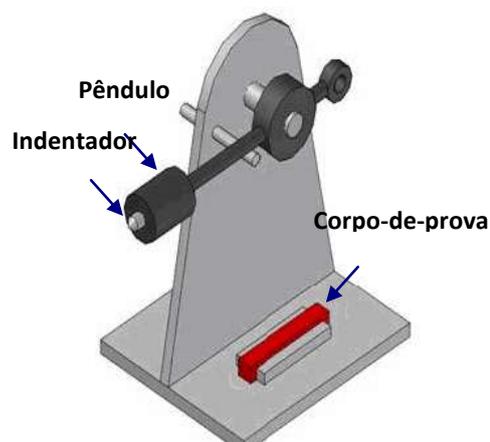


Figura 1. Desenho esquemático do esclerômetro.

O indentador (30°) de aço carbono AISI 1045, temperado e revenido, dureza de  $39\pm 13$  HRC é posicionado na extremidade inferior do pêndulo e atinge o corpo-de-prova, imprimindo o riscamento. A energia potencial é quantificada. Após riscar a amostra, a energia remanescente no pêndulo conduz a uma amplitude final de movimento e que se associa à parcela da energia não foi dissipada durante o riscamento.

A pressão de contato foi associada à energia de deformação necessária para promover o risco esclerométrico e aos mecanismos de desgaste identificados nos polímeros após o riscamento.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

A distribuição granulométrica (em volume) de tamanhos de partículas do rejeito de scheelita, obtida por difração a laser, é apresentada na Figura 2.

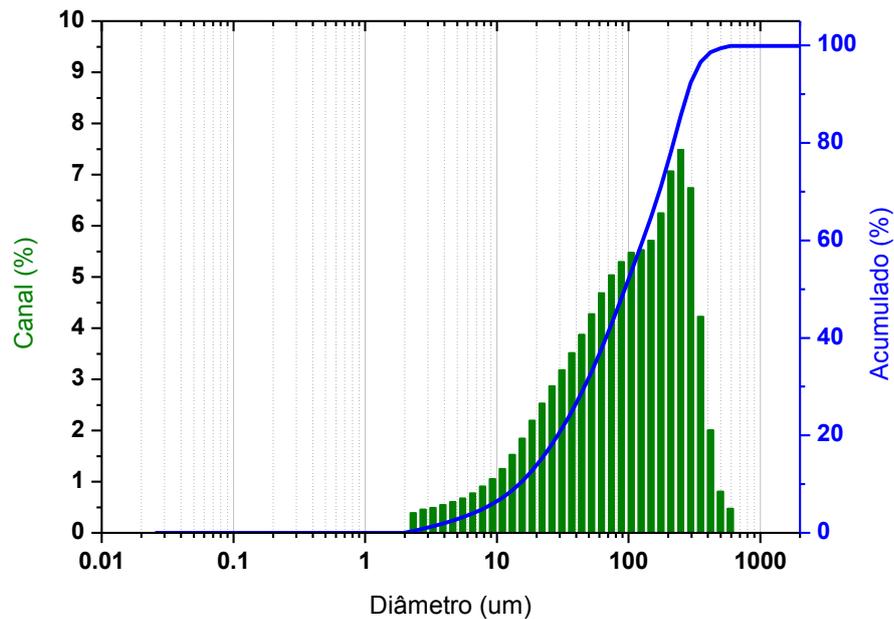


Figura 2: Gráfico da distribuição granulométrica (em volume) do rejeito de scheelita

A amostra apresenta uma larga distribuição de tamanhos de partículas compreendida na faixa de aproximadamente 2,0 até 600  $\mu\text{m}$ , tendo em sua maior quantidade partículas com tamanho em média 150  $\mu\text{m}$ . Como observado pode-se dizer que não houve uma aglomeração de partículas na hora do ensaio de granulometria apesar de se tratar de partículas com uma alta energia de superfície. Essa grande faixa de partículas que foi detectada deve-se ao fato de termos vários elementos diferentes e fases diferentes como pode ser visto a seguir com as análises de DRX e FRX.

### 3.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A Figura 3 apresenta os resultados do difratograma (DRX) obtido para a amostra de rejeito fino de scheelita da Mina Brejuí.

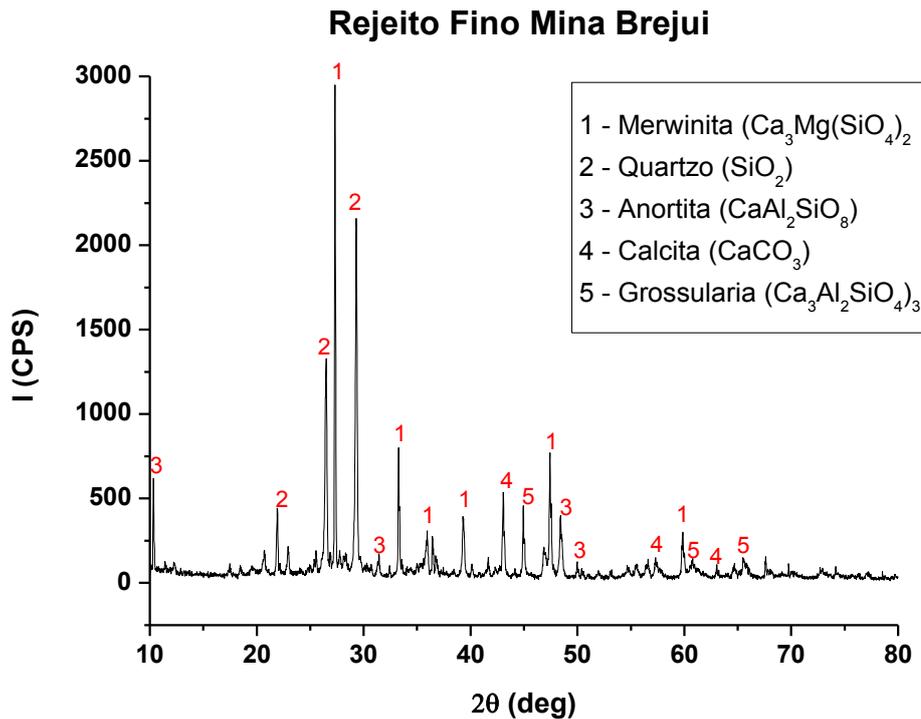


Figura 3: Difratoograma de rejeito fino de scheelita da Mina Brejuí

Para cada composto cristalino corresponde um padrão de difração diferente e característico, como se observa para a calcita e o quartzo.

Este resultado mostra a predominância da anortita, do quartzo e da merwinita, maiores picos, respectivamente e, minoritariamente, calcita e grossularia, representadas pelos picos menores.

FERNANDES (2011) realizou análise mineralógica com o rejeito de scheelita fino da Mina Brejuí e obteve resultado semelhante, com exceção do mineral merwinita, obtido no presente trabalho <sup>(2)</sup>.

### 3.3 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

A representatividade em termos percentuais dos elementos presentes na amostra do Rejeito Fino da Mina Brejuí, retirado da pilha do chamado Lago de Lama antigo, é mostrada na Tabela I.

Tabela I. Fluorescência de Raios-x do Rejeito da Mina Brejuí

Óxidos	Média Final
CaO	44.6336 %

SiO <sub>2</sub>	33.2700 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9.3114 %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.7030 %
MgO	4.6439 %
K <sub>2</sub> O	0.7223 %
MnO	0.4992 %
TiO <sub>2</sub>	0.3677 %
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.3172 %
Na <sub>2</sub> O	0.2847 %
SO <sub>3</sub>	0.1718 %
WO <sub>3</sub>	0.0563 %
SrO	0.0188 %

A caracterização química das amostras do rejeito fino da mina Brejuí mostra que os principais óxidos presentes são CaO (em média 44,6336%) e SiO<sub>2</sub> (em média 33.2700%), o que corresponde a mais de 77 % do total dos compostos apresentados.

Os resultados indicam que os minerais mais importantes em quantidade devem ser a calcita e o quartzo. Isso advém do fato que as mineralizações encontram-se associadas aos calcários cristalinos (mármore), razão pela qual os rejeitos são ricos em carbonatos.

O composto de grande importância, o trióxido de tungstênio – WO<sub>3</sub> apresentou uma porcentagem reduzida, na ordem de 0,0563%. Este resultado era esperado, pois o material é oriundo de rejeito do processo de beneficiamento da scheelita.

### 3.4 EDS

Através da microanálise, detectou-se a presença de tungstênio, tântalo, alumínio, cálcio, magnésio, como pode ser observado na Figura 4.

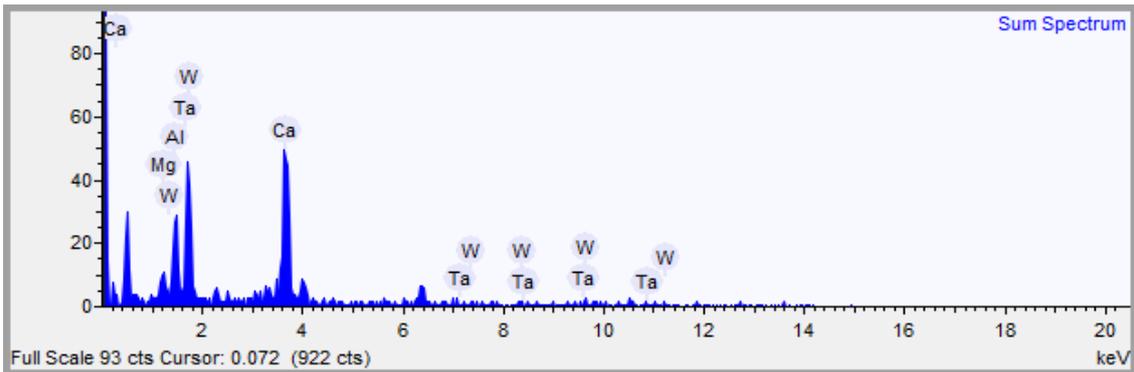


Figura 4: Resultado de microanálise de rejeito fino de scheelita da Mina Brejuí

### 3.5 ENSAIOS DE ESCLEROMETRIA

A energia de deformação é aquela necessária para promover riscos esclerométricos nos corpos-de-prova do PTFE em seus três níveis de carga mineral, Figura 5. Assim, os efeitos do Rejeito de Scheelita no PTFE associam-se diretamente à resposta tribológica do material polimérico e, neste escopo, pode-se constatar, no presente estudo, uma saturação a 25% de rejeito.

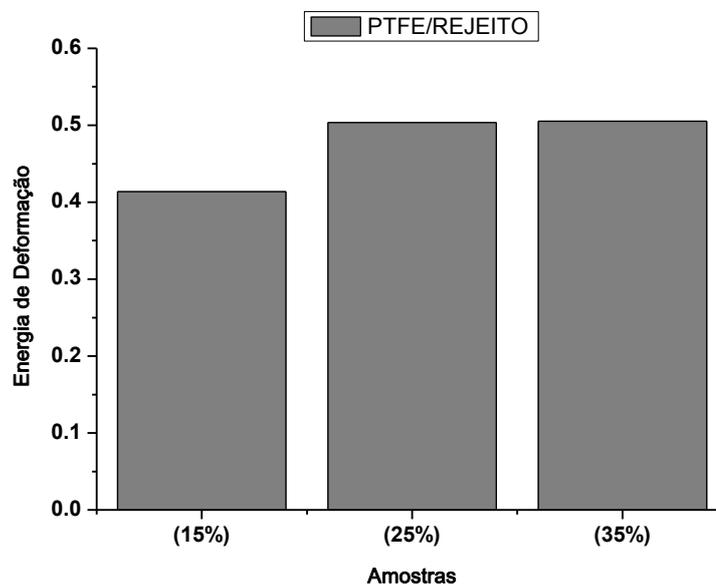


Figura 5: Resultados de Energia de Deformação das amostras ensaiadas

A saturação da carga do PTFE no entorno de 25% associa-se aos valores similares da sua Energia de Deformação com a do PTFE com carga de 35%, Figura 5. A teores menores, há uma relação linear entre o Rejeito de Scheelita presente no PTFE e a Energia de Deformação devida ao riscamento do polímero.

A morfologia das superfícies desgastadas foi analisada através de Microscopia Eletrônica Varredura (MEV), buscando-se identificar mecanismos de desgaste associados às solicitações tribológicas por riscamento.

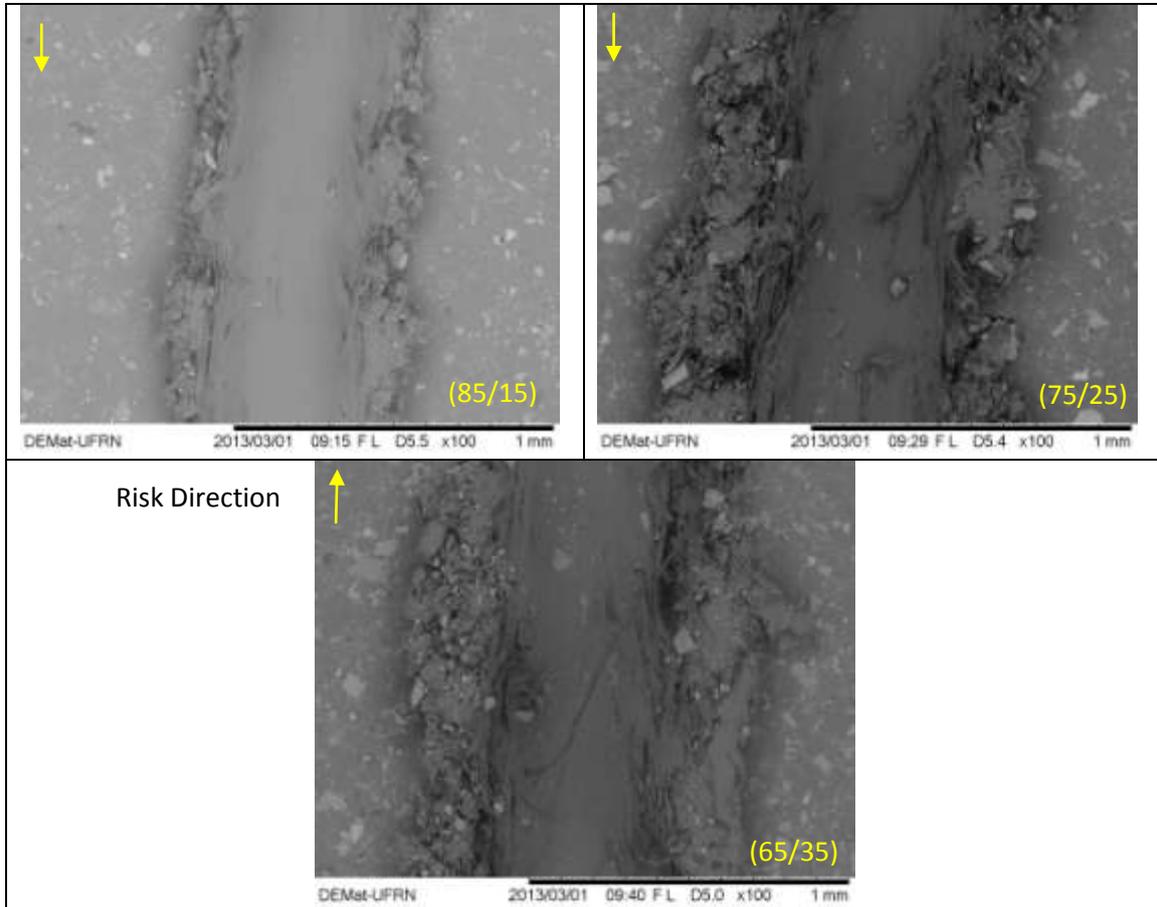


Figura 6: Imagens em Microscópio Eletrônico de Varredura dos riscos indentados com ângulo de 30°.

Na Figura 6, têm-se imagens MEV dos riscos gerados pela passagem do indentador de 30° nos C.P. Verifica-se que houve deposição de material em ambas as bordas laterais do risco, caracterizando abrasão por sulcamento. Material aderido à ponta do indentador e as dimensões do risco caracterizaram abrasão por corte, Figura 7, principalmente nas composições (75/25) e (65/35).



Figura 7: Material do C.P aderido ao indentador

#### 4 CONCLUSÕES

1. A utilização dos rejeitos investigados na forma de carga em compósitos de PTFE submetidos aos ensaios esclerométricos pendulares demonstrou uma associação entre sua quantidade e a Energia de deformação, identificando-se uma saturação no entorno de 25% de rejeito, valor a partir do qual a resistência ao risco se mantém aproximadamente constante.
2. Adotaram-se técnicas de caracterização neste trabalho que são normalmente usadas no estudo de minérios, de modo a associá-las aos resultados experimentais.
3. Os resultados da análise por DRX indicaram que o rejeito de scheelita utilizado continha também calcita, quartzo, anortita, merwinita e grossularia. As análises de FRX revelaram teores significativos de  $\text{CaO}$  e  $\text{SiO}_2$ , indicando uma grande concentração de calcita e quartzo, enquanto detectou-se um pequeno teor de  $\text{WO}_3$ , sugerindo a existência de finos de  $\text{WO}_3$

em escala nanométrica, comprovada pela linha de base do DRX, na fase amorfa.

## 5 REFERÊNCIAS

1. IBRAM, Mineração e Meio Ambiente. IBRAM, Belo Horizonte, 59p, 1987.
2. FERNANDES, B. R. B. Aproveitamento dos finos de scheelita utilizando Concentração Centrífuga e lixiviação ácida. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Mineral) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Brasil, 2011.
3. Briscoe, B. J.; Isolated contact stress deformations of polymers: the basis for interpreting polymer tribology. Tribology Internacional, v. 31, (1-3), 1998, 6-121;
4. Sinha S. K., Lim D.B.J.; Effects of normal load on single-pass scratching of polymer surfaces. Wear 260, 2006, 751–765.

## TRIBOLOGICAL CHARACTERIZATION OF TAILINGS FROM A TUNGSTEN MINE

*The tailings storage scheelite open resulting from exploitation of mines in the region of New Corral and Bodó, Rio Grande do Norte, Brazil, has generated over the period 1960-2013, a strong environmental liability. Aiming to study alternatives and enable reuse of scheelite to environmental remediation, evaluated the characteristics of these materials. One possibility of reuse is the extraction of tungsten, a strategic refractory metal in industrial applications. As a result of mining highlights the storage of tailings in the open which led a strong environmental liability. Aiming to study alternatives and enable reuse of scheelite to environmental remediation, it is necessary to evaluate the characteristics of these materials. One possibility is to reuse the extraction of tungsten, as a product of industrial applications. We investigate laser particle size distribution, chemical and mineralogical characteristics obtained from tests XRD, XRF, SEM and EDS, recording traces of tungsten and metals equally important. Among the mineral phases present predominant calcite, quartz and anorthite. Was added charge of these material to a PTFE polymeric matrix and evaluated their response to a tribological test package with indenter of 30° and measured strain energy in light of the associated wear mechanisms.*

Keywords: Scheelite, tailings, refractory metals, tungsten, abrasive wear