

Determinação de sílica total em feldspatos por gravimetria

Vinicius Bispo Viana

Bolsista Capacitação Institucional, COAM, CETEM

Maria Inês Couto Monteiro

Orientadora, Pesquisadora, D. Sc.

Resumo

Os feldspatos possuem numerosas aplicações na indústria devido ao seu teor em álcalis e alumina. Eles são utilizados principalmente nas indústrias de vidro e cerâmica. Para sua utilização, esses minerais precisam atender a especificações de parâmetros químicos, entre eles a concentração de sílica (SiO_2) total. Apesar da análise gravimétrica envolver um maior número de etapas e ser mais demorada que a fluorescência de raios-X (FRX), ela é uma análise absoluta e mais precisa. Também, pode ser utilizada para validar os resultados obtidos com a FRX, principalmente quando há dificuldades em se obter materiais de referência de composição semelhante às das amostras para a preparação das curvas de calibração. Neste trabalho, são apresentadas as diversas etapas envolvidas na análise gravimétrica de SiO_2 total em feldspatos. Para a avaliação da exatidão dos resultados obtidos, foi utilizado o material de referência certificado NIST 70a.

1. Introdução

Os feldspatos pertencem a um grupo de silicatos de alumínio contendo diferentes concentrações de potássio, sódio, cálcio e mais raramente bário. No Brasil, a reserva medida é da ordem de 317,3 milhões de toneladas, distribuída entre os estados do Paraná (28,3%), Minas Gerais (13,4%), Paraíba (10,4%), Rio Grande do Norte (10,2%), Rio de Janeiro (10,1%), Bahia (8,9%), São Paulo (8,2%), Santa Catarina (6,2%), Tocantins (4,3%), Ceará (0,03%) e Espírito Santo (0,02%). A produção mundial de feldspato em 2011 atingiu aproximadamente 20,9 milhões de toneladas, e os maiores produtores foram: Turquia (23,9%), Itália (22,4%), China (10,0%), Estados Unidos da América (3,3%), França (3,1%), Coreia do Sul (3,0%), Tailândia (3,0%), Japão (2,9%), e Espanha (2,9%). A produção brasileira responde por aproximadamente 1,6% do total mundial (PEREIRA JÚNIOR, 2012).

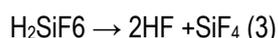
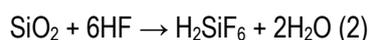
Os feldspatos possuem numerosas aplicações na indústria, devido ao seu teor em álcalis e alumina. As aplicações mais importantes são: (a) fabricação de vidro (sobretudo feldspatos potássicos; reduzem a temperatura de fusão do quartzo, ajudando a controlar a viscosidade do vidro); (b) fabricação de cerâmicas (são o segundo ingrediente mais importante depois das argilas; aumentam a resistência e durabilidade das cerâmicas); (c) como material de incorporação em tintas, plásticos e borrachas devido à sua boa dispersibilidade, por serem quimicamente inertes, apresentarem pH estável, alta resistência à abrasão e congelamento e pelo seu índice de refração (nestas aplicações usam-se feldspatos finamente moídos); (d) produtos vidrados, como louça sanitária, louça de cozinha e porcelanas para aplicações elétrica e (e) em eletrodos de soldadura, abrasivos ligeiros, produção de uretano, espuma de látex e agregados para construção.

Cerca de 60% da produção nacional é utilizada das indústria da cerâmica; 35% na de vidro e 5% em outras aplicações (RAMOS, L.J., 2001).

De acordo com Tavares e colaboradores (2005), as principais dificuldades existentes no aproveitamento desses minerais dizem respeito à distância das minas em relação aos pólos industriais, e a falta de conhecimento das características químicas e mineralógicas e suas variações por parte da indústria. Um dos importantes parâmetros a serem monitorados é a concentração de sílica (SiO₂) total. Na fabricação de cerâmica de 1ª qualidade, as concentrações de SiO₂ nos feldspatos não devem exceder 67,0%.

Os métodos geralmente utilizados para a determinação da concentração de SiO₂ total em amostras de feldspato é a gravimetria e a FRX. Apesar da análise gravimétrica envolver um maior número de etapas e ser mais demorada que a FRX, ela é uma análise absoluta e mais precisa. Também, pode ser utilizada para validar os resultados obtidos com a FRX, principalmente quando há dificuldades em se obter materiais de referência de composição semelhante às das amostras para a preparação das curvas de calibração.

Na análise gravimétrica, as amostras de feldspato finamente pulverizadas, geralmente com granulometria < 0,105 mm, são submetidas a várias etapas, envolvendo fusão da amostra; seguida da insolubilização da sílica; medida da massa de SiO₂ contendo impurezas (M₁); volatilização do tetrafluoreto de silício; medida do resíduo contendo as impurezas (M₂) e finalmente o cálculo da SiO₂ pura contida na amostra, considerando a diferença entre M₁ e M₂ e a massa da amostra de feldspato. As reações envolvidas na fusão do feldspato com carbonato de sódio (reação 1) e da formação do tetrafluoreto de silício por fluorização da sílica (reações 2, 3) (FURMAN, 1975, OHLWEILER, 1976) são representadas a seguir:



2. Objetivos

Determinar a concentração de sílica total em amostras de feldspato utilizando análise gravimétrica. Avaliar a exatidão dos resultados obtidos, utilizando o material de referência certificado NIST 70a.

3. Material e Métodos

3.1. Material

Todos os reagentes utilizados foram de grau analítico, e a água utilizada para o preparo das soluções foi deionizada em um sistema da Aquapur, modelo Permutation E.J. Krieger & Cia LTDA (Paraná, Brasil). Os reagentes Na₂CO₃, K₂CO₃ e os ácidos (HCl, HF e H₂SO₄) foram fornecidos por VETEC (Brasil). Foram utilizados: um dessecador contendo sílica gel para arrefecimento dos materiais até a temperatura ambiente; uma estufa da Nova Ética, modelo NE 0807 (Brasil) para secagem a 100°C das amostras pulverizadas; uma balança analítica

da Ohaus Corporation, modelo AR 2140 (NJ, USA); um forno mufla da Fornaço (Brasil), um moinho de bolas Modelo Pulverisette 6 para a pulverização das amostras e uma peneira para a separação das partículas < 0,105 mm. Foram analisadas cinco amostras de feldspato e o material de referência certificado de feldspato potássico (K-feldspato) NIST 70a, contendo $67,1 \pm 5\%$ de SiO_2 . No certificado não foi informado o número de determinações.

3.2. Pré-tratamento da amostra

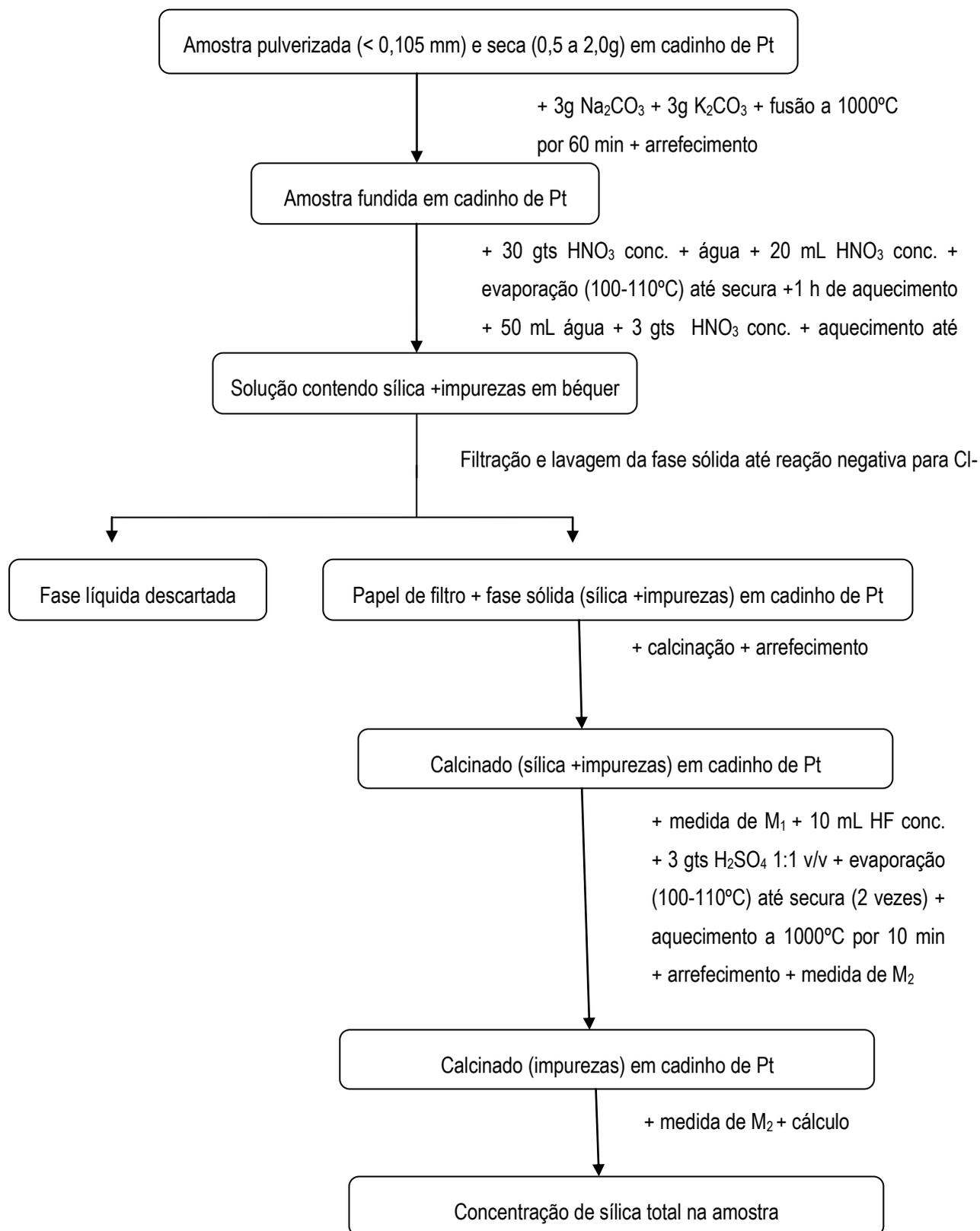
As amostras de feldspato foram pulverizadas (< 0,105 mm), secas a 100°C por 1h, e arrefecidas até a temperatura ambiente.

3.3. Procedimento

Uma massa de 0,5 a 2,0 g de amostra pré-tratada foi transferida para um cadinho de platina. Foi adicionada uma mistura de fundentes, contendo aproximadamente 3 g de Na_2CO_3 e 3 g de K_2CO_3 . A amostra e os fundentes foram misturados. Em seguida, a mistura foi coberta com uma camada fina de Na_2CO_3 . O procedimento de fusão da amostra foi realizado em um forno mufla mantido a 1000°C por 60 min. Após arrefecimento até a temperatura ambiente, o cadinho foi transferido para um béquer de 400 mL, e foram adicionadas 30 gotas de HNO_3 concentrado e água até cessar a reação. Então, foi adicionado um excesso (cerca de 20 mL) de HNO_3 concentrado. Em seguida, o cadinho foi retirado, lavando-o com água, e a solução foi evaporada em chapa de aquecimento com temperatura branda ($100 - 110^\circ\text{C}$) até a secura, e mantida na chapa de aquecimento durante 1 h para insolubilizar a sílica. Após essa etapa, as impurezas foram diminuídas por sua solubilização com a adição de 50 mL de água e 3 gotas de HNO_3 concentrado. A solução foi aquecida até ebulição, e em seguida, filtrada em papel de malha fechada. O filtrado foi descartado, enquanto que o sólido contendo sílica + impurezas foi lavado com água quente até que a reação para cloretos fosse negativa. Em seguida, o papel de filtro contendo a fase sólida foi transferido para um cadinho de platina, e calcinado a 1000°C durante 60 min. A massa do cadinho contendo o calcinado foi medida (M_1), após seu arrefecimento até a temperatura ambiente. Foram adicionadas 10 mL de HF concentrado e 3 gotas de solução de H_2SO_4 1:1 v/v, e o cadinho foi aquecido em chapa com temperatura branda até a secura. Este tratamento teve como finalidade volatilizar o tetrafluoreto de silício formado, e foi repetido mais uma vez para a completa volatilização do tetrafluoreto de silício. O cadinho contendo as impurezas foi aquecido em forno mufla a 1000°C por 10 min. Após arrefecimento até a temperatura ambiente, a massa do cadinho contendo a fase sólida (impurezas) foi medida (M_2). A Figura 1 apresenta um fluxograma descrevendo as etapas do procedimento. A concentração de SiO_2 total foi calculada através da equação:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{M_1 - M_2}{m} \times 100$$

Onde: M_1 é a massa (g) do cadinho contendo SiO_2 e impurezas; M_2 é a massa (g) do cadinho contendo impurezas e m é a massa (g) da amostra pré-tratada.



4. Resultados e Discussão

Foram analisadas cinco amostras de feldspato em triplicata. Para a avaliação da exatidão dos resultados obtidos, foi utilizado o material de referência certificado NIST 70a. As amostras apresentaram concentrações de SiO₂ total (66,1 ± 0,2; 66,5 ± 1,2; 66,6 ± 0,5; 66,9 ± 0,9; e 67,1 ± 2,1%) na faixa de 66,1 a 67,1%. A concentração média de SiO₂ encontrada para o NIST 70a foi de 66,5 ± 1,0%, indicando uma boa recuperação (99,1%) e assim, validando o procedimento.

5. Conclusão

O procedimento foi adequado para a determinação de SiO₂ nas amostras de feldspato estudadas.

6. Agradecimentos

Agradeço ao programa de Capacitação Institucional - PCI/CNPq pela bolsa concedida, à minha orientadora Dra. Maria Inês de Couto Monteiro, ao apoio dado pela Dra. Fernanda Veronesi Marinho Pontes, ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) e a toda equipe da COAM.

7. Referências Bibliográficas

FURMAN, N.H., **Standard Methods of Chemical Analysis**, Vol. 1, 6th Ed., Ed. Robert E. Krieger Publishing Co., Malabar, 1975.

OHLWEILER, O.A., **Química Analítica Quantitativa**, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2ª Ed., vol. 1, 365 pp., 1976.

PEREIRA JÚNIOR, R.F., **Sumário Mineral**, DNPM/MG, 2012.

RAMOS, L.J. Feldspato. **Balanco Mineral Brasileiro**, 2001. Disponível em: www.dnpm.gov.br/assets/.../balancomineral2001/feldspato.pdf. Acesso em: 07/03/2013.

TAVARES, S.T.P., CASTAÑEDA, C., SOARES, A.C.P., A importância da caracterização química e mineralógica do feldspato para a sua utilização na indústria cerâmica e vidreira. **Cerâmica Industrial**, v.10, n.4, 2005.