O Papel da Granulometria de Resíduos Minerais de Lítio na Formação de Zeólita A: Análise Comparativa dos Efeitos das Curvas Granulométricas e Fases Minerais.

Swianny P. A. de Oliveira 1\*a, Aryandson Silva 1, Manuela S. M. Oliveira 1, Lindiane Bieseki 1, Leonardo L. Santos 1\*b, Sibele B. C. Pergher 1

*1 Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Laboratório de Peneiras Moleculares (LABPEMOL) – IQ 2, Av Senador Salgado Filho 3000, 59078-970 Natal/RN – Brasil.*

\*a SwiannyP@gmail.com \*b leo.leandro25@gmail.com

Resumo/Abstract

RESUMO - A busca por abordagens sustentáveis na síntese de zeólitas a partir de matérias-primas alternativas é de extrema importância. Este estudo investigou o uso de resíduos minerais, provenientes do processamento de lítio, como fontes viáveis para a síntese da zeólita A. Para isso, empregou-se a análise granulométrica e o refinamento Rietveld, o que permitiu, respectivamente, caracterizar as partículas e sua distribuição, revelando a influência do tamanho na reatividade e eficiência energética do processo de síntese, e identificar as fases minerais presentes nos resíduos, sendo crucial para determinar a concentração das espécies cristalinas e o tamanho das partículas. A integração dessas análises permitiu insights valiosos para a otimização da síntese de zeólita A a partir dos resíduos minerais de lítio, alinhados com os objetivos globais estabelecidos pela ONU em sua agenda de 2030, que enfatiza o desenvolvimento sustentável e o uso responsável dos recursos naturais.

*Palavras-chave: Resíduo Mineral, Zeólita A, Curva Granulométrica, Rietveld, Agenda ONU 2030.*

ABSTRACT - The pursuit of sustainable approaches in the synthesis of zeolites from alternative raw materials is of paramount significance. This current study delved into the utilization of mineral residues derived from lithium processing as plausible sources for zeolite A synthesis. To achieve this, an amalgamation of particle size analysis and Rietveld refinement was undertaken. The former facilitated the comprehensive characterization of particles and their ensuing distribution, thereby revealing the pivotal influence of particle size on the reactivity and energy efficiency intrinsic to the synthesis process. The latter engendered the identification of mineral phases present within the residues, a pivotal factor in determining the concentration of crystalline species and the dimensionality of particles. The amalgamation of these analytical pursuits bestowed valuable insights into the optimization of zeolite A synthesis derived from lithium mineral residues, thereby harmonizing with the overarching global objectives delineated by the United Nations' 2030 agenda, which notably underscores the imperatives of sustainable development and the judicious stewardship of natural resources.

*Keywords:* *Mineral residue, Zeolite A, Granulometric Curve, Rietveld, UN agenda.*

## Introdução

A síntese de zeólitas a partir de matérias-primas alternativas desempenha um papel crucial na busca por soluções mais sustentáveis e eficientes na produção desses materiais altamente valorizados. Dentro desse contexto, destaca-se o potencial de resíduos minerais, como os provenientes do processamento de lítio, como fontes viáveis para a síntese de zeólita A (1). Nesse cenário, a granulometria e o refinamento Rietveld emergem como ferramentas essenciais para investigar e otimizar a utilização desses resíduos, permitindo uma compreensão profunda da distribuição de tamanho de partículas e das fases minerais presentes.

A granulometria é essencial para caracterizar partículas sólidas, informando sobre distribuição de tamanho e morfologia (2). O refinamento usando o método Rietveld, por sua vez, permite a determinação precisa da estrutura cristalina de materiais (3-4). Assim, a análise comparativa das fases minerais em diferentes amostras de resíduos minerais permite identificar variações nas composições, o que é crucial para selecionar os materiais mais adequados para a síntese da zeólita A.

Por meio da integração da análise granulométrica com o refinamento Rietveld, este estudo tem como objetivo fornecer insights valiosos para a otimização da síntese de zeólita A, a partir de resíduos minerais oriundos do processamento de lítio. A compreensão aprofundada da distribuição de tamanho de partículas e da estrutura cristalina permitirá a seleção criteriosa dos parâmetros mais adequados para a eficiência e sustentabilidade do processo de síntese. Nesse sentido, a observância da agenda da ONU de 2030, que enfatiza a necessidade de ações voltadas para o desenvolvimento sustentável e a utilização responsável de recursos naturais, confere uma relevância ainda maior a esta pesquisa (5).

## C:\Users\Administrador.JURIDICO02\Downloads\Imagem7.emfExperimental

Análise Granulométrica: os ensaios de granulometria seguiram a ABNT-NBR 7181/2018 (6); Caracterização e Interpretação: classificação dos percentuais de distribuição nas faixas de abertura das peneiras, identificação de tendências, e extração dos parâmetros de diâmetro efetivo (D10), coeficiente de uniformidade (Cu) e coeficiente de curvatura (Cc). As análises de DRX foram conduzidas em um difratômetro de pó de raios-X (0.5°/min 2Ɵ), utilizando radiação Cu Kα (40 kV, 25 mA). As fases cristalinas foram identificadas no software HighScorePlus® versão 3.0.4. No refinamento, os ajustes foram realizados para: largura de pico a meia altura (FWHM), coeficientes assimétricos, fator de escala, parâmetros de rede e elementos polinomiais da linha de base, utilizando o software DIFFRAC.TOPAS©. Os dados de FWHM foram usados para calcular o tamanho de partícula, utilizando a equação de Scherrer (5). O procedimento de síntese da zeólita A foi baseado nos trabalhos de Bieseki (7) e Oliveira (8).

## Resultados e Discussão

Os principais elementos constituintes dos resíduos A e B, respectivamente (SiO2 73,1 e 74,4%, Al2O3 19,3 e 19,1%; CaO 3,0 e 3,6%; Li2O 1,6 e 1,0%;) ressalta a dependência com a granulometria acima de 88% (Fig. 1) da rocha de origem (espodumênio) e do processamento ao qual foi submetida (britagem).

**Figura 1.** Curvas granulométricas dos resíduos A e B.

O coeficiente de uniformidade (Cu) das partículas de resíduos de processamento de lítio foi abaixo de 15, indicando uniformidade nos tamanhos das partículas. Isso é positivo para a movimentação da água entre as partículas e também favorece tratamentos hidrotermais devido aos diâmetros efetivos (D10) menores que 0,003. A granulometria homogênea dos resíduos contribui para a formação de zeólitas, já que a distribuição uniforme das partículas (88% silte e 12% areias) permite melhor hidratação e ocupação dos espaços vazios.

Os gráficos na Fig. 2 exibem os refinamentos dos dados derivados da análise de DRX dos resíduos. A Fig. 3 mostra o tamanho de partícula calculado para cada plano atômico da zeólita A e o refinamento dos dados.

**Figura 2.** DRX experimental e calculado após refinamento dos resíduos A (a) e B (b). R= erro esperado; R-WP= erro obtido; S= razão R-WP/R.

**Figura 3.** Tamanho de partícula (a) e DRX (b), calculados via Rietveld para a zeólita A.

O valor baixo de S indica uma correspondência significativa entre os difratogramas calculados e experimentais, com semelhanças superiores a 86% para a zeólita (Fig. 3.b) e em média de 81% para os resíduos (Fig. 2.a e 2.b), o que é adequado considerando a complexa estrutura do aluminossilicato de lítio. O tamanho de partícula varia de 46 a 72 nm, exibindo um comportamento gaussiano na curva (Fig. 3.a), típico de sistemas cúbicos (8).

## Conclusões

A realização dos ensaios de caracterização física possibilitou o conhecimento dos constituintes e das propriedades dos resíduos de processamento de lítio na síntese de zeólita A.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq (407801/2022-7) pelo apoio financeiro destinado a este trabalho.

## Referências

1. J. Outram; et al., *ChemEngResDes*, **2023**, 189, 358-370.
2. J. C. M. de Lelis Soares, Dissertação de Mestrado, UFMG, 2021.
3. A. R. Loiola; et al., *J. Colloid Interface Sci.*, **2012**, 367.1, 34-39.
4. S. M. Al-Jubouri; et al., *J. Eng. Sci. Technol*, **2018**, 13, 4066-4077.
5. L. V. Azároff, *X-ray crystallografy*, McGraw-Hill, New York, 1968.
6. NBR 7181, Rio de Janeiro, 2018.
7. L. Bieseki; et al., *Cerâmica*, **2013**, 59, 352.
8. M. S. M. de Oliveira, Dissertação de Mestrado, UFRN, 2016.