

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Dissertação de Mestrado

**“Rotas de processo para concentração de minérios
itabiríticos e hematíticos da Mina de Fábrica”**

Autor: William Kaiser dos Santos

Orientador: Prof. George Eduardo Sales Valadão

Março / 2009

William Kaiser dos Santos

**“ROTAS DE PROCESSO PARA CONCENTRAÇÃO DE MINÉRIOS
ITABIRÍTICOS E HEMATÍTICOS DA MINA DE FÁBRICA”**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em
Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Tecnologia Mineral

Orientador: Prof. George Eduardo Sales Valadão

Belo Horizonte

Escola de Engenharia da UFMG

2009

DEDICATÓRIA

À memória da minha inesquecível esposa Jaqueline Alves Maia dos Santos.

À minha amada mãe Nilce Marques dos Santos amado e pai José dos Santos.

À minha querida filha Carolina Kaiser Maia dos Santos.

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, agradeço a Deus por conceder-me força, perseverança e lucidez para execução e conclusão do presente trabalho.

Agradeço a todos aqueles que, direta ou indiretamente, colaboraram na elaboração deste trabalho e, em particular:

Ao Professor George Valadão, grande orientador, por suas recomendações objetivas e críticas construtivas que muito contribuíram para a elaboração e conclusão deste trabalho.

Ao Paulo Sérgio de Oliveira e Professor Antônio Eduardo Clark Peres, pelo incentivo, contribuições e oportunidade.

Aos Colegas de trabalho do Centro de Pesquisas Tecnológicas de Itabira, Alegria e a equipe de processo do sistema sul da Vale, que colaboraram em muito para esta conquista.

À Vale - Companhia Vale do Rio Doce pelo apoio e permissão de utilização e divulgação destes dados e resultados.

A minha família, pais, filha e amigos pela compreensão da ausência.

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	5
2.	OBJETIVOS	8
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
3.1.	ASPECTOS GERAIS	9
3.2.	COMPANHIA VALE DO RIO DOCE, CVRD (1992) E CVRD (2004)	10
3.3.	MODELOS MATEMÁTICOS	14
3.3.1.	CONCEITOS DE MODELO MATEMÁTICO, GUILLANEAU (1993), MARTINS (1997)	14
3.4.	SIMULAÇÃO DE PROCESSO	16
3.4.1.	SIMULAÇÃO ESTÁTICA, SASTRY (1990), DURANCE (1994)	18
3.4.2.	SIMULAÇÃO DINÂMICA, MANTILLA (2007)	20
3.4.3.	SIMULADOR DE PROCESSOS, MARTINS (1996)	23
3.5.	BALANÇO DE MASSA, WILLS (1997)	24
3.5.1.	SENSIBILIDADE DA EQUAÇÃO DE RECUPERAÇÃO METÁLICA	25
3.5.2.	SENSIBILIDADE DA EQUAÇÃO DE RECUPERAÇÃO EM MASSA	26
3.5.3.	RECONCILIAÇÃO DE DADOS EM EXCESSO	26
3.6.	CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA, SCHNEIDER (1995), NEUMANN (1999)	30
3.6.1.	IDENTIFICAÇÃO DOS MINERAIS, SCHNEIDER (1995), NEUMANN (1999)	33
3.6.2.	TÉCNICAS DE MINERALOGIA APLICADA À CARACTERIZAÇÃO, SANT' AGOSTINHO E KAHN (1997)	34
3.6.2.1.	TÉCNICAS DE MICROSCOPIA ÓPTICA, SANT' AGOSTINHO E KAHN (1997)	36

3.6.2.2.	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X, SANT' AGOSTINHO E KAHN (1997), KAHN (2001)	37
3.6.2.3.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E MICROANÁLISE QUÍMICA, SANT' AGOSTINHO E KAHN (1997), KAHN (2001)	47
3.6.2.4.	ANÁLISES QUÍMICA, RATTI (2001)	53
3.6.2.5.	TÉCNICAS DE MINERALOGIA APLICADAS À IDENTIFICAÇÃO DE FASES TERROSAS	58
3.7.	MINERALOGIA DO MINÉRIO DE FERRO	59
3.7.1.	MINERAIS PORTADORES DE FERRO, DANA (1984)	59
3.7.2.	MINERAIS DE GANGA, DANA (19784)	64
3.8.	BENEFICIAMENTO MINA DE FÁBRICA, CVRD (2005)	67
3.9.	CONCENTRAÇÃO MAGNÉTICA, UNDERLBACH (1990)	75
3.9.1.	CONCEITOS BÁSICOS	75
3.10.	CONCENTRAÇÃO DE MINÉRIOS DE FERRO POR FLOTAÇÃO, PERES (2003), IWASAKI (1983), HOUOT (1983)	80
3.10.1.	BREVE HISTÓRIA DA FLOTAÇÃO, QUEIROZ (2003)	80
3.10.2.	PRINCIPAIS CONCEITOS	84
3.10.3.	MECANISMOS DE ADSORÇÃO DE AMINAS EM MINERAIS OXIDADOS DE FERRO E EM QUARTZO	87
3.10.4.	UTILIZAÇÃO DO AMIDO COMO DEPRESSOR DE MINERAIS DE FERRO NA FLOTAÇÃO CATIONICA DO QUARTZO	91
3.11.	MÉTODOS DE CONCENTRAÇÃO ATUALMENTE USADOS NO BRASIL, ARAÚJO (2003) E ERNANDES (2005)	93
3.11.1.	DADOS HISTÓRICOS	93
3.11.2.	PRÁTICAS CORRENTES	94
3.11.3.	OBSERVAÇÕES	95
4.	METODOLOGIA	97
4.1.	OBTENÇÃO DO BALANÇO DE MASSAS DO CIRCUITO ATUAL	97

4.2.	AMOSTRAS	107
4.3.	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	107
4.4.	TESTE DE FLOTAÇÃO EM BANCADA	115
4.5.	TESTE EM CIRCUITO PILOTO	115
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	118
5.1.	ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO	118
5.2.	ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA	124
5.2.1.	TESTE DE FLOTAÇÃO EM BANCADA	125
5.2.2.	TESTE DE SEPARAÇÃO MAGNÉTICA EM BANCADA	128
5.2.3	TESTE COM SEPARAÇÃO MAGNÉTICA PILOTO	132
5.2.4.	TESTE DE FLOTAÇÃO PILOTO	139
6.	CONCLUSÕES	149
7.	TRABALHOS FUTUROS	151
8.	BIBLIOGRAFIA	152

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Mapa de localização da mina de Fábrica	7
Figura 3.4.1	Base da simulação estática	19
Figura 3.4.2	Macrofluxo da simulação dinâmica de processo	22
Figura 3.6.1	Tubo de raios-X	39
Figura 3.6.2	Espectro de raios-X contínuo e característico para o molibdênio a 35kV. No quadro à direita é detalhado o espectro referente à linha $K\alpha$, mostrando $K\alpha_1$, $K\alpha_2$	41
Figura 3.6.3	À esquerda, espectro de emissão de raios-X do Cu mostrando as linhas $K\alpha$ e $K\beta$ e a banda de absorção do Ni. À direita tem-se o espectro obtido com o emprego do filtro de Ni (remoção da linha $K\beta$)	42
Figura 3.6.4	Câmara de pó ou de Debye – Scherrer	43
Figura 3.6.5	Geometria Bragg-Bretano de um difratômetro de raios-X, mostrando as diferentes fendas utilizadas	44
Figura 3.6.6	Esquema geral do microscópio eletrônico de varredura	48
Figura 3.6.7	Interação elétrons – amostra	50
Figura 3.7.1	Mineral de Hematita, baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003)	60
Figura 3.7.2	Mineral de Ghöetita, baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003)	62
Figura 3.7.3	Mineral de Magnetita, baseado na tabela dos principais tipos	63

	texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003)	
Figura 3.7.4	Mineral de Quartzo, baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003)	63
Figura 3.7.5	Mineral de Caulinita, baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003)	66
Figura 3.8.1	Fluxograma da planta de tratamento de minério da mina de Fábrica	68
Figura 3.8.2	Fotografias do sistema de empilhamento e retomada da mina de Fábrica, após a britagem primária	69
Figura 3.8.3	Fotografia dos britadores cônicos secundários	70
Figura 3.8.4	Fotografia do concentrador magnético Humbolt modelo DP317	72
Figura 3.8.5	Fotografia de um dos espessadores de rejeito de 70m de diâmetro	73
Figura 3.8.5	Fotografia de um banco de espirais duplas com sete voltas	74
Figura 3.9.1	A = Concentrador Magnético de Tambor (WDRE Eries/Inbrás); B = Separador Magnético tipo Ferrous Wheel (Eries/Inbrás); C = Separador Magnético de alta intensidade, tipo Jones modelo DP 317 (Humboldt/Wedag)	77
Figura 3.10.1	Curva esquemática de dissociação para aminas primárias, em função do pH, Peres (1999)	88
Figura 3.10.2	Modelo da dupla camada elétrica, (a) esquema da DCE; (b) concentração de íons contrários e co-íons; (c) distribuição do potencial eletrostático	90
Figura 3.10.3	Estruturas das moléculas de glicose, amilose e amilopectina, Leja (1982)	92

Figura 4.1.1	Fluxograma da Usina de Fábrica da CVRD em Congonhas em 2004, fechamento do balanço de massas via <i>Software Usimpac</i>	101
Figura 4.1.2	Fluxograma da mina de Fábrica para avaliação dos pontos de amostragem	104
Figura 4.1.3	Comparação da granulometria medida x gerada do balanço de massas via <i>Software Usimpac</i>	106
Figura 4.3.1	Fluxograma de trabalho para a caracterização tecnológica do novo <i>run of mine</i>	114
Figura 4.5.1	Fluxograma do circuito testado em escala piloto	116
Figura 5.1.1	Fotomicrografias - Partículas policristalinas com porosidade elevada e conectada. A: Hematita lamelar/granular; B: Goethita/hematita lamelar/granular com poro (C) preenchido ou não por massas terrosas; D: Hematita granular e goethita; E: Hematita martítica e goethita	122
Figura 5.1.2	Fotomicrografias – Partículas policristalinas de Hematita lamelar, granular, sinuosa com magnetita relictual. A: Partícula policristalina de Hematita lamelar/granular/sinuosa; B: Magnetita relictual (C) poro preenchido ou não por massas terrosas	122
Figura 5.1.3	Fotomicrografias - Partículas com quartzo (QM). A: com hematita lamelar; B: com hematita granular; C: com hematita sinuosa/granular e magnetita; D: com hematita martítica e granular	123
Figura 5.1.4	Fotomicrografias - Partículas recobertas ou com poros preenchidos por massas terrosas. A: Caulinita; B: Hematita granular/lamelar; C: Goethita; D: Quartzo; E: Massa terrosa	123

Figura 5.2.1	1º Fluxograma Proposto para a Caracterização Tecnológica	124
Figura 5.2.2	Avaliação do teor de sílica no concentrado com relação a dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação)	126
Figura 5.2.3	Avaliação do teor de ferro no rejeito com relação a dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação)	126
Figura 5.2.4	Avaliação da recuperação em massa com relação à dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação)	127
Figura 5.2.5	Avaliação da recuperação metalúrgica com relação à dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação)	127
Figura 5.2.6	Avaliação da recuperação em massa com relação a intensidade de campo magnético	128
Figura 5.2.7	Avaliação teor de sílica no concentrado com relação a intensidade de campo magnético	129
Figura 5.2.8	Avaliação teor de ferro no rejeito com relação a intensidade de campo magnético	129

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.4.1	Possibilidades da simulação, Napier-Munn (1993), Martins (1997)	17
Tabela 3.6.1	Técnicas de mineralogia de uso mais difundido na caracterização de minérios	35
Tabela 3.6.2	Características dos anodos mais comuns	40
Tabela 3.6.3	Características de diferentes tubos de raios-X	40
Tabela 3.9.1	Aplicação da separação/concentração magnética nas principais minas de ferro do Brasil, Oliveira (2006)	79
Tabela 3.10.1	Aplicação da flotação nas principais minas de ferro do Brasil, parte 1/2 Oliveira (2006)	82
Tabela 3.10.1	Aplicação da flotação nas principais minas de ferro do Brasil, parte 2/2 Oliveira (2006)	83
Tabela 4.1.1	Análise química por faixa do <i>run of mine</i> sendo -150mm material após britagem primária e -31,5mm material após a britagem secundária	99
Tabela 4.1.2	Balanço de Massas da Usina de Fábrica da CVRD em Congonhas em 2004, fechamento do balanço de massas via <i>Software Usimpac</i>	102
Tabela 4.1.3	Resumo Balanço de massas da Usina de Fábrica	102
Tabela 4.3.1	Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (Baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia	110

	– CDM/CVRD), Parte 1/4, Queiroz (2003)	
Tabela 4.3.1	Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (Baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia – CDM/CVRD), Parte 2/4, Queiroz (2003)	111
Tabela 4.3.1	Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (Baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia – CDM/CVRD), Parte 3/4, Queiroz (2003)	112
Tabela 4.3.1	Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (Baseado na tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia – CDM/CVRD), Parte 4/4, Queiroz (2003)	113
Tabela 5.1.1	Caracterização granuloquímica e mineralógica do novo <i>run of mine</i> após a britagem primária e o pátio de homogeneização da Mina de Fábrica em 2004	119
Tabela 5.1.2	Caracterização granuloquímica e mineralógica do novo <i>run of mine</i> da Mina de Fábrica em 2004 após a britagem secundária no CPT Alegria	120
Tabela 5.2.1	Análise mineralógica e granuloquímica da fração de -31,5 +6,3mm	131
Tabela 5.2.2	Análise mineralógica e granuloquímica da fração de <i>Sinter Feed</i> natural	132
Tabela 5.2.3	Análise mineralógica e granuloquímica da fração de alimentação da separação magnética	134
Tabela 5.2.4	Resultados com o teste de separação magnética estágio <i>Rougher</i>	135

	da fração -1,0 +0,15mm	
Tabela 5.2.5	Resultados com o teste de separação magnética estágio <i>Cleaner</i> da fração -1,0 +0,15mm	135
Tabela 5.2.6	Balanço de massas dos testes de separação magnética da fração -1,0 +0,15mm	138
Tabela 5.2.7	Análise granuloquímica da fração de alimentação da deslamagem da fração -0,15mm – <i>overflow</i> do classificador espiral	140
Tabela 5.2.8	Análise mineralógica e granuloquímica da alimentação da flotação	141
Tabela 5.2.9	Análise mineralógica e granuloquímica do concentrado final da flotação	143
Tabela 5.2.10	Análise mineralógica e granuloquímica do rejeito final da flotação	144
Tabela 5.2.11	Balanço de massas do circuito de flotação	146
Tabela 5.2.12	Resumo do balanço de massas do circuito de flotação	147
Tabela 5.2.13	Balanço de massas do circuito global com a nova rota de processo	148

RESUMO

A definição da rota de concentração do minério da mina de Fábrica, localizada no quadrilátero ferrífero, baseou-se no diagnóstico do processo através de amostragem do circuito existente, fechamento de balanço de massas e metalúrgico via *software* e na caracterização tecnológica do *run of mine*. O trabalho teve como principal objetivo avaliar o circuito atual de tratamento de minério com o novo *run of mine* e/ou buscar uma nova rota que melhore a qualidade do *Pellet Feed*. O início do trabalho constituiu de planejamento e formação da pilha de aproximadamente 120.000t que representasse as características físicas e químicas do novo *run of mine* da usina e com massa suficiente para garantir a alimentação da usina pelo período de 3 dias de operação, tempo adequado para a realização da amostragem e obtenção do balanço de massas e metalúrgico da mesma.

Durante o processamento desta pilha e com a usina em regime operacional realizou-se amostragem dos diversos fluxos da usina por quatro horas consecutivas, sendo promovidas coletas de incrementos a cada 15 minutos para realização de análises químicas e granulométricas para composição de amostras com massa de 20Kg à 40Kg. Os pontos de amostragens foram previamente definidos avaliando-se a qualidade das amostras obtidas para definição da acurácia e fechamento do balanço de massas.

Para as operações unitárias de classificação utilizaram-se as curvas granulométricas para definição das partições e estas foram fixadas para obtenção do balanço metalúrgico. Para as operações unitárias de concentração utilizaram-se os teores para definição das recuperações em massa e estas fixadas para obtenção do balanço granulométrico. Este procedimento foi utilizado para aumentar a sensibilidade do balanço de massas. Para a confecção do balanço de massas e metalúrgico foi utilizado o *software Usimpac*.

A caracterização mineralógica permitiu a seleção e definição das rotas de beneficiamento a serem exploradas e os testes em escala de bancada definiram os parâmetros e variáveis de processo a serem estudados em escala piloto.

O circuito existente não é capaz de tratar com o novo *run of mine* e atender as premissas de qualidade do *Pellet Feed*, devido o processo de tratamento da fração -0,15mm não atender a qualidade almejada de 2,70% SiO₂ e a fração -1,0 +0,15mm do *Sinter Feed* ter ficado muito pobre, necessitando de um processo de tratamento para melhorar a qualidade do *Sinter Feed*.

A partir do diagnóstico das instalações industriais, caracterização mineralógica e tecnológica e ensaios realizados em escala piloto pôde-se definir qual a melhor rota de beneficiamento para se empregar no projeto de aproveitamento do novo *run of mine* da usina.

ABSTRACT

The definition of the processing route of the Fabrica mine ore, located at the ferrous district of Minas Gerais, was based at the diagnostic of the process through the sampling of the existing circuit, mass and metallurgical balances using software and at the technological characterization of the run of mine.

The work had as main objective to evaluate the current circuit of ore treatment with the new run of mine and/or to look for a new route to improve Pellet Feed quality.

The beginning of the work included the planning and formation of a pile, containing approximated 85.000t, that represented the physical and chemical characteristics of the new run of mine of the plant, with enough mass to guarantee the feed of the plant for 3 days of continuous operation, witch is the minimum amount necessary for the sampling and data collection for the new mass and metallurgical balances.

During the processing of the pile and with the plant at steady state, samples were taken at several flows during four hours, every 15 minutes. These samples were composed, completing 20 to 40kg, and then sent to chemical and size distribution analyses. The sampling points were previously defined evaluating the quality of the samples taken to the definition of the accuracy and properly mass balance of the data.

For the classification unit operations, it was used the size distribution for the definition of the partition. This was fixed for the calculation of the metallurgical balance. For the concentration unit operations, it was used the grades for the definition of the mass recoveries. This was fixed to obtaining the size distribution. This procedure was used to increase the sensibility of the mass balance. For the calculations of the mass and metallurgical balances, it were used the Usimpac package.

The mineralogical characterization allowed the selection and definition of the process routes to be evaluated. The bench tests defined the parameters and variables of the process to be studied at pilot scale.

The existent circuit is not capable to treat with the new run of mine and to assist the premises of quality of Pellet Feed. The process of treatment of the fraction $-0,15\text{mm}$ not to assist the longed for quality of $2,70\%$ SiO_2 and the fraction $-1,0 +0,15\text{mm}$ of Sinter Feed to have been very poor, needing a treatment process to improve Sinter Feed quality.

From the evaluation of the industrial installation, mineralogical and technological characterization and the pilot plant studies, it was defined the best processing route for the Project in order to process the new run of mine.

1. INTRODUÇÃO

A crescente necessidade de utilização de minério de ferro, como matéria-prima básica para a produção de bens de consumo cada vez mais sofisticados, leva as empresas do Brasil e de todo mundo a se prepararem para o aumento de produção e garantia da qualidade do produto final, sempre otimizando seus ativos ou melhorando o processo para adaptar a qualidade do *run of mine* para obtenção dos produtos que atendam as especificações do mercado, garantindo assim a sustentabilidade do empreendimento perante a um mercado cada vez mais exigente.

Para a garantia da produção, tanto quantitativa como qualitativa, é necessário, muitas vezes, que as empresas de mineração desenvolvam novas reservas minerais, bem como melhorias no seu processo industrial.

A mina da Ferteco Mineração denominada como mina de Fábrica foi adquirida em setembro de 2002 pela Vale, é localizada na BR040, quilômetro 598, Congonhas, MG, conforme mostrado na figura 1.1.

Após a avaliação do complexo minerador, foi identificado o potencial para a ampliação de seu sistema de processamento mineral, sendo que o material a ser lavrado *run of mine*, será de qualidade inferior ao que se trabalha atualmente. Assim, haverá a necessidade de avaliar o processo de tratamento atual considerando-se o novo *run of mine*, através da realização de um balanço de massas do circuito e a caracterização tecnológica para esta nova alimentação.

A planta atualmente possui uma capacidade de tratar 17,0Mt ano de *run of mine* gerando 11,5Mt/ano de produtos (Granulado, Hematitinha, *Sinter Feed* e *Pellet Feed*).

A usina de tratamento da mina de Fábrica possui em seu processo as seguintes etapas, britagem primária com posterior empilhamento por método *windrow chevron*, com retomada da pilha através de retomadora de dupla roda de caçambas com ponte que alimenta o peneiramento secundário a úmido onde o *oversize* do peneiramento alimenta a britagem secundária e o *undersize* alimenta o peneiramento terciário a úmido onde o

oversize do peneiramento é o Granulado e o *undersize* alimenta a classificação por classificador espiral de dupla helicoidal onde o *underflow* é o *Sinter Feed* natural e o *overflow* é direcionado para a concentração magnética que representa o material menor que 1,0mm, a concentração é composta por dois estágios *cleaner* e *scavenger*, onde se obtém o *Pellet Feed*. A Hematitinha é proveniente da britagem e classificação do *oversize* do peneiramento secundário em um processo composto por britagem terciária e peneiramento a úmido.

Os produtos são escoados através de transporte rodoviário e ferroviário, utilizando a BR-040 e estrada de ferro Vitória Minas ou a Ferrovia da MRS.

Este trabalho visa avaliar o circuito atual da usina de Fábrica para a obtenção dos produtos conforme especificação de mercado e realizar a caracterização mineralógica e tecnológica do *run of mine* para a otimização/adaptação do circuito atual para otimizar o processo e manter e/ou melhorar a qualidade dos produtos gerados com um *run of mine* mais pobre que o atual aumentando com isso a reserva mineral. Para isto foi realizada amostragem em sua planta para conhecer e avaliar a capacidade do circuito atual com a nova alimentação. Além de amostrar a reserva a ser lavrada com a qualidade inferior a trabalhada para caracterização mineralógica e tecnológica.

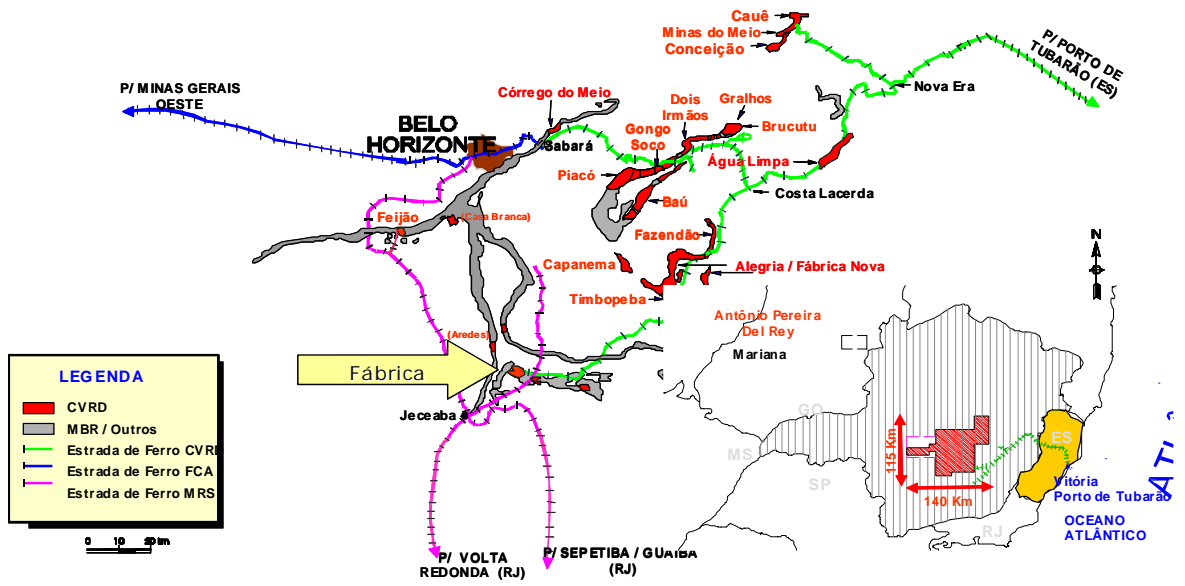


Figura 1.1 – Mapa de localização da mina de Fábrica

2. OBJETIVOS

Avaliar o circuito atual de processamento mineral para o novo *run of mine*, composto por minérios itabiríticos e hematíticos de várias minas do complexo minerador de Fábrica, para a obtenção dos produtos dentro das qualidades exigidas pelo mercado.

Realizar a caracterização mineralógica e tecnológica do novo *run of mine* a ser tratado e desenvolver processos adequados para seu aproveitamento, aumentando com isso a reserva mineral do complexo minerador.

Um objetivo secundário é a obtenção de um *Pellet Feed* mais rico para atendimento de novos mercados siderúrgicos e obter um processo de tratamento de minério de ferro que aumente a reserva mineral.

Este trabalho, juntamente com outros anteriores, proporcionará à empresa Vale obter subsídios importantes na tomada de decisão quanto à priorização de investimento em suas plantas para aumentar sua capacidade produtiva concomitante com a estratégia da empresa em seus planos de crescimento.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aspectos Gerais

Desde o início do século é conhecido que o Brasil possui grandes reservas de minério de ferro com altos teores localizadas no Quadrilátero Ferrífero. A expressão Quadrilátero Ferrífero foi utilizada pela primeira vez no Congresso Internacional de Geologia de 1910, em Estocolmo, por Orville Derby. A expressão descreve alinhamentos de serras na região central de Minas Gerais, condicionadas pela presença de uma importante formação ferrífera.

O nome formação ferrífera é uma designação própria para um corpo de rochas metamórficas que contém minerais composto por ferro. No Quadrilátero Ferrífero, estima-se que a formação ferrífera original teria atingido dimensões originais da ordem de 100km.

A formação ferrífera mencionada por Derby é constituída por um único tipo de rocha metamórfica, denominada itabirito, que é composta por quartzo e hematita. Os grãos de hematita e quartzo que compõem a rocha mostram sinais de serem produtos de crescimento ou cominuição de grãos pré-existentes, ou, também, produto de mudanças de fases minerais. Essas modificações metamórficas e deformacionais não ocorrem homogeneamente. Observações das rochas do Quadrilátero Ferrífero mostram que elas sofreram modificações metamórficas indicativas de aquecimento e compressão, a temperaturas e pressões da ordem de 300°C e 500atm. Verifica-se ainda que estes efeitos crescem de oeste para leste.

Dois tipos básicos de minérios são lavrados atualmente nas minas do Quadrilátero: minérios de alto teor ou hematíticos, e minérios quartzosos ou itabiríticos. O minério de alto teor é denominado pelo mineral que o constitui, hematita, sendo reconhecido pela ausência generalizada de quartzo visível a olho nu e teores superiores a 64,0% de Fe. Os minérios hematíticos são produtos de metamorfismo da rocha de itabirito. O

metamorfismo pode localmente solubilizar e remover o quartzo, produzindo corpos de hematita pura. Granulometricamente produzem um *run of mine* com fragmentos predominantemente acima de 8mm (hematita compacta). Dois subtipos a hematita pulverulenta e branda geram uma proporção maior de finos, na faixa de -8,0mm +0,150mm.

O minério quartzoso ou itabirito é um produto de alteração, por intemperismo, da rocha de mesmo nome. O intemperismo é um processo que atua tanto mais internamente, quanto mais próximo à superfície topográfica. Produz não só a liberação dos grãos ou agregados de hematita existentes na rocha, como também o aumento dos teores de Fe, visto que é um processo de solubilização preferencial do quartzo. Ao contrário do que ocorre com minérios de alto teor (hematita), o *run of mine* dos itabiritos não produz massas significativas acima de 8,0mm.

3.2. *Companhia Vale do Rio Doce, CVRD (1992) e CVRD (2004)*

Durante séculos, bandeirantes e aventureiros subiram o Rio Doce, em busca do ouro e das pedras preciosas, escondidos nas longínquas terras das Minas Gerais. Com a primeira Constituição Republicana, de 1891, foram completamente alteradas as regras para a lavra de bens minerais no País. Pela nova carta, os proprietários das terras onde fossem encontradas reservas minerais seriam também os proprietários destas jazidas. Além disso, a lei permitia que estas reservas fossem exploradas por empresas estrangeiras.

A civilização industrial colocava em cena, novas descobertas da ciência. Com isto, um mineral, até então pouco valorizado, assumia ares de nobreza: o ferro. Através de técnicas recém descobertas, ele adquiria a têmpera do aço. Geólogos e engenheiros mapeavam agora o subsolo brasileiro em busca também do ferro. Eles descobriram que, sob o chão de Minas Gerais, dormiam três bilhões de toneladas de minério de ferro, num "quadrilátero" formado pelas cidades de Conselheiro Lafaiete, Mariana, Sabará e Itabira. Estas informações fizeram com que grandes mineradoras da Inglaterra, Estados

Unidos, Bélgica e França voltassem à atenção para o Brasil, comprando, a preços irrisórios, boa parte das jazidas conhecidas no País. As minas de Itabira foram adquiridas pela *Itabira Iron Ore Company*, fundada por engenheiros ingleses. A empresa assumiu ainda o controle acionário da Estrada de Ferro Vitória a Minas - EFVM, uma incipiente ferrovia que, desde 1903, escoava a produção agrícola do Vale do Rio Doce. Em 1919, a *Itabira Iron Ore Company* foi comprada pelo empresário norte-americano Percival Farquhar, que pretendia conseguir o monopólio da produção e exportação do minério de ferro da região.

Com a revolução de 30, Getúlio Vargas colocou em prática um discurso que previa a nacionalização das reservas minerais do País. A luta entre “nacionalistas” e “entreguistas” tomou conta do Congresso e da imprensa. Tentando aplacar os ânimos, Percival Farquhar se uniu a empresários brasileiros, e “nacionalizou” a *Itabira Iron Ore Company*, transformada então em duas empresas: Companhia Brasileira de Mineração e Itabira Mineração.

Em julho de 1940, a Itabira Mineração efetuou o primeiro embarque de minério de ferro pelo Porto de Vitória: 5.750 toneladas com destino a Baltimore, Estados Unidos.

Em 3 de março de 1942, Brasil, Inglaterra e Estados Unidos assinaram os Acordos de Washington, que definiam as bases para instalação, no país, de uma produtora e exportadora de minério de ferro. Pelos acordos, caberia à Inglaterra comprar e transferir ao governo brasileiro as minas de Itabira e a Estrada de Ferro Vitória a Minas, enquanto os Estados Unidos emprestariam US\$14 milhões para a compra de máquinas e equipamentos.

Em 1º de junho, como consequência dos Acordos de Washington, Getúlio Vargas assinava o Decreto Lei n.º 4.352, criando a Companhia Vale do Rio Doce (Vale).

Em 1952 o Governo Brasileiro assumiu o controle definitivo do Sistema Operacional da CVRD, implantando uma estratégia desenvolvimentista na Companhia, transformando-a na maior empresa de mineração de ferro do mundo.

Com a crescente demanda mundial de minério de ferro, em 1960–1970 a Vale ampliou, consideravelmente, sua participação no mercado internacional. Tornou-se, então indispensável modernizar a sua estrutura para possibilitar a rápida expansão da empresa. Em 1962, iniciou-se a construção do porto de Tubarão, no Espírito Santo.

As usinas do complexo de pelotização, no Espírito Santo, começaram a ser implantadas em 1969, e em 1998 foi comissionada a sétima usina.

Em 1973, implantou-se o Projeto Cauê, utilizando processo pioneiro para concentração de itabiritos e otimizando o aproveitamento das reservas de minério de ferro.

Com a descoberta das jazidas de Carajás, no sul do Pará, em 1967, a Vale iniciou o projeto de aproveitamento mineral na região. Em 1984, entrou em operação a usina piloto de beneficiamento, produzindo *sinter feed* e granulado. Em fevereiro do ano seguinte, foi inaugurada a Estrada de Ferro Carajás, marco de um novo capítulo na história da Companhia Vale do Rio Doce.

Em 10 de junho de 1992 foi assinado com o governo federal, ainda acionista majoritário, o primeiro Contrato de Gestão, dando liberdade de ação aos gestores da Companhia.

Em 1995 a Vale foi incluída no Programa Nacional de Desestatização por Decreto n.º 1.510, de 1º de junho, assinado pelo Presidente da República. O Consórcio Brasil, liderado pela Companhia Siderúrgica Nacional - CSN venceu o leilão da Companhia Vale do Rio Doce, realizado na Bolsa de Valores do Rio de Janeiro. O grupo arrematou 41,73% das ações ordinárias do Governo Federal por US\$3,338 bilhões, correspondendo a um ágio de 19,99% sobre o preço mínimo. O Consórcio Brasil é integrado, também, pelos fundos de pensão do Banco do Brasil (Previ), da Petrobrás (Petros), da Cesp (Fundação Cesp) e da Caixa Econômica Federal (Funcef), pelo Banco *Opportunity* e pelo *Nations Bank*.

O consórcio Manor, formado pela Companhia Vale do Rio Doce (20%), Companhia Siderúrgica Nacional (20%), Taquari, do Grupo Vicunha (40%) e ABS, subsidiária do grupo Bradesco (20%), arrematou, por R\$15,8 milhões a Malha Nordeste, último trecho

de ferrovia administrado pela Rede Ferroviária Federal S.A. (RFFSA). Com 4.679 quilômetros de extensão, interligando os estados do Maranhão, Piauí, Ceará, Rio Grande do Norte, Paraíba, Pernambuco, Alagoas e Sergipe, a Malha Nordeste tem papel estratégico alcançando três portos, nos estados de Sergipe, Maranhão, e um em Fortaleza, além da sua ligação com ferrovias, como a Estrada de Ferro Carajás, no estado do Maranhão.

A Associação Brasileira para Prevenção de Acidentes - ABPA, por ocasião do IV Encontro Nacional de Segurança, Saúde e Meio Ambiente, conferiu a Vale o prêmio “Empresa Revelação em Segurança 1996”, além do “Certificado de Destaque”, concedido às empresas que reduziram em mais de 20% as taxas de acidente, sendo que na Companhia Vale do Rio Doce a redução ficou próxima de 60%. Este reconhecimento, por parte da ABPA, se deve ao trabalho desenvolvido pela Vale no gerenciamento pelas diretrizes dos riscos profissionais, investimento em treinamento e melhoria nos ambientes de trabalho, além de ter realizado uma das maiores aplicações em mapeamento de risco do país.

Em maio de 1997, a Vale foi privatizada, com o Governo Federal deixando o controle acionário da empresa. Atualmente é uma empresa privada, tendo ações nas principais bolsas de valores do mundo. Hoje ela está entre as maiores exportadoras do mundo no setor mineral, principalmente de minério de ferro, atendendo clientes em mais de 30 países com contratos a longo prazo.

A posição alcançada no ranking mundial deve-se a qualidade e confiabilidade de seus produtos.

3.3. *Modelos matemáticos*

3.3.1. *Conceitos de modelo matemático, Guillaneau (1993), Martins (1997)*

Chama-se modelo matemático um conjunto de equações ou representação lógica e quantitativa das inter-relações entre as variáveis de um sistema, de forma que, baseados nos princípios de funcionamento e mecanismos intrínsecos de cada operação, são capazes de reproduzir e prever condições mediante entradas de dados de amostragem, testes ou mesmo dados empíricos.

Equipamentos, em geral, podem ser representados por modelos matemáticos, normalmente de diferentes níveis de complexidade, que podem receber valores de parâmetros a partir de dados amostrados e empíricos.

Modelos matemáticos considerados de baixa complexidade são geralmente usados para análise de fluxos e balanço de massa. Modelos tidos como médios e avançados podem ser usados para se prever, com bom grau de confiança, os comportamentos do processo a partir das variáveis que envolvem os equipamentos e acessórios.

Os modelos de processos minerais normalmente carecem de dados experimentais para determinação de parâmetros. Em outras palavras, os modelos em questão são paramétricos (não universais), válidos dentro de um domínio restrito. Muitas vezes não podem ser extrapolados para faixas demasiadamente amplas, bem como para tipos de minérios com características diferentes que podem ocorrer numa jazida. Todavia, a calibração de um modelo individual pode ser ampliada, com maior e mais cuidadoso detalhamento do mesmo, fazendo, assim, frente a situações operacionais extremas e a minérios complexos.

O uso da simulação tem contribuído de forma bastante eficaz para minimização de custos, quer sejam de investimento, quer sejam operacionais. De fato, um número muito significativo de empreendimentos minerais estão economizando quantias monetárias expressivas.

Os modelos teóricos refletem os princípios estabelecidos cientificamente, pelas leis da física e da química, ou físico-química, por exemplo, os modelos associados aos fenômenos de transporte.

Os modelos empíricos são os mais simples e foram desenvolvidos a partir de dados experimentais ou industriais, gerados nas diversas operações unitárias. Estes, normalmente, expressam o desempenho do processo fazendo uso do método de regressão linear, calculando, por exemplo, os dados de uma curva granulométrica de produto de britador em determinada condição operacional. Os modelos refletem processos particulares com um grande número de dados colecionados industrialmente. São exemplos típicos aqueles que usam curvas de partição de processos de classificação. Apesar de alguns estudiosos não aceitarem estes modelos, os mesmos são usuais, fáceis, e representam um bom nível de conhecimento do processo, *Martins (1997) e Guillaneau (1993)*.

Os modelos fenomenológicos são desenvolvidos a partir da descrição do mecanismo do processo associado ao grau de influência de parâmetros físicos de processo. Estes modelos são poderosos, constituindo uma representação realista do processo. Nesta categoria houve o maior desenvolvimento de trabalhos nos últimos anos. Podem ser citados, como exemplo, aqueles que descrevem as operações de moagem baseadas na teoria cinética, e mais recentemente os que descrevem as operações de flotação.

3.4. *Simulação de processo*

O método de simulação de circuitos de beneficiamento pode ser entendido de diversas maneiras e pode ser definido como uma ferramenta capaz de representar e/ou avaliar uma operação em particular, um grupo de operações, ou a operação completa de uma planta.

A simulação de processo mineral, baseada em modelos matemáticos, é uma tecnologia corrente e acessível, que está à disposição para técnicos, engenheiros de processo, engenheiros projetistas, pesquisadores e gerentes. É uma ferramenta ágil e poderosa para consistente e sistemática análise de processo, como nas rotinas operacionais de usinas existentes, estudos de modificações, otimização ou desenvolvimento e definição de novos fluxogramas, *Martins (1997)*.

A simulação, segundo *Guillaneau (1993)* e *Napier-Munn (1993)*, constitui excelente ferramenta para o ensino, aprendizagem e treinamento e tem como principais características:

- Fornece uma estrutura formal, qualitativa e quantitativa para entendimento do processo;
- Fornece uma boa base de dados para planejamento e avaliação de testes de laboratório, usina piloto, ou circuitos existentes, para determinação de parâmetros de processo e critérios de *scale-up* e definição de estratégias de controle;
- Possui grande capacidade de análise do processo, além de agilidade e redução de custos, para definições de fluxograma, operação, controle, otimização e aumento de capacidade;

A simulação tem uma velocidade elevada de respostas, principalmente quando o planejamento de testes ou ensaios é repetitivo. A experimentação em laboratório e usina piloto conjugado com os sistemas de simulação, proporcionam uma confiabilidade aos

ensaios além de haver uma avaliação dos resultados dos testes com a validação dos resultados pelos *softwares* de simulação. A Tabela 3.4.1 relaciona, segundo Napier-Munn (1993) e Martins (1997), algumas possibilidades para uso desta tecnologia e os seus benefícios associados.

Tabela 3.4.1 - Possibilidades da simulação, Napier-Munn (1993), Martins (1997).

Principais Possibilidades da Simulação	
§ Pode-se investigar o efeito de modificações nos fluxogramas e variáveis operacionais sem interferência na produção;	§ É possível planejar testes de laboratório e usina piloto economizando tempo e recursos;
§ Dimensionamento de novas plantas e projetos de expansão;	§ Pode ser usada para definição de estratégias de controle;
§ Fornece uma base formal e consistente para tomada de decisão;	§ Possibilita a identificação de problemas em início de operação de projetos e operações;
§ Permite estudo sistemático das operações e variáveis de processo;	§ Permite uma otimização da performance da usina, com minimização de custos operacionais e maximização dos recursos disponíveis;
§ É uma ferramenta extremamente ágil, com ganhos significativos em tempo e recursos.	§ Dá suporte para avaliação econômica nos estudos de definição de alternativas de processo e fluxograma.

A simulação de processo, baseada em modelos, pode ser dividida em dois tipos, caso envolva ou não o fator tempo. Desta forma, a simulação pode ser dinâmica ou estática.

3.4.1. *Simulação estática, Sastry (1990), Durance (1994)*

A simulação estática é a técnica mais usual hoje em dia e é utilizada principalmente para otimização de processos. Desta forma pode-se obter um diagnóstico do processo, naquele determinado instante, e analisá-lo sob condições de constância na entrada de dados. Pode-se estudar, por exemplo, o efeito da alteração nas variáveis de operação, tais como mudança na partição de hidrociclone em função de diferentes aberturas de *apex*, ou efeito da inclusão de novo britador no circuito. Na moagem, os modelos mais avançados permitem a otimização total do circuito. Pode-se otimizar desde o classificador do circuito até as variáveis da moagem, como diâmetro ótimo de bolas, percentagem de sólidos, entre outras variáveis.

A predição dos fluxos de água, minério e outras fases da usina operada estaticamente sob condições dadas é chamada simulação direta, ou seja a simulação direta é utilizada para avaliar um circuito existente e calibrar o sistema, sendo que o *software* é alimentado com informações de uma fotografia do circuito ou fase do processo a ser avaliado. Outro método é o retro-cálculo dos parâmetros da configuração da usina (assim como as dimensões requeridas de um equipamento). A simulação reversa ocorre quando temos o software já calibrado e queremos avaliar uma modificação de parâmetros ou de circuito. A Figura 3.4.1 apresenta a base da simulação estática.

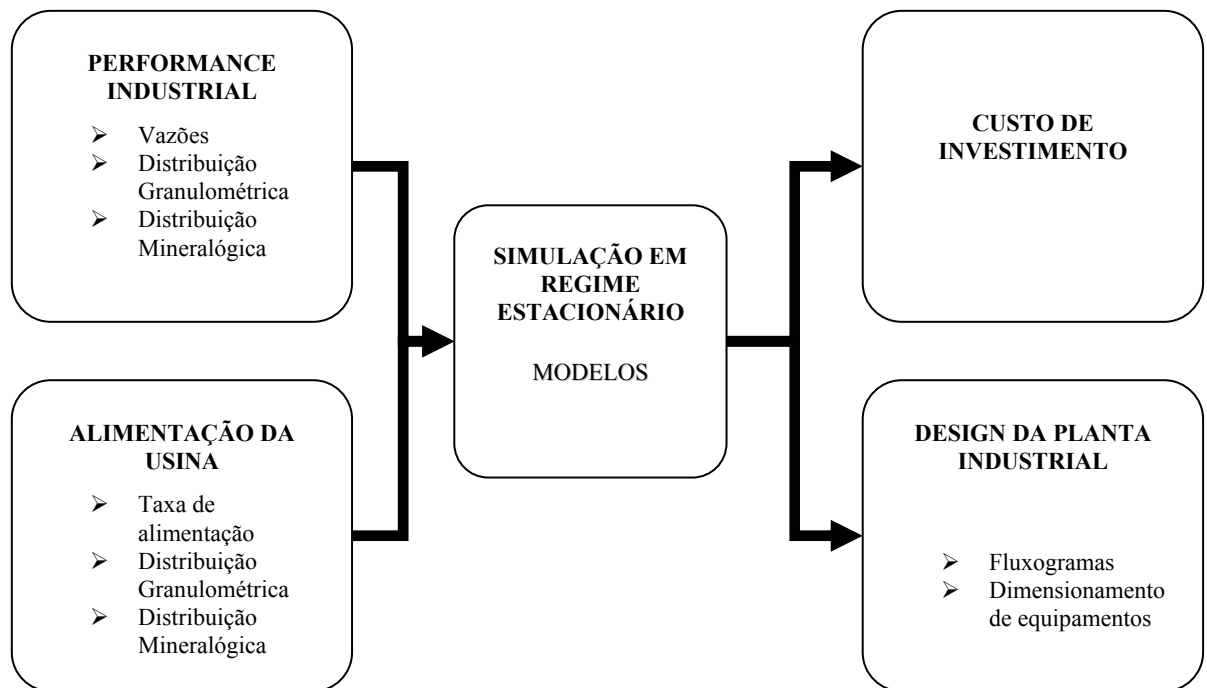


Figura 3.4.1 – Base da simulação estática

A simulação estática é uma abordagem efetiva para projetar usinas, pois fornece várias possibilidades e informações, como:

- Um grande número de hipóteses pode ser considerado na concepção de fluxogramas e equipamentos;
- O equipamento de processo e as unidades de manuseio do material podem ser dimensionados;
- A configuração ótima de uma usina industrial pode ser alcançada num espaço de tempo muito curto.

É também usada como auxílio operacional para tomadas de decisão em usinas existentes, como:

- Melhoria do fluxograma ou adaptação devido às mudanças no mercado de minério ou do produto;

- Definição de parâmetros operacionais ou ajuste de certas operações unitárias.

3.4.2. *Simulação dinâmica, Mantilla (2007)*

Atualmente as exigências de um processo estável com baixo desvio e com a recuperação metálica mais otimizada possível para minimizar os custos e otimizar os recursos das minas e das empresas são condições fundamentais para o sucesso das mesmas. Assim estão sendo implantados nas empresas os sistemas dinâmicos de controle, onde o mesmo tem a função de coletar dados do sistema produtivo através dos controladores lógicos programáveis (PLCs) e/ou supervisórios, compilar e tratar os mesmos através de regras escritas por lógica *fuzzy*, desenvolvidas pelas melhores práticas operacionais, que definem *set points* onde o sistema persegue continuamente objetivos estratégicos mantendo a qualidade requerida do produto, enquanto perseguem objetivos técnicos e econômicos.

Os simuladores dinâmicos são desenvolvidos para buscar objetivos traçados pela direção da empresa, utilizando as práticas operacionais e se auto-calibrando com o histórico que o sistema vai compilando a medida que o sistema é utilizado. Desta forma o sistema possui uma característica robusta e de desenvolvimento contínuo.

O sistema dinâmico pode ser modificado a qualquer momento pelo gerenciador do sistema, colocando novas regras ou prioridades a serem seguidas a partir de um momento pré-definido.

Para o correto funcionamento do sistema é fundamental estar operando em sua plena normalidade os analisadores de química e os medidores das variáveis do sistema como por exemplo densidade, vazão, nível, etc. Quanto mais rápida for a resposta dos analisadores das variáveis on-line mais rápido é a tomada de decisões pelo sistema dinâmico de controle.

Criação das regras de controle

Nesta primeira etapa há uma forte interface com os operadores e equipe técnica da usina ou do processo. Para criar as regras de controle utilizou-se o conhecimento dos operadores visando traduzir suas ações no processo para o *software* e com isso pode ser feito um controle mais realista do sistema. Com a implantação do conhecimento da equipe operacional e técnica obtém-se uma ferramenta com capacidade de auxiliar os operadores no controle do processo tendo uma atuação mais rápida, eficiente e assim proporcionando uma maior estabilidade no sistema.

Como modelo de desenvolvimento parte-se da definição das variáveis para o controle, passando para o modelo do processo a estratégia. Após o apuramento e validação das etapas supracitadas, inicia-se a sintonização e consolidação das regras de controle e como etapa final temos os testes de avaliação de desempenho da lógica.

As variáveis controladas são analisadas visando o monitoramento do desempenho operacional. Já as variáveis manipuladas são modificadas de forma a buscar os resultados desejados.

Com base nas variáveis controladas, o sistema atua no processo através das variáveis manipuladas para a obtenção dos objetivos, seguindo uma lógica de atuação nas variáveis manipuladas definidas pelos operadores e escritas por lógica *fussy*, onde ocorre a relação entre todas as variáveis controladas pelo modelo definindo os *set points* para as variáveis manipuladas.

Define-se como modelo do processo as iterações lógicas necessárias para traduzir em informações de controle as informações de entrada do sistema. Desta forma pode-se partir para a estratégia de controle, realizando todo o ciclo de inferência lógica necessária para o sistema. Após a identificação das entradas do sistema é traçado os conjuntos linguísticos *fussy* para cada uma das entradas estabelecendo as relações entre as lógicas. Após definir o modelo de processo é realizada a estratégia de controle.

A estratégia de controle dita a melhor forma de utilizar a informação para alcançar os objetivos desejados. Como entrada para esta etapa tem as ações de controle definidas pelo modelo e o conhecimento do processo adquirido pelos operadores e engenheiros de processo. Nesta etapa são definidas as seqüências de atuação do sistema e quais são as ações prioritárias a serem tomadas dependendo dos resultados de cada variável controlada com relação às metas definidas para elas.

Após a definição da estratégia o sistema é sintonizado para que seja descoberto as falhas de comunicação a real importância da variável manipulada e se a seqüência lógica está correta. Após a sintonização do sistema o mesmo está preparado para entrar em operação continuada. Abaixo é apresentado pela figura 3.4.2 um macrofluxo do sistema dinâmico de controle.

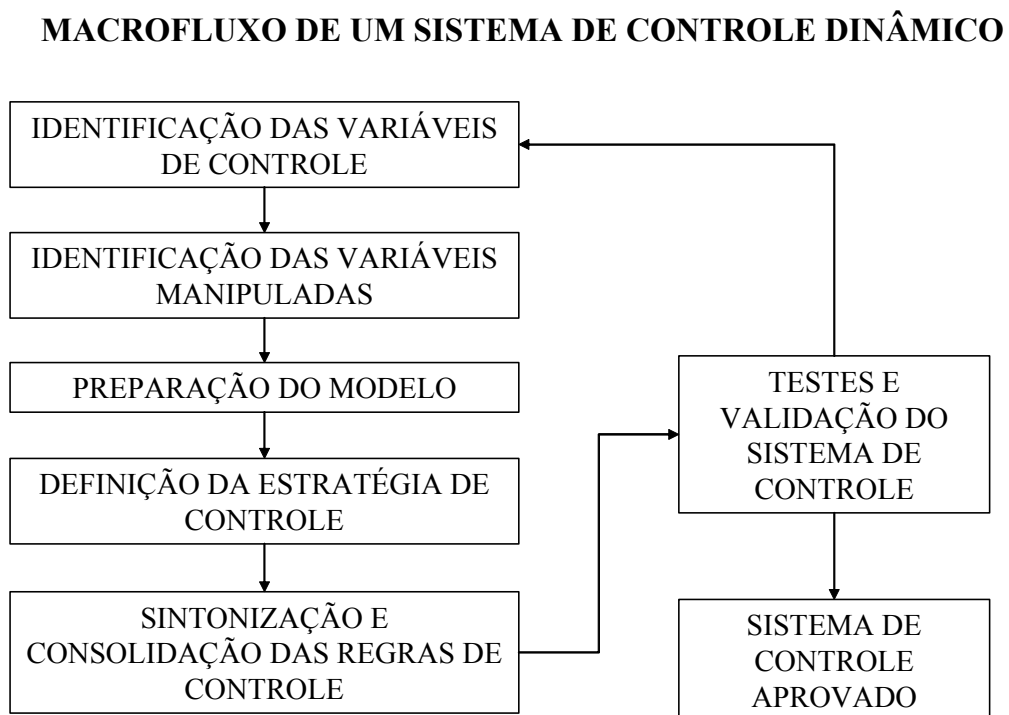


Figura 3.4.2 – Macrofluxo da simulação dinâmica de processo

3.4.3. *Simulador de processos, Martins (1996)*

Um *software* de simulação é, usualmente, um pacote que associa modelos matemáticos, que representam adequadamente uma operação unitária, fenômenos de transporte e circuitos. Estes modelos são capazes de prever o que acontecerá se alguma mudança for feita naquela operação unitária ou nas condições do fluxo que compõem o circuito.

Um *software* de simulação deve possuir uma boa base de modelos matemáticos, uma interface de trabalho amigável, deve integrar fluxogramas completos, possuir estrutura aberta com módulo de balanço de massas e ótima apresentação de resultados, com saídas em Tabelas, desenhos e gráficos.

Um simulador avançado deve oferecer várias alternativas de entrada de dados, geração de relatórios, gráficos, obtenção de balanços de massa, estimação de parâmetros dos modelos matemáticos, simulação direta e reversa, estimativa de investimentos, entre outros aspectos.

Os modelos incorporados permitem simular equipamentos como: britadores, moinhos de bola e de barra, célula e coluna de flotação, hidrociclones, peneiras, classificadores de arraste e espiral, mesa vibratória, jiques, espirais concentradoras, espessadores, filtros, tanques de lixiviação, tanques CIP.

Os *softwares* disponíveis atualmente podem conter três modos de procedimento, ou algoritmos, para simulação, a simulação direta, a simulação reversa e a simulação conjunta.

Na simulação direta é possível prever a operação da usina com base em dados simples de alimentação da mesma. Obtêm-se dados de todos os fluxos, em função das fases definidas inicialmente, podendo incluir, por exemplo, fluxos mássicos e/ou volumétricos, teor, granulometria, entre outros.

Pela simulação reversa se faz um retro-cálculo para definição dos parâmetros dos modelos, obtendo-se a calibração do simulador, que possibilita a adequação dos

resultados preditos com os dados experimentais. Neste módulo, quando se têm dados completos de usina ou laboratório calibra-se o simulador para representar fielmente o desempenho da usina, podendo-se então estudar variáveis diversas.

A simulação conjunta executa alternativamente seqüências de simulação direta e reversa, para alcançar objetivos definidos, seja de calibração ou dimensionamento de equipamento.

3.5. *Balanço de Massa, Wills (1997)*

Os dados obtidos nos ensaios de caracterização tecnológica devem ser coerentes e confiáveis, nas amostragens e nas análises sempre ocorrem erros e é de boa prática reconciliar os dados experimentais utilizando *softwares* de simulação, por exemplo. Isto é, deve-se fazer o chamado balanço de massa, para que se possa confirmar a qualidade dos ensaios realizados.

Os balanços de massas em circuitos de concentração são fundamentados nas equações de conservação de massa, que segue:

$$A = C + R$$

$$Aa = Cc + Rr$$

Onde,

A, C e R: representa a unidade de medida da alimentação, concentrado e rejeito, tendo como exemplo de unidades de medida a t/h, Kg/h, partição, etc.

a, c e r: componente analisado na alimentação, concentrado e rejeito, respectivamente (teor de um elemento, distribuição granulométrica em determinada fração, percentagem de sólidos etc).

A partir destas equações, obtém-se as equações de recuperação metálica (R_{met}) e recuperação em massa (R_{mass}):

$$R_{met} = 100[c(a - r) / a(c - r)]$$

$$R_{mass} = 100[(a - r) / (c - r)]$$

Estas equações, apesar de seu uso, têm limitações quanto à aplicação industrial, por assumirem condições teóricas onde a suposição fundamental é que “o que entra é igual ao que sai”. Tal suposição pode ser verdadeira se considerado um período maior de tempo (por turno, diário, etc.); tal equilíbrio dinâmico pode não existir em curtos intervalos de operação (ex.: análises sucessivas dos produtos).

3.5.1. Sensibilidade da Equação de Recuperação Metálica

Da equação de recuperação metálica, diferenciada parcialmente em relação a a , c e r , obtém-se:

$$\frac{\partial R_{met}}{\partial a} = \frac{100 c r}{a^2 (c - r)} \quad ; \quad \frac{\partial R_{met}}{\partial c} = \frac{-100 c (c - a)}{a (c - r)^2} \quad ; \quad \frac{\partial R_{met}}{\partial r} = \frac{-100 c (c - a)}{a (c - r)^2}$$

Na estatística, a variância de uma função é dada por sua derivada. Assim, a variância da função recuperação metálica é:

$$V_{R_{met}} = \left(\frac{\partial R_{met}}{\partial a} \right)^2 V_a + \left(\frac{\partial R_{met}}{\partial c} \right)^2 V_c + \left(\frac{\partial R_{met}}{\partial r} \right)^2 V_r$$

onde: $V_{R_{met}}$, V_a , V_c e V_r são variâncias em R_{met} , a , c e r , respectivamente.

Esta equação é útil para obtenção do erro esperado no valor calculado de recuperação devido a erros na medição de a , c e r .

3.5.2. Sensibilidade da Equação de Recuperação em Massa

Para a equação de recuperação em massa, tem-se:

$$\frac{\partial R_{\text{mass}}}{\partial a} = \frac{100}{(c - r)} \quad ; \quad \frac{\partial R_{\text{mass}}}{\partial c} = \frac{-100(a - r)}{(c - r)^2} \quad ; \quad \frac{\partial R_{\text{mass}}}{\partial r} = \frac{-100(c - a)}{(c - r)^2}$$

Assim, a variância da função recuperação em massa é:

$$V_{R_{\text{mass}}} = \left(\frac{\partial R_{\text{mass}}}{\partial a}\right)^2 V_a + \left(\frac{\partial R_{\text{mass}}}{\partial c}\right)^2 V_c + \left(\frac{\partial R_{\text{mass}}}{\partial r}\right)^2 V_r$$

onde $V_{R_{\text{mass}}}$, V_a , V_c e V_r são variâncias em R_{mass} , a , c e r , respectivamente.

Esta equação é útil para obtenção do erro esperado no valor calculado de recuperação de um sistema de concentração devido a erros na medição de a , c e r .

3.5.3. Reconciliação de Dados em Excesso

É comum em balanço de massas estratificar o circuito, reduzindo o mesmo em sistemas simples e calcular a taxa de fluxo das massas relativa pelos valores dos componentes medidos. Em muitos casos existe um excesso de dados disponíveis para cada nó, tais como análise granulométrica, análise química por faixa granulométrica, taxas de diluição, teores, etc., possibilitando calcular a recuperação em massa por uma variedade de rotas, sendo cada uma independente da outra e de validade aparentemente igual.

Surge a questão de quais destes componentes poderiam ser usados para produzir um balanço e as indicações de quais componentes seriam supérfluas. O procedimento comumente adotado é usar todos os componentes disponíveis para computar a melhor

estimativa de recuperação em massa e ajustar os dados para fazer os valores dos componentes ficarem consistentes com esta estimativa.

Wills, em seus exemplos de cálculos de recuperação em massa e metálica, considera a análise de sensibilidade de grande importância na determinação das incertezas, que por vez auxilia na definição dos principais componentes (teores, distribuição granulométricas, % de sólidos, etc) a serem empregados, podendo ser seguramente utilizado em balanços de massa industriais. De acordo com exemplos de aplicação da análise de sensibilidade, Wills considera duas condições típicas para o caso da recuperação metálica:

- Situação em que há grande separação entre componentes: O valor da recuperação metálica calculada é mais sensível à variação das análises dos componentes dos rejeitos sendo extremamente insensível à variância dos componentes do concentrado e alimentação.
- Situação em que há uma pequena separação entre componentes: O valor da recuperação é mais dependente da precisão das análises de alimentação e concentrado que da análise do rejeito.

Dois métodos básicos são comumente usados, ambos empregando a aproximação do mínimo dos quadrados:

- Minimização da soma dos quadrados dos residuais;
- Minimização da soma dos quadrados dos ajustes.

Wills, considera que ambos os métodos levam a resultados similares, assim é apresentado o primeiro método para apresentação da metodologia.

No método da minimização da soma dos quadrados residuais, os valores que definem a melhor forma para as taxas de fluxo de massa são calculados a partir de dados experimentais, sendo os dados ajustados para absorver estas estimativas.

Se os extremos de um separador simples são amostrados e analisados para n componentes, tem-se:

$$(\mathbf{a}_k - \mathbf{r}_k) - \mathbf{R}_{\text{mass}} (\mathbf{c}_k - \mathbf{r}_k) = \Delta_k, (k = 1 \text{ a } n), \text{ onde:}$$

\mathbf{a}_k : valor do componente k da alimentação;

\mathbf{c}_k : valor do componente k do concentrado;

\mathbf{r}_k : valor do componente k do rejeito;

Δ_k : resíduo gerado por erros experimentais na medida do componente k.

O objetivo deste método é a escolha do valor de \mathbf{R}_{mass} que minimiza a soma dos quadrados dos resíduos (\mathbf{S}):

$$\mathbf{S} = \sum (\Delta_k)^2$$

O valor de \mathbf{S} pode não ser zero em qualquer valor de \mathbf{R}_{mass} a menos que os dados sejam consistentes. Entretanto, tem um valor mínimo quando $\partial \mathbf{S} / \partial \mathbf{R}_{\text{mass}} = \mathbf{0}$, isto é, quando:

$$2 \mathbf{R}'_{\text{mass}} \sum (\mathbf{c}_k - \mathbf{r}_k)^2 - 2 \sum (\mathbf{a}_k - \mathbf{r}_k) (\mathbf{c}_k - \mathbf{r}_k) = \mathbf{0}$$

onde $\mathbf{R}'_{\text{mass}}$ é a estimativa da melhor forma de \mathbf{R}_{mass} .

Assim,

$$\mathbf{R}'_{\text{mass}} = \frac{\sum (\mathbf{a}_k - \mathbf{r}_k) (\mathbf{c}_k - \mathbf{r}_k)}{\sum (\mathbf{c}_k - \mathbf{r}_k)^2}$$

Este valor é mais influenciado pelos valores dos componentes que são mais alterados pelo processo de separação. Determinado o valor de $\mathbf{R}'_{\text{mass}}$, o próximo passo é o ajuste dos valores dos componentes para torná-los consistentes com as taxas de fluxos calculadas. O resíduo pode ser distribuído entre os valores dos componentes de tal forma que:

$$(\mathbf{a}'_k - \mathbf{r}'_k) - \mathbf{R}'_{\text{mass}} (\mathbf{c}'_k - \mathbf{r}'_k) = \mathbf{0}$$

onde: \mathbf{a}'_k , \mathbf{c}'_k e \mathbf{r}'_k são os melhores valores de k nos três extremos, isto é,

$$(\mathbf{a}_k - \mathbf{a}''_k) - \mathbf{R}'_{\text{mass}} (\mathbf{c}_k - \mathbf{c}''_k) - (1 - \mathbf{R}'_{\text{mass}}) (\mathbf{r}_k - \mathbf{r}''_k) = \mathbf{0}$$

onde: \mathbf{a}''_k , \mathbf{c}''_k e \mathbf{r}''_k são os ajustes para os k-ésimos valores dos componentes nos três extremos.

Usando uma aproximação dos mínimos quadrados, a soma dos quadrados pode ser minimizada:

$$\mathbf{S}'' = \sum (\mathbf{a}''_k{}^2 + \mathbf{C}''_k{}^2 + \mathbf{r}''_k{}^2)$$

Este problema de minimização pode ser resolvido pelo "Método dos Multiplicadores Lagrangeanos" que faz com que os ajustes sejam os menores possíveis, que por vez envolve a minimização de \mathbf{L} :

$$\mathbf{L} = \sum (\mathbf{a}''_k{}^2 + \mathbf{c}''_k{}^2 + \mathbf{r}''_k{}^2) + 2 \sum \lambda_k$$

onde $2 \lambda_k$ é o multiplicador lagrangeano.

Assim,

$$\mathbf{L} = \mathbf{S}'' + 2 \sum \lambda_k (\Delta_k - \mathbf{a}''_k + \mathbf{R}'_{\text{mass}} \mathbf{c}''_k + (1 - \mathbf{R}'_{\text{mass}}) \mathbf{r}''_k)$$

Diferenciando \mathbf{L} em relação a cada componente desconhecido (ajustes e multiplicadores) e igualando a zero, tem-se:

$$\frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{a}''_k} = 2 \mathbf{a}''_k - 2 \lambda_k = 0, \text{ ou seja, } \mathbf{a}''_k = \lambda_k$$

$$\frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{a}''_k}$$

$$\frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{c}''_k} = 2 \mathbf{c}''_k - 2 \lambda_k \mathbf{R}'_{\text{mass}} = 0, \text{ ou seja, } \mathbf{c}''_k = - \lambda_k \mathbf{R}'_{\text{mass}}$$

$$\frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{c}''_k}$$

$$\frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{r}''_k} = 2 \mathbf{r}''_k - 2 \lambda_k (1 - \mathbf{R}'_{\text{mass}}) = 0, \text{ ou seja, } \mathbf{r}''_k = - \lambda_k (1 - \mathbf{R}'_{\text{mass}})$$

$$\frac{\partial \mathbf{L}}{\partial \mathbf{r}''_k}$$

$$\frac{\partial L}{\partial \lambda_k} = 2 (\Delta_k - a''_k + R'_{\text{mass}} c''_k + (1 - R'_{\text{mass}}) r''_k) = 0,$$

$$\frac{\partial L}{\partial \lambda_k}$$

substituindo por a''_k , c''_k e r''_k , tem-se:

$$a''_k = \frac{\Delta_k}{[1 + R'_{\text{mass}}{}^2 + (1 - R'_{\text{mass}})^2]}$$

$$c''_k = \frac{-R'_{\text{mass}} \Delta_k}{[1 + R'_{\text{mass}}{}^2 + (1 - R'_{\text{mass}})^2]}$$

$$r''_k = \frac{-(1 - R'_{\text{mass}}) \Delta_k}{[1 + R'_{\text{mass}}{}^2 + (1 - R'_{\text{mass}})^2]}$$

3.6. *Caracterização mineralógica, Schneider (1995), Neumann (1999)*

Caracterização de minérios é uma etapa fundamental para o aproveitamento de um recurso mineral de forma econômica, confiável e otimizada, pois fornece ao engenheiro os subsídios mineralógicos, texturais e tecnológicos necessários para a escolha correta da rota de processo, ou permite identificar e definir com precisão etapas do processamento que devem ser modificados ou adequados para melhorar a eficiência global do circuito escolhido.

A caracterização mineralógica é utilizada para determinar e quantificar os minerais de interesse e a partição dos elementos úteis entre estes e os de ganga de um minério, também estudam-se as texturas da rocha, definindo o tamanho de partícula necessário para liberação dos minerais de interesse de sua ganga e define diversas propriedades físicas e químicas destes minerais que potencialmente poderão ser úteis para a sua separação.

A Comissão de Novos Minerais e Nomenclatura de Minerais da Associação Mineralógica Internacional (CNMMN/IMA, do inglês) descreve mineral como uma substância sólida, inorgânica e cristalina, com composição química e propriedades físicas bem definidas, resultado de um processo geológico terrestre ou extra-terrestre sem intervenção humana. Substâncias biogênicas, como conchas de carbonato de cálcio e o carvão orgânico, e mal cristalizadas, como “ghoetita terrosa” de óxidos/hidróxidos de Fe, “leucóxênios” de óxidos de Ti e “colofânio” de fosfatos de cálcio, podem ser chamados de mineralóides. Apesar de serem denominados pelo nome do mineral, muitas fases sintéticas deveriam, se aplicado rigor científico, ser chamadas de “análogos sintéticos”, como rutilo, zeólitas, fases em cimento e escórias, ou mesmo ligas metálicas.

Além do domínio da mineralogia e intimidade com a parte analítica e instrumental envolvida na caracterização, a sua aplicabilidade é potencializada se houver, por parte do executor da caracterização, bons conhecimentos dos possíveis processos de concentração e/ou de extração que podem ser aplicados ao minério em estudo, e noções das especificações dos produtos.

A maneira de se caracterizar uma amostra de minério varia muito com a mineralogia e demais propriedades inerentes ao minério, com os objetivos e a abrangência da caracterização, com as rotas de processamento possíveis, e com a disponibilidade de tempo, capacidade analítica e recursos financeiros.

De maneira geral, a caracterização da amostra é executada em estágios, tendo uma grande interação entre os mesmos. Enumeramos a seguir os mais frequentemente executados, em ordem crescente de dificuldade técnica e especialização.

O primeiro estágio é o fracionamento da amostra, que objetiva, ao mesmo tempo, facilitar a identificação dos minerais pela sua relativa individualização, melhorar a quantificação das fases e estabelecer certas propriedades físicas dos minerais, já incorporando informações úteis para processo. O processo de fracionamento mais utilizado é a separação por tamanho outro método utilizado é trabalhar com as propriedades diferenciadoras como por exemplo a densidade e suscetibilidade magnética. A resposta dos minerais ao fracionamento já pode fornecer as suas propriedades físicas, inclusive simulando, com as devidas restrições, condições de operação industrial.

A identificação das fases, segundo estágio, é facilitada na medida que um ou mais minerais são concentrados no fracionamento, de maneira que seu sinal, por exemplo, em um difratograma de raios-X, é mais claro e a interpretação mais fácil e segura. O mineralogista dispõe de uma variada gama de técnicas analíticas para a identificação dos minerais, e as mais difundidas são as microscopias óptica e eletrônica de varredura e a difração de raios-X. Esta etapa é imprescindível dentro da caracterização mineralógica.

O terceiro estágio da caracterização, a quantificação dos minerais, é mais fácil numa fração mais concentrada, e o recálculo considerando a massa da fração reduz sobremaneira o erro. Novamente, diversas técnicas podem ser utilizadas para quantificar os minerais, e em amostras de mineralogia mais complexa esta etapa pode ser muito complicada. Conforme os objetivos traçados para o trabalho, algumas simplificações são possíveis, agrupando-se minerais em função de sua resposta num eventual processo ou devido a especificação do produto (por exemplo, minerais de ferro, englobando hematita, magnetita, goethita e limonitas).

O quarto estágio numa caracterização mineralógica é verificar a liberação do mineral de interesse (ou dos minerais de interesse) em relação aos de ganga. A eficiência da separação das fases de interesse em relação às de ganga utilizando as várias opções de processo, deve ser verificada em diversas faixas de tamanho de partículas para se identificar qual o melhor faixa de tamanho das partículas que atendem ao processo a ser testado. A estimativa de liberação por faixa de tamanho em microscópio óptico (método de Gaudin), é um dos métodos clássicos de se obter o grau de liberação de um minério.

Métodos mais modernos de cálculos do espectro de liberação, baseados em análise de imagens, fornecem resultados muito mais precisos e completos. A liberação é uma das informações mais importantes na caracterização.

A caracterização mineralógica engloba a identificação dos minerais de minério e de ganga numa amostra, e a sua quantificação. No caso de mais de uma fase carreadora de determinado elemento, pode ser necessário que se determine a partição do elemento entre as fases, e no caso da presença de elementos deletérios ao processo e/ou ao meio ambiente, também pode ser necessário que se faça isto com os minerais de ganga.

3.6.1. Identificação dos Minerais, Schneider (1995), Neumann (1999)

A identificação dos minerais é baseada nas propriedades que o definem como o mineral, ou seja, composição química e estrutura, e propriedades físicas decorrentes. Se a amostra já foi previamente processada por densidade e susceptibilidade magnética, já há alguns dados sobre propriedades físicas disponíveis.

Para a caracterização, normalmente se trabalha em escala microscópica, apesar das observações em escala mesoscópica (amostras de mão) serem muito úteis, permitindo a identificação de boa parte dos minerais mais importantes. Os métodos mais empregados para identificação dos minerais nesta escala são as microscopias ópticas (lupa, microscópio estereoscópico, microscópio petrográfico de luz transmitida e de luz refletida) e eletrônica, e a difração de raios-X.

3.6.2. Técnicas de Mineralogia Aplicada à Caracterização, Sant'Agostinho e Kahn (1997)

Na caracterização tecnológica de matérias primas minerais, análises mineralógicas constituem-se em recurso essencial na identificação dos constituintes e determinação de suas propriedades.

São de importância similar às técnicas/recursos de análise que possibilitam a quantificação das espécies minerais, viabilizando a determinação da composição mineral e do grau de liberação do mineral útil.

As técnicas que proporcionam a observação e a identificação das espécies minerais são fundamentais na determinação dos parâmetros da matéria prima mineral, sejam eles mineralógicos ou não. As mais usuais, aplicadas à caracterização, estão resumidas na tabela 3.6.1.

Tabela 3.6.1 - Técnicas de mineralogia de uso mais difundido na caracterização de minérios.

Técnica		Propriedade
Microscopia Óptica	Microscópios estereoscópicos Microscópios ópticos de polarização	Forma, cor, alterações, associações, propriedades ópticas
Difração de Raios - X	Método do pó Câmara de monocristal	Identificação de substâncias Estrutura cristalina
Microscopia Eletrônica de Varredura	Microscópio eletrônico de varredura (MEV)	Forma, associações, liberação
Sistema de microanálise	Dispersão de energia (EDS) Dispersão de comprimento de onda (WDS)	Composição química
Recursos Diversos	Análise termodiferencial Análise termogravítica Análise por infravermelho	Compostos, fases a partir de ligações químicas, composição química.
Luminescência	Catodoluminescência Fluorescência	Excitação por elementos ativadores, exibir estruturas e mensurar eventos fisiológicos e bioquímicos nas células vivas.

Serão aqui discutidas as técnicas tradicionais que serão aplicadas ao tema desta dissertação. Ressalta-se, no entanto, existir atualmente inúmeras técnicas utilizadas na caracterização mineralógica que não foram utilizadas no desenvolvimento deste trabalho.

3.6.2.1. - Técnicas de Microscopia Óptica, Sant' Agostinho e Kahn (1997)

A microscopia óptica é o recurso mais básico e tradicional, que utiliza tanto os microscópios estereoscópicos como os petrográficos. Destaca-se que a mineralogia de apoio à caracterização é essencialmente relacionada com partículas minerais, monominerálicas ou não, sendo menos freqüente a análise em fragmentos de rocha.

Microscópios estereoscópicos, ou lupas binoculares constituem-se em recursos imprescindíveis na caracterização, desde as primeiras observações das propriedades do material prévias aos estudos, para orientação e planejamento dos mesmos, até o acompanhamento dos ensaios de separação minerais, para refinamento das condições operacionais, bem como na própria identificação mineral.

Equipamento padrão têm recurso de luz incidente e possibilita obter os seguintes dados sobre as partículas ou grãos de minerais: formas/habitus, características de superfície, cor e associações minerais. Os equipamentos que possuem maior tecnologia dispõem também de recursos de luz transmitida e sistemas de polarização de luz, possibilitando a determinação de propriedades ópticas. As observações são feitas sem quaisquer montagens de grãos, e a faixa de aumento típica é de 10 a 500 vezes.

Para observações em luzes transmitidas, próprias para minerais transparentes ou translúcidos, vários procedimentos de montagens são usados, conforme o tipo e granulometria do material:

- não fixas, diretamente em lâminas de vidro cobertas por lamínulas, por imersão a óleo ou bálsamo – ideal para grãos límpidos e granulometrias finas (0,300mm a 0,010mm);
- fixas, diretamente em lâminas de vidro cobertas por lamínulas, por imersão a bálsamo cozido ou resina (quando é necessário o arquivamento de amostra);
- seções delgadas através de montagem prévia dos grãos em resina, corte da amostra resinada em fatia, colagem em lâmina de vidro e desbaste até atingir a

espessura de lâmina petrográfica (0,030mm), recobrimento com lamínula (próprio para grãos com recobrimento/impregnação superficial e granulometrias grossas -3,500mm a 0,300mm);

- seções delgadas/polidas obtidas pelo polimento das seções descritas acima (sem recobrimento com lamínula).

Observações em luz refletida, recurso adequado para minerais opacos, exigem confecção de seções polidas, feitas a partir do corte e polimento de montagens dos grãos em resina, sendo que opcionalmente pode-se usar seções delgadas/polidas.

3.6.2.2. - Difração de Raios-X, Sant' Agostinho e Kahn (1997), Kahn (2001)

Introdução

A difratometria de raios-X corresponde a uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos, encontrando aplicações em diversos campos do conhecimento. É uma metodologia que permite a determinação das fases a partir de espectro gerado pela estrutura cristalina, sendo uma ferramenta extremamente útil na identificação das espécies minerais. É comumente aplicada em duas modalidades básicas: método do pó e câmaras de monocristal.

Os raios-X, ao atingirem um material, podem ser espalhados elasticamente, sem perda de energia pelos elétrons de um átomo (dispersão ou espalhamento coerente). O fóton de raios-X, após a colisão com o elétron, muda sua trajetória mantendo, porém, a mesma fase e energia do fóton incidente. Sob o ponto de vista da física ondulatória, pode-se dizer que a onda eletromagnética é instantaneamente absorvida pelo elétron e reemitida; cada elétron atua, portanto, como centro de emissão de raios-X.

Se os átomos que geram este espalhamento estiverem arranjados de maneira sistemática, como em uma estrutura cristalina, apresentando entre eles distâncias próximas ao do comprimento de onda da radiação incidente, pode-se verificar que as

relações de fase entre os espalhamentos tornam-se periódicas e que efeitos de difração dos raios-X podem ser observados em vários ângulos.

Considerando-se dois ou mais planos de uma estrutura cristalina, as condições para que ocorra a difração de raios-X (interferência construtiva ou numa mesma fase) vão depender da diferença de caminho percorrida pelos raios-X e o comprimento de onda da radiação incidente. Esta condição é expressa pela Lei de Bragg verificada para radiação monocromática, ou seja, $n\lambda = 2d \sin\theta$, onde λ corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente, n a um número inteiro (ordem de difração), d à distância interplanar para o conjunto de planos hkl (índice de Miller) da estrutura cristalina e θ ao ângulo de incidência dos raios-X (medido entre o feixe incidente e os planos cristalinos).

Equipamentos de Difração de Raios-X

Fontes de raios-X e Filtros: O esquema geral de um tubo de raios-X é apresentado na Figura 3.6.1. Os tubos de raios-X são formados por um tubo de vidro revestido por uma camada de óleo e chumbo, no seu interior há um filamento de tungstênio, um alvo de tungstênio e vácuo. O tungstênio é o material escolhido para este fim pois tem um número atômico e um ponto de fusão altos e não derrete com o calor (ponto de fusão acima de 3.000° C). É importante utilizar um material com estas características pois parte da energia produzida dentro do tubo de raios-X é na forma de calor. O alvo de tungstênio no qual os elétrons irão chocar-se está em movimento (na verdade, é um disco em rotação) para que a área que está recebendo o choque com o feixe de elétrons seja constantemente mudada o que distribui o efeito do bombardeio em torno da margem do alvo, possibilitando um certo resfriamento. O tubo de vidro é revestido por chumbo, que por ser um material muito denso, tem grande absorção dos raios-X, e entre o vidro e o chumbo há uma camada de óleo para resfriá-lo. No tubo de raios-X há uma só abertura não revestida de chumbo e na qual são emitidos os raios-X na forma de um feixe piramidal (em forma de cone) que consegue “escapar” do tubo. Como descrito, os fótons são produzidos em todas as direções, porém só existe um lugar para que “escapem” do tubo, e essa abertura é utilizada para direcionar o feixe.

A corrente do filamento de tungstênio utilizada no tubo de raios-X é medida em miliampéres (mA), e a diferença de potencial entre o pólo positivo e negativo é dada em kilovoltagem (geralmente de 35 a 150kV). As características de kV e mA é que darão o brilho e o contraste da imagem obtida. Finalmente, o vácuo no tubo de raios-X é importante para evitar o choque dos elétrons com moléculas de gás, o que teria como efeito a desaceleração dos elétrons antes destes chegarem ao alvo (anodo de tungstênio).

Raios-X são produzidos ao se liberar energia no choque de elétrons de alta energia cinética contra uma placa de metal. Para tais efeitos utiliza-se um tubo de raios-X que consiste num tubo de vidro à vácuo com dois eletrodos de tungstênio (diodo), um anodo (pólo positivo) e um catodo (pólo negativo). O catodo consiste num filamento de tungstênio muito fino que esquenta com a passagem de corrente elétrica de alta voltagem. Com isto os elétrons do tungstênio adquirem suficiente energia térmica para abandonar o catodo (emissão termoiônica). Devido à alta voltagem cria-se também uma diferença de potencial entre os eletrodos o que faz que os elétrons emitidos pelo filamento de tungstênio sejam acelerados em direção ao anodo (pólo positivo). A energia cinética dos elétrons depende da voltagem entre os eletrodos: quanto mais alta a voltagem maior a energia cinética. O anodo está revestido por tungstênio e funciona como alvo para os elétrons.

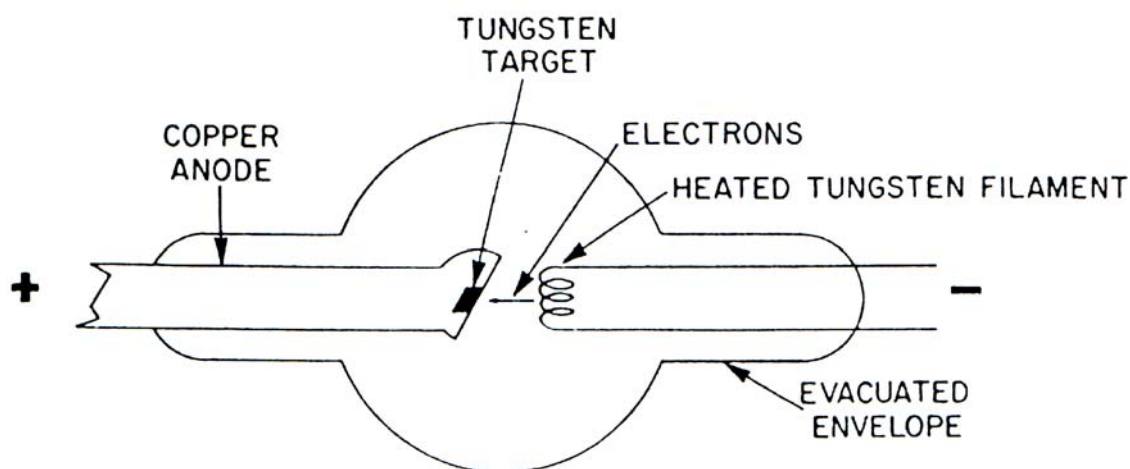


Figura 3.6.1 – Tubo de raios X

Vários materiais distintos podem ser empregados como anodo, sendo Cu, Cr, Fe e Mo os mais usuais (Tabela 3.6.2); da mesma forma, distintas geometrias construtivas podem ser empregadas acarretando em feixes de raios-X com diferentes formas e intensidades por unidade de área (Tabela 3.6.3).

Tabela 3.6.2 – Características dos anodos mais comuns

Anodo	Número atômico	K α (angström)	Energia crítica de excitação (KeV)	Voltagem ótima (KV)
Cr	24	2,291	5,99	40
Fé	26	1,937	7,11	40
Cu	29	1,542	8,98	45
Mo	42	0,710	20,00	80

Tabela 3.6.3 – Características de diferentes tubos de raios-X

Tipo de tubo	Dimensões do foco (mm)	Área focal (mm ²)	Dimensões virtuais (<i>take off θ^0</i>)	
			Foco ponto (mm)	Foco linha (mm)
Foco fino longo	0,4 x 12	4,8	0,4 x 12	0,04 x 12
Foco fino	0,4 x 8	3,2	0,4 x 8	0,04 x 8
Foco normal	1,0 x 10	10,0	1,0 x 10	0,10 x 10
Foco largo	2,0 x 12	24,0	2,0 x 12	0,20 x 12

A seleção do tipo de anodo está relacionada principalmente com a natureza do material a ser analisado, buscando-se sempre a conjugação anodo/amostra que apresente o menor coeficiente de absorção de massa, além da relação resolução versus intensidade dos picos do difratograma. A seleção do tipo de tubo e do foco a serem empregados (linha ou ponto) está relacionada à aplicação a ser efetuada. O espectro de radiação gerado a partir do tubo de raios-X não é monocromático, apresentando tanto a radiação característica do material empregado como anodo ($K\alpha$, $K\beta$, etc.), como também do espectro contínuo (Figura 3.6.2).

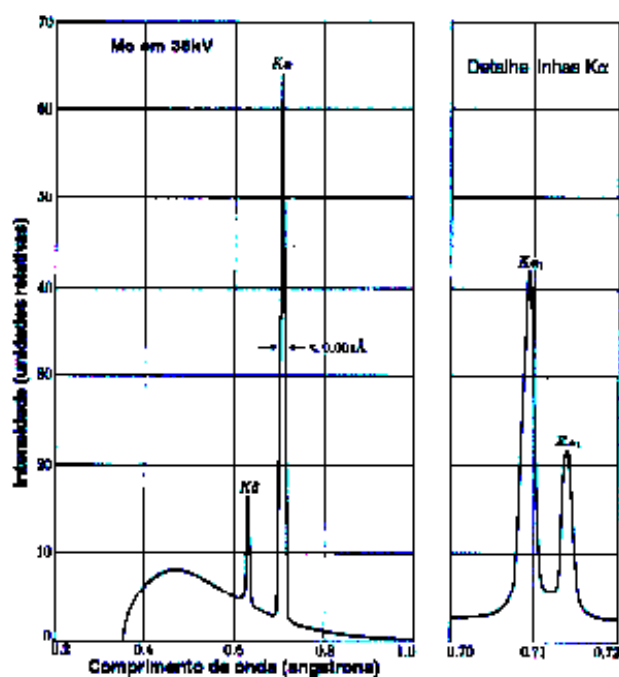


Figura 3.6.2 - Espectro de raios-X contínuo e característico para o molibdênio a 35kV. No quadro à direita é detalhado o espectro referente à linha $K\alpha$, mostrando $K\alpha_1$, $K\alpha_2$.

Sendo necessário o emprego de radiação monocromática, há que se remover a radiação referente à linha $K\beta$ e também parte do espectro contínuo emitido pelo tubo. Duas alternativas podem ser consideradas para tanto: a primeira considera a utilização de

filtros, cujas bandas de absorção de radiação permitam a passagem da radiação referente à linha $K\alpha$ e a remoção da linha $K\beta$, como o exemplo de filtro de Ni sobre a emissão de anodo de Cu (Figura 3.6.3).

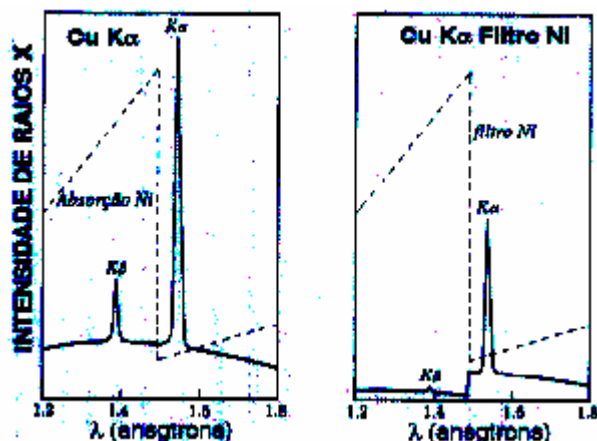


Figura 3.6.3 - À esquerda, espectro de emissão de raios-X do Cu mostrando as linhas $K\alpha$ e $K\beta$ e a banda de absorção do Ni. À direita tem-se o espectro obtido com o emprego do filtro de Ni (remoção da linha $K\beta$).

Outra opção, mais frequentemente usada, consiste na utilização de um filtro monocromador situado na passagem dos raios-X entre a amostra e o detector ou entre o tubo e a amostra, o qual, através do princípio da difração de Bragg, permite exclusivamente a passagem da radiação com o comprimento de onda de interesse ($K\alpha$).

Método do Pó: Câmara de Debye – Scherrer, Difratorômetro de Raios-X

A câmara de Debye-Scherrer, Figura 3.6.4, compreende um dispositivo cilíndrico no qual a amostra em pó é acondicionada em um capilar posicionado bem no centro da câmara sobre o qual é focalizado um fino feixe de raios-X. Cones de difração de raios-X são então gerados a partir da amostra, sendo que uma parcela destes sensibiliza um filme fotográfico posicionado na parede interna da câmara, possibilitando a coleta de raios-X desde praticamente 0° até 180° em termos de 2θ . Esta técnica, introduzida na segunda metade da década de 1910, foi bastante empregada até os anos 80. Sua

utilização hoje é bastante restrita, estando limitada a situações em que é crítica a disponibilidade de amostra e a estudos de amostras monocristalinas.

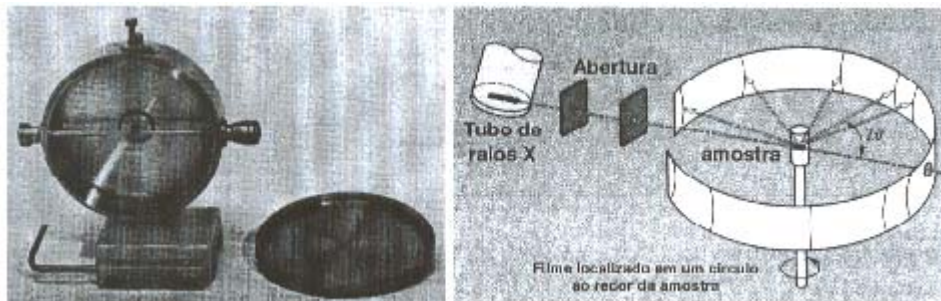


Figura 3.6.4: Câmara de pó ou de Debye – Scherrer

Os difratômetros de raios-X disponíveis no mercado são dominados pela geometria parafocal Bragg – Brentano; seu arranjo geométrico pode constituir-se de um goniômetro horizontal (θ - 2θ ou θ - θ).

Para a geometria θ - 2θ (Figura 3.6.5), o goniômetro, acoplado aos acessórios de recepção do feixe difratado, move-se (H) com velocidade angular (2θ /passo) sobre o eixo P e rotaciona a amostra (P) com a metade desta velocidade angular (θ /passo). O raio do círculo do goniômetro é fixo, apresentando iguais distâncias do tubo gerador de raios-X à amostra e da amostra à fenda de recepção “D” ($LP = PD$). O plano do círculo focal contém os raios incidentes e difratados, isto é, a fonte, a amostra e a fenda de recepção.

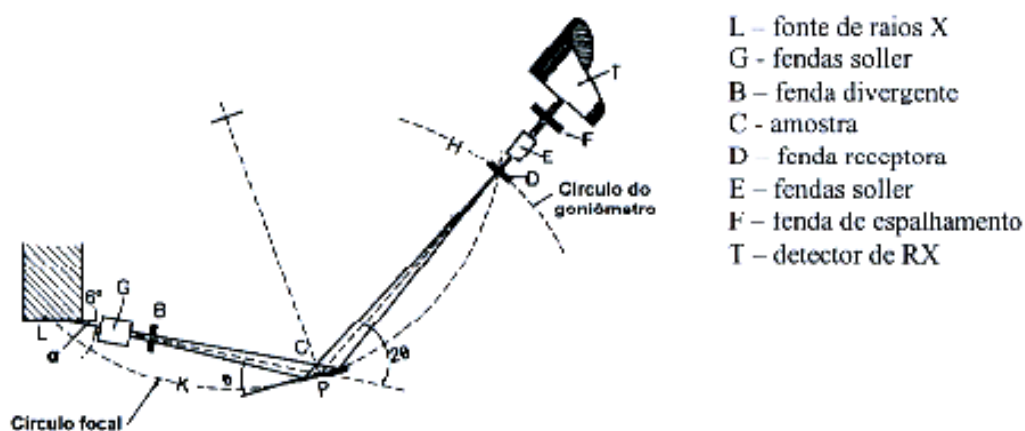


Figura 3.6.5 - Geometria Bragg-Bretano de um difratômetro de raios-X, mostrando as diferentes fendas utilizadas.

A partir da fonte, os raios-X atravessam a fenda soller ou colimadores paralelos (G), a fenda de divergência (B) e irradiam a superfície da amostra (C). Os raios difratados em determinado ângulo 2θ convergem para a fenda de recepção (D). Antes ou depois da fenda de recepção pode ser colocado um segundo conjunto de colimadores (E) e uma fenda de espalhamento (F). Um monocromador do feixe difratado pode ser colocado após a fenda de recepção, na posição da fenda de espalhamento.

Aplicações da Difração de Raios-X

Identificação de Fases Cristalinas: A principal aplicação da difração de raios-X refere-se à identificação de compostos cristalinos. Os planos de difração e suas respectivas distâncias interplanares, bem como as densidades de átomos (elétrons) ao longo de cada plano cristalino, são características específicas e únicas de cada substância cristalina, da mesma forma que o padrão difratométrico por ela gerado.

Várias estratégias de identificação podem ser empregadas, sendo que a dificuldade de identificação aumenta progressivamente com a elevação do número de fases cristalinas presentes na amostra.

A partir da década de 90, sistemas automáticos de busca por métodos booleanos e lógica Fuzzy passaram a ser largamente empregados no auxílio à identificação de fases cristalinas por difração de raios-X. Nestes procedimentos, os três a dez picos mais intensos de cada fase presente no banco de dados são comparados com o difratograma da amostra, atribuindo-se créditos e penalidades para cada pico difratado no que se refere a sua presença/ausência, intensidade difratada e deslocamento da distância interplanar. Ao final do processo de busca e comparação, os valores dos resultados são expressos em ordem decrescente de pontuação, seguindo-se a avaliação final por parte do usuário.

Quantificação das Fases: A intensidade da difração depende da densidade de elétrons em um dado plano cristalino, devendo ser consideradas, ainda, outras variáveis, como às expressas na equação abaixo.

$$I_{(hkl)} = K_e P_{(hkl)} (1/V_j^2) |F_{(hkl)j}|^2 L P_{(hkl)} f_j / \mu$$

Onde:

$I_{(hkl)}$: intensidade integrada;

K_e : constante para um equipamento particular;

$P_{(hkl)}$: fator de multiplicidade;

V_j : volume da cela unitária;

$F_{(hkl)j}$: fator de estrutura;

$L P_{(hkl)}$: fator Lorentz-polarização;

f_j : fração volumétrica da fase J na amostra;

μ : coeficiente de absorção linear da amostra.

O fator (F) considera a eficiência do espalhamento pelos elétrons de um átomo e os efeitos da temperatura sobre a posição dos átomos na estrutura cristalina. O fator de multiplicidade, P, refere-se à proporção relativa de planos que contribuem para um pico difratado. O fator Lorentz-polarização, L P, refere-se a um fator geométrico que diminui as intensidades integradas dos picos difratados em ângulos menores e maiores, uma vez que a quantidade de polarização depende do ângulo através do qual a radiação é espalhada.

Os métodos de análise quantitativa por difração de raios-X desenvolveram-se propriamente com a utilização do difratômetro com contador Geiger. A relação dos principais métodos que consideram os efeitos de absorção sobre as intensidades e utilizam, em geral, as intensidades integradas de um pico difratado são apresentadas a seguir:

- método do padrão interno (Alexander e Klug, 1948; apud Klug e Alexander, 1974);
- método da adição (Lennox, 1957; apud Snyder e Bish, 1989);
- método do padrão externo, com sobreposição de picos (Copeland e Bragg, 1958; apud Klug e Alexander, 1974);
- método de “matrix-flushing” (padrão interno – RIR) (Chung, 1974a, 1974b, 1975);
- método da adição-difração (Klug e Alexander, 1974; Smith et al., 1979b, apud Snyder e Bish, 1989);
- outros, como o método da diluição (Clark e Preston, 1974), método do cálculo direto (Hooton e Giorgetta, 1977), método da razão de intensidade e método do padrão externo (Goehner, 1982, apud Pawloski, 1985).

A quase totalidade destes métodos utiliza comparações com amostras de referência. Por razões diversas, estes padrões não são disponíveis comercialmente, devendo ser preparados caso a caso. Adicionalmente, outros fatores, como orientação preferencial,

microabsorção e granulação da amostra propiciam substanciais dificuldades adicionais para se obter resultados quantitativos dentro de intervalos de precisão e exatidão aceitáveis, fazendo com que as técnicas de análise quantitativa por difração de raios-X não sejam amplamente utilizadas.

3.6.2.3. - Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise Química, Sant' Agostinho e Kahn (1997), Kahn (2001)

Introdução

A microscopia eletrônica de varredura é a técnica de caracterização microestrutural mais versátil hoje disponível, encontrando aplicações em diversos campos do conhecimento. Produz a imagem resultante da interação de um feixe de elétrons com a amostra, permitindo aumentos de 30 a 100.000 vezes.

A interação de um fino feixe de elétrons focalizado sobre a área ou o volume a ser analisado gera uma série de sinais que podem ser utilizados para caracterizar propriedades da amostra, tais como composição, superfície topográfica, cristalografia, etc.

O microscópio eletrônico de varredura, quando conjugado com detectores de elétrons retroespalhados, permite a distinção entre espécies minerais pela diferença de número atômico médio dos elementos constituintes, através de tons de cinza.

Na microscopia eletrônica de varredura os sinais de maior interesse referem-se usualmente às imagens de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados, ao passo que na microsonda eletrônica o sinal de maior interesse corresponde aos raios-X característicos, resultantes do bombardeamento do feixe de elétrons sobre a amostra, permitindo a definição qualitativa ou quantitativa dos elementos químicos presentes no microvolumen.

O Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV

O esquema genérico de um microscópio eletrônico de varredura é apresentado na Figura 3.6.6. Basicamente o MEV pode ser subdividido em duas partes principais: a coluna e a câmara de amostras.

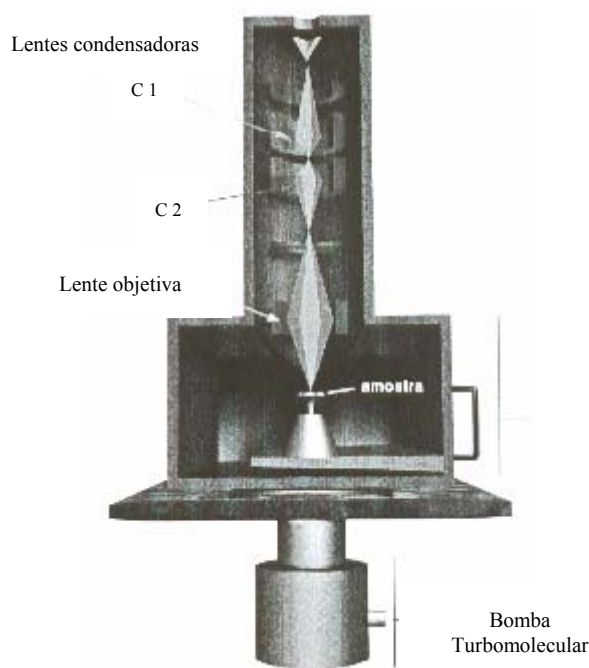


Figura 3.6.6 - Esquema geral do microscópio eletrônico de varredura.

A coluna, mantida sob o vácuo inferior a 10^{-4} Torr, contém em sua porção superior um canhão de elétrons e, abaixo deste, lentes magnéticas para focalização de um fino feixe de elétrons incidente sobre a amostra. A quantidade de corrente no feixe de elétrons incidente sobre a amostra determina a intensidade dos sinais a serem emitidos, a qual, por sua vez, é diretamente proporcional ao diâmetro do feixe, implicando no ajuste dos controles do microscópio para otimização da condição de operação desejada: alta resolução (diâmetro do feixe de 3 a 10nm), elevada profundidade de foco ou microanálise (diâmetro do feixe de 0,2 a 1 μ m). A fonte mais usual de elétrons corresponde à emissão termo-iônica gerada a partir de um filamento de tungstênio aquecido a 2427°C.

O filamento é mantido em um potencial negativo de 5 a 40KV, com a aceleração dos elétrons através do orifício de uma placa de anodo conectada ao terra.

Alternativamente, pode-se recorrer a um filamento de LaB₆, que fornece uma maior densidade de corrente, em temperatura inferior à do tungstênio (1527°C). Além de um brilho de 5 a 10 vezes superior, este filamento apresenta vida útil substancialmente superior, cerca de 700 a 1000 horas, contra 20 a 50 horas para o tungstênio; no entanto, a utilização de LaB₆ requer condições de vácuo da ordem de 10⁻⁷Torr.

A câmara de amostras conta com diferentes tipos de detectores para captar os sinais gerados na interação elétron-amostra e um suporte que possibilita a movimentação das amostras em três eixos (x, y e z), além de rotação e inclinação lateral.

Duas concepções construtivas são adotadas no que se refere às condições de vácuo: alto vácuo, equivalente àquele existente na coluna, e de baixo vácuo (10⁻²Torr); esta última necessitando o emprego de um detector especial para a coleta de imagens de topografia.

Interações Elétrons – Amostra

As interações entre os elétrons e a amostra podem ser divididas em duas classes:

- **espalhamento elástico:** afeta a trajetória dos elétrons dentro da amostra sem, no entanto, alterar a energia cinética dos mesmos. É responsável pelo fenômeno de elétrons retroespalhados;
- **espalhamento não elástico:** compreende diferentes interações em que há perda de energia cinética dos elétrons para os átomos da amostra, propiciando a geração de elétrons secundários, elétrons Auger, raios-X e catodoluminescência.

A Figura 3.6.7 ilustra os elétrons incidindo sobre a amostra e as várias interações resultantes e as profundidades nas quais estas são geradas.

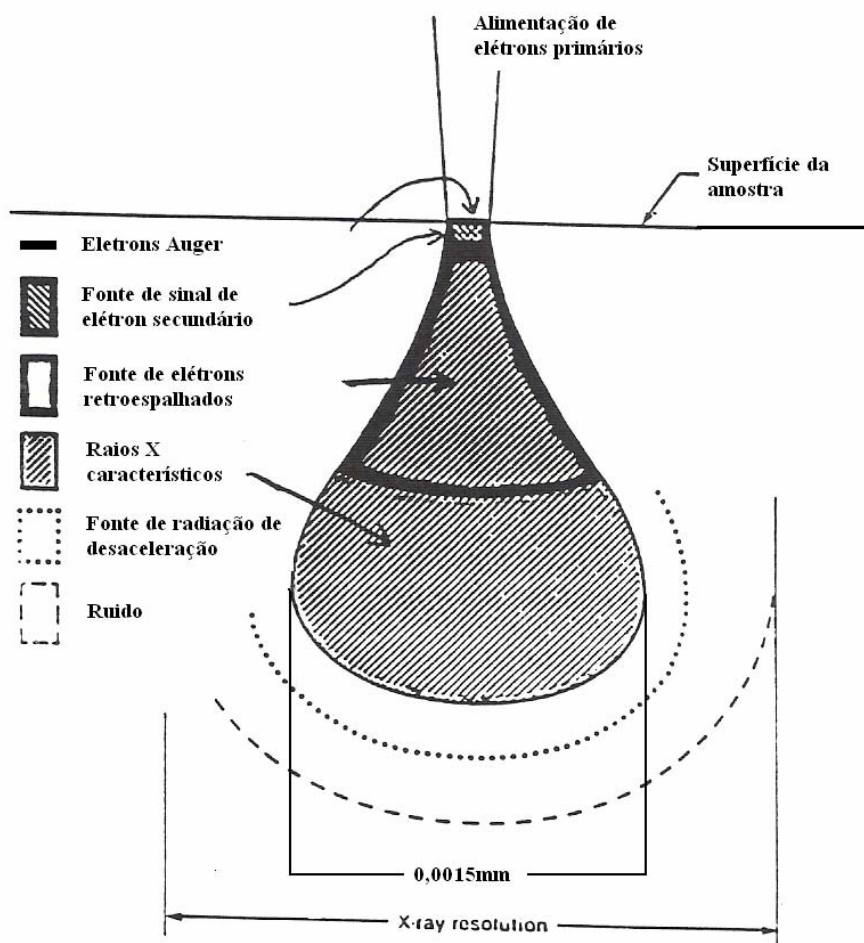


Figura 3.6.7 - Interação elétrons – amostra.

Elétrons Retroespalhados: Compreendem o espalhamento elástico de elétrons cuja trajetória foi desviada em mais de 90° em relação à direção do feixe incidente. Mostram estreita relação de dependência com o número atômico e a energia dos elétrons (50eV até valores correspondentes à energia do feixe incidente). Permitem a individualização de fases através de contraste de tons de cinza em função do número atômico médio.

Elétrons Secundários: Englobam todos os elétrons de energia inferior a 50eV. Essencialmente, compreendem os elétrons da camada de valência perdidos que, em face

de sua baixa energia, emergem das proximidades da superfície da amostra. Possibilitam a visualização da topografia da amostra, com elevada profundidade de foco.

Raios-X Contínuo e Característico: O espectro de raios-X resultante da interação elétrons-amostra é constituído por dois componentes distintos: o característico, que permite identificar e quantificar os elementos presentes, e o contínuo, responsável pelo *background* em todos os níveis de energia.

- Raios-X contínuo: o feixe de elétrons incidente sofre uma desaceleração resultante da interação dos mesmos com os átomos da amostra. A energia perdida pelo feixe de elétrons no processo de desaceleração é convertida em fótons de energia eletromagnética variando desde uma fração de eV até a energia total correspondente à do feixe incidente (espectro contínuo). Esta radiação, conhecida como *bremsstrahlung* (radiação de desaceleração) não apresenta interesse analítico.
- Raios-X característico: o feixe de elétrons pode interagir com as camadas de elétrons dos átomos presentes na amostra, de forma a arrancar um elétron de seu orbital, ocasionando uma vacância e deixando o átomo como um íon em seu estado excitado. Instantaneamente, o átomo retorna ao seu estado normal com a emissão de energia característica da transição ocorrida entre os níveis de elétrons. As energias dos elétrons em cada nível são bem definidas, com valores característicos para cada átomo, possibilitando a identificação e quantificação dos elementos químicos através de uma série de técnicas instrumentais.
- Elétrons Auger: um átomo excitado, quando retorna ao seu estado normal, pode tanto emitir raios-X característico, quanto perder um elétron da camada mais externa, o qual é chamado de elétron Auger.
- Catodoluminescência: o bombardeamento da amostra por um feixe de elétrons pode dar origem à emissão de fótons de comprimentos de onda elevados, situados nas regiões do espectro eletromagnético referentes às radiações ultravioleta, visível e infravermelho.

Sistemas de Detecção

Elétrons Retroespalhados: São fáceis de detectar devido a sua elevada energia, sendo de difícil coleta face a sua elevada velocidade (caminham em linha reta). O detector tem formato anelar e situa-se logo abaixo da objetiva do microscópio, apresentando um orifício central para a passagem do feixe de elétrons incidente. O detector é segmentado em quatro partes, podendo coletar tanto imagens de contraste de número atômico (composição), como topografia.

Elétrons Secundários: A energia muito baixa (menor que 50eV) exige detectores especiais para captação, podendo ser facilmente coletados, por causa da sua baixa velocidade. O detector mais comum compreende uma gaiola de Faraday que atrai os elétrons para um cintilador; este sinal é guiado até uma célula fotomultiplicadora, onde é convertido em diferença de potencial.

Raios-X Característicos: Dois diferentes tipos de espectrômetros são empregados para a detecção dos raios-X característicos, ambos permitindo a realização de microanálises qualitativas e quantitativas. São eles o espectrômetro de dispersão de comprimento de onda (WDS), no qual cristais analisadores e difração são empregados para a discriminação dos raios-X segundo o comprimento de onda da radiação (monocromador), e o espectrômetro de dispersão de energia (EDS), com discriminação de todo o espectro de energia através de um detector do estado sólido de Si(Li) ou Ge. Além de informações sobre composição química pontual, estas técnicas permitem as análises segundo uma dada direção da amostra (linhas) ou a geração de imagens de raios-X de múltiplos elementos, bem como mapeamento quantitativo.

Catodoluminescência: Dois diferentes tipos de detectores podem ser empregados; um coletando todo o espectro gerado em um único sinal e o outro possibilitando discriminação de acordo com o comprimento de onda da luz emitida, mediante o emprego de filtros monocromadores.

Microanálise Química

A identificação das espécies minerais é auxiliada pela determinação da sua composição química, o que pode ser obtido por sistemas de microanálise, que habilitam à análise de elementos em áreas pequenas, de até 0,001mm² (análises pontuais). A metodologia de análise aplicada é a espectrometria por fluorescência de raios-X, utilizando detector de dispersão de energia (EDS), ou de dispersão de comprimento de onda (WDS), ambos adequados para análises qualitativas de elementos, e para as quantitativas diferindo em resolução/sensibilidade: a primeira com capacidade para determinação de teores de 0,1% a 100%, e a segunda desde teores da ordem de dezenas a centenas de partes por milhão (> 0,01%).

Os sistemas de microanálise são acopláveis ao microscópio eletrônico de varredura, ou montados em equipamentos específicos de microsonda.

Aplicações

Algumas aplicações na área da engenharia:

- análise micromorfológica, incluindo estudos de fraturas, morfologia de pós, etc.;
- análises de texturas e quantificação de fases com números atômicos distintos;
- identificação/composição química das fases presentes em uma amostra;
- estudos de liberação de minérios (conjugado com sistemas de análise de imagem).

3.6.2.4. - Análises Química, Ratti (2001)

Análise Química por Via Úmida

Análises químicas por via úmida baseiam-se em métodos conhecidos e praticados durante muitos anos, constam nos livros textos clássicos de Química Analítica e

geralmente são de difícil execução, lentas, de maior custo, além de requerem instalações adequadas e grande treinamento dos operadores.

As análises químicas podem ser qualitativas ou quantitativas, e na via úmida baseiam-se na manipulação de amostras com reagentes específicos. As análises qualitativas consistem na observação da solubilização ou não em diferentes ácidos, observação da cor da chama queimando o pó, precipitação de grupos de cátions e ânions, observação de resíduo insolúvel em ácidos. As análises quantitativas envolvem geralmente solubilizações, precipitações e reprecipitações. Elementos traço são dosados com métodos muito específicos.

As principais técnicas da via úmida são a gravimetria (precipitação de um composto e dosagem pelo peso obtido), volumetria (titulação de compostos diante de um indicador de cor específico) e colorimetria (medida do comprimento de onda da cor de uma solução obtida com indicador específico).

Embora análises químicas por via úmida não atendam em volume e velocidade, seus conhecimentos ainda são imprescindíveis em técnicas instrumentais por dosagem de elementos em solução. A solubilização de materiais pode ser total ou parcial, dependendo da finalidade da análise.

A solubilização total baseia-se em duas técnicas convencionais que, por não serem sempre eficientes, geraram uma grande variedade de métodos. A primeira é a fusão, alcalina, ácida ou oxidante, com subsequente retomada em meio aquoso ou ácido. As fusões são geralmente em cadinhos de platina para não haver contaminação de amostras, mas as fusões alcalinas devem ser feitas em cadinhos de níquel ou de ferro. Outra técnica de solubilização total é o ataque por misturas ácidas, onde o ácido fluorídrico é normalmente um dos componentes.

A solubilização parcial é uma técnica pouco empregada, mas de grande valia em geoquímica e processamento mineral (métodos específicos para alguns elementos). Colocar em solução, por meio de ácidos, apenas elementos a serem dosados ou parte da amostra que contém os elementos de interesse ou solubilizar apenas o conteúdo fracamente ligado às amostras traz inúmeras vantagens, além desses métodos fazerem

com que a solubilização parcial seja mais rápida e mais econômica que a solubilização total.

As ações dos ácidos mais comumente usados podem ser assim resumidas:

HCl: o ácido clorídrico é solvente básico para análise de minérios, minerais e algumas ligas metálicas. Rochas carbonáticas são facilmente solubilizadas deixando resíduo insolúvel (geralmente sílica, pirita, grafita e silicatos). Óxidos e hidróxidos de sódio, de ferro e de manganês dissolvem-se em HCl com maior ou menor facilidade. Hematita e magnetita dissolvem-se em 15 minutos. Silicatos são, em sua grande maioria, insolúveis em HCl.

HNO₃: o ácido nítrico, diluído ou concentrado, é um ótimo solvente para inúmeros minerais, particularmente sulfetos e fosfatos. Por ser oxidante, o ácido nítrico dissolve a maioria dos elementos de forma metálica, bem como ligas metálicas.

Água Régia: a combinação do ácido clorídrico com o nítrico aproxima-se do Alcaest (solvente universal) procurado pelos alquimistas. Na proporção 3:1 volume/volume forma-se a água régia, cujos componentes ativos são o cloreto de nitrosila e o cloro nascente, ambos agressivos e oxidantes. A água régia dissolve óxidos, sulfetos e sulfossais, minérios polimetálicos e ligas metálicas, podendo ainda dissolver matérias como ouro e platinóides.

HF: o ácido fluorídrico tem alta afinidade por alguns íons, formando complexos importantes com Be, B, Nb, Ti e Zr. Por esta característica, o HF tem sido usado industrialmente para separar esses e outros íons de soluções complexas.

H₂SO₄: embora possa decompor vários minérios, o ácido sulfúrico é pouco empregado em material geológico, principalmente quando a quantificação final é feita por absorção atômica. É o mais denso dos ácidos minerais até agora mencionados, e a viscosidade resultante provoca um forte abatimento de sinal, que deve ser compensado pela identidade ácida de padrões e amostras. Pode ser empregado na decomposição de muitos minérios como sulfetos, terras raras, fluorsilicatos e compostos de Nb, Ta, Ti e Zr.

HClO₄: o ácido perclórico é usado como oxidante, em pequenas quantidades, junto a outros ácidos, como o fluorídrico. A fluorização de amostras é usada pela eliminação de boa parte da massa pela volatilização do silício. O ácido perclórico é preferido ao sulfúrico nas fluorizações pelo fato dos sais resultantes (cloretos) serem mais solúveis que os sulfatos e o poder oxidante ser maior, auxiliando a solubilização em geral.

H₃PO₄: o ácido fosfórico tem ação semelhante à do sulfúrico sobre os minerais, podendo ser usado tanto na destilação do flúor como na solubilização de minerais portadores de terras raras, fosfatos, cromita, minérios de manganês e ferro.

Ácidos Orgânicos: são importantes nas análises de material geológico por sua ação bastante seletiva em determinadas fases minerais. O ácido acético a 10% em volume é usado para dissolver carbonatos em minérios onde coexistem fluorita e calcita.

Espectrometria de Emissão atômica por Plasma de Acoplamento Induzido (ICP)

Os primeiros equipamentos de plasma entraram no mercado em 1965 (1970 no Brasil), marcando um importante progresso técnico na espectrografia de emissão. Um ICP é constituído basicamente de um sistema de vaporização e nebulização, uma fonte de geração de plasma, um sistema óptico, um sistema de detecção da resposta do átomo à excitação e um microcomputador para comando do conjunto e tratamento dos dados.

O plasma é formado por mecanismos de colisão entre moléculas e íons de argônio em um campo magnético induzido por radiofrequência. A tocha que sustenta o plasma é formada por três tubos de quartzo concêntricos, circundados por uma bobina de indução através da qual energia de 2 a 3KW é fornecida. O fluxo de argônio passa através da tocha e é ionizado pelo campo magnético produzido pela bobina de indução; o campo magnético tem linhas de força axiais e as partículas de argônio encontram resistência produzindo aquecimento e mais ionização. O fluxo de gás é semeado de elétrons livres que interagem como o campo magnético, adquirindo energia suficiente para ionizar ainda mais o fluxo de gás. Um plasma em forma de chama de vela aparece sobre a tocha de quartzo e se auto-sustenta pela continuidade do processo. Nos três tubos de quartzo da tocha flui argônio, e a temperatura obtida no plasma, próximo à bobina indutora, é de 9727°C.

A amostra em solução é levada até à tocha por uma bomba peristáltica, cujo controle de fluxo pode ser regulado e deve ser mantido constante durante as etapas de calibração e análise para não gerar erros.

A emissão atômica depende da fonte de energização. A combustão de ar e GLP (Bico de Bunsen) podem atingir 1700°C, ar e acetileno geram 2100 a 2400°C, acetileno e óxido nitroso até 2600°C a 2800°C. A técnica do ICP, com seus 9727°C atuando sobre os elementos, produz uma quantidade de linhas de emissão muito maior que em outros sistemas, sendo essa energia suficiente para excitar os átomos e também os íons que chegam ao plasma.

O ICP, após a calibração instrumental, executa trabalhos de rotina de forma adequada. Deve-se investigar as raias que podem ser utilizadas para cada elemento em função da matriz a ser trabalhada. Deve-se investigar o efeito de ácidos ou sais presentes na solubilização das amostras e avaliar variações de *background* para estabelecer as correções necessárias.

Aplicações

Análises químicas por via úmida quase não são mais usadas, pela grande disponibilidade e rapidez dos métodos instrumentais, mas para pequenas demandas mensais, ainda são úteis, seja pelo baixo custo de implantação como pela alta confiabilidade dos resultados, ao se manipular massas reais por metodologias muito bem detalhadas na literatura.

O ICP não é conveniente para a dosagem de altos teores por sua notória sensibilidade. Mesmo procurando-se comprimentos de onda menos sensíveis e diluindo-se as amostras, as oscilações resultantes refletirão erros devidos às variações instrumentais multiplicadas pelo fator de diluição, acrescidos pelos erros devidos à qualidade da calibração da vidraria.

3.6.2.5. - Técnicas de Mineralogia Aplicadas à Identificação de Fases Terrosas

Na identificação dos minerais componentes de uma assembléia, deve-se ter presente que, na maioria dos casos, não é suficiente uma única técnica de análise, fazendo-se necessária a conjugação de duas ou mais, Sant'Agostinho e Kahn (1997).

Santos e Brandão (1999), considerando a presença de material terroso nos minérios de ferro brasileiros, suspeitaram que a presença de íons de alumínio poderia interferir no processamento destes minérios causando efeitos deletérios, resultando em uma investigação mais detalhada através de estudos de caracterização mineralógica e microestrutural. Realizaram estudo mineralógico e microquímico de amostras de minérios de ferro problemáticos do Quadrilátero Ferrífero, em Minas Gerais, objetivando a investigação da presença ou não de materiais argilosos e/ou aluminosos e a identificação de sua forma de ocorrência (fases mineralógicas, morfologia, microestruturas associadas e determinação de sua composição). Empregaram as técnicas de difração de raios-X (DRX), análise química, microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a microsonda eletrônica de microanalisador EDS associado (MEV/EDS). A difração de raios-X, análises químicas e microscopia óptica não se mostraram adequadas pelo fato da fase terrosa ser bastante rara, de tamanho muito pequeno além de tender a ocorrer em microporos de fases majoritárias e não apresentarem morfologia típica. O microscópio eletrônico de varredura e a microsonda com microanalisador EDS associado foram de fundamental importância pois associaram excelente resolução espacial com microanálise químicas, sendo possível identificar que as hematitas martíticas apresentaram uma microporosidade resultante do processo de martitização preenchida por uma fase ferrífera terrosa, com elevados teores de alumínio (6% a 33%) e silício e as cavidades maiores preenchidas por uma crosta com teores podendo atingir até cerca de 27% de Al_2O_3 .

Através de caracterização mineralógica por microscopia eletrônica de varredura (MEV)/microsonda eletrônica (MSE) aplicados na investigação das fases dos minérios

da Mina do Pico, Silva (1999) detectou fases terrosas de gibsita associadas à hematita e à superfície rugosa do quartzo.

3.7. Mineralogia do Minério de Ferro

3.7.1. Minerais Portadores de Ferro, Dana (1984)

Hematita

A hematita é o mais importante mineral de ferro, e também o mineral de maior significado, encontrado nos minérios pré-cambrianos. Em termos químicos, a hematita é considerada como Fe_2O_3 puro, com 69,94% de ferro e 30,06% de oxigênio. A figura 3.7.1 mostra um exemplo do mineral de hematita.

Principais Propriedades:

- Cristalografia: sistema hexagonal, classe escalonoédrica hexagonal;
- Habitus: cristais tabulares, entre espessos e delgados, placas agrupadas em forma de roseta; terrosa; configuração botroidal e remiforme; micácea e laminada, especular, também em grãos equiaxiais; pseudomorfa segundo magnetita (variedade martita);
- Clivagem: {0001} e {1011} com ângulos quase cúbicos;
- Dureza: 5,5 a 5,6;
- Peso específico: $5,26\text{g/cm}^3$;
- Brilho: metálico nos cristais e opacos nas variedades terrosas;
- Cor: castanho avermelhado a preto, traço vermelho;

- Paramagnético;
- Translúcido a opaco.

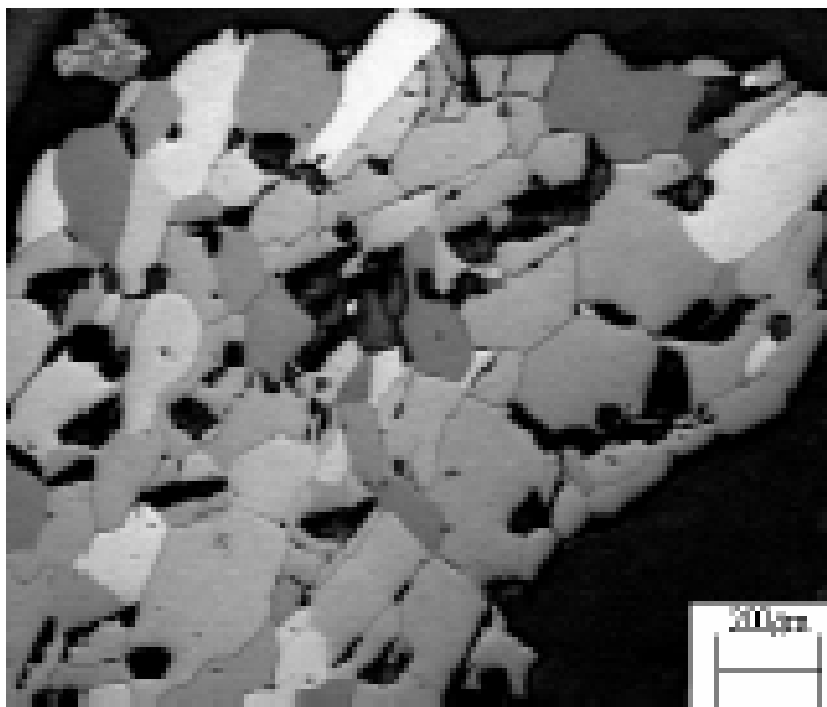


Figura 3.7.1 – Mineral de Hematita, baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003).

Goethita

A goethita é um dos minerais mais comuns e se forma, sob condições de oxidação, como produto de intemperismo dos minerais portadores de ferro. Forma-se, também, como precipitado direto, inorgânico ou biogênico, sendo amplamente disseminado, como depósito em pântanos e fontes. Em termos químicos, a composição da goethita pode ser expressa da seguinte forma: 62,9% de ferro, 27,0% de oxigênio e 10,1% de água. O manganês também pode ser encontrado em composições superiores a 5,0%. A goethita que ocorre nos minérios de ferro apresenta estrutura variável, que vai desde um material maciço até um material celular de cor amarelo-ocre.

As cavidades dos minérios de ferro são freqüentemente preenchidas com uma fina camada de goethita, que apresenta bandamento coloforme ou mamilar. Essas camadas sugerem deposição coloidal e essa estrutura é conhecida como goethita metacoloidal. A origem coloidal da maior parte da goethita presente nos minérios de ferro é responsável por importantes relacionamentos geoquímicos. A figura 3.7.2, mostra um exemplo do mineral de goethita.

Principais Propriedades:

- Cristalografia: sistema ortorrômbico, classe bipiramidal;
- Habitus: massas esféricas, maciça, coloforme, botroidal, remiforme, estalactítica, em agregados fibrosos radiais, laminada;
- Clivagem: {010} perfeita;
- Dureza: 5,0 a 5,6;
- Peso específico: 4,4g/cm³;
- Brilho: adamantino a opaco, sedoso em certas variedades finamente fibrosas;
- Cor: castanho-amarelado, traço castanho-amarelado;
- Paramagnético;
- Subtranslúcido.



Figura 3.7.2 – Mineral de Ghoetita, baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003).

Magnetita

A magnetita é uma espinela (óxido duplo), e é componente essencial de muitas formações ferríferas. Em termos químicos, é usualmente considerada como Fe_3O_4 puro com 72,4% de ferro e 27,6% de oxigênio. No entanto, as magnetitas naturais, em virtude da extrema flexibilidade da estrutura atômica da espinela, usualmente contêm quantidades menores de elementos como o Mg, Mn, Zn, Al, Ti e outros na sua estrutura. Quase que universalmente, a magnetita tende a apresentar granulação média, comumente muito mais grossa que o quartzo, hematita e silicatos de ferro, com os quais coexiste. A magnetita normalmente ocorre como octaedros, em camadas que se alteram com camadas silicosas nas formações ferríferas. A oxidação a baixa temperatura, freqüentemente relacionada à lixiviação ou movimento do lençol d'água, usualmente converte o cristal de magnetita a grãos de hematita, conservando a morfologia octaédrica da magnetita. Essa forma de hematita é denominada martita, que é, portanto, pseudomorfa da magnetita. A martitização é um processo muito comum de formação de

minério e é usualmente associada à disseminação das formações ferríferas bandadas, na produção dos minérios hematíticos. A figura 3.7.3, mostra um exemplo do mineral de magnetita.

Principais propriedades:

- Cristalografia: sistema isométrico, classe hexaoctaédrica;
- Habitus: cristais octaédricos, dodecaedros raros, usualmente maciça granular;
- Clivagem: octaédrica em alguns cristais;
- Dureza: 6,0;
- Peso específico: 5,2g/cm³;
- Brilho: metálico;
- Cor: preto de ferro, traço preto;
- Ferrimagnético;
- Opaca.

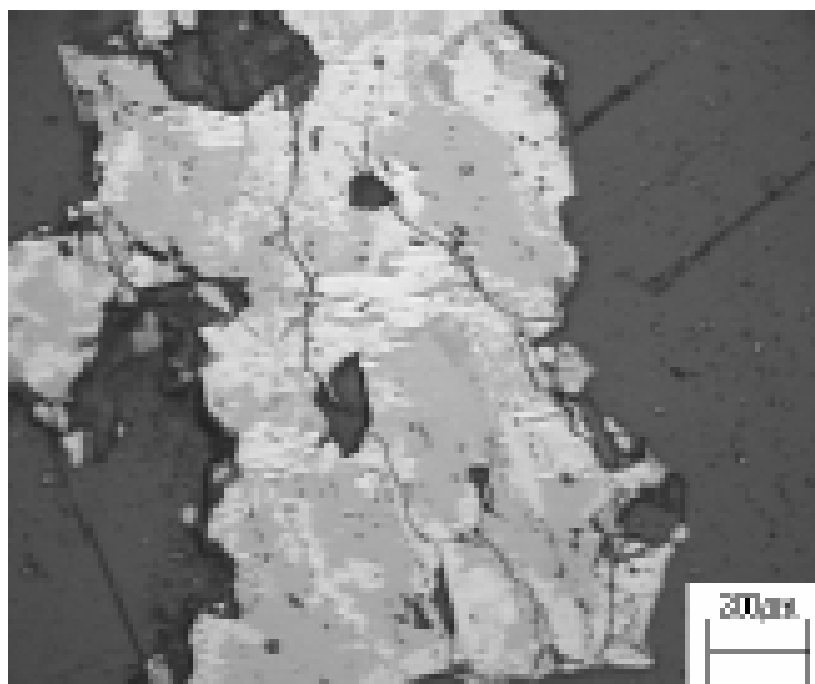


Figura 3.7.3 – Mineral de Magnetita, baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003).

3.7.2. *Minerais de Ganga, Dana (1984)*

Quartzo

O quartzo é o principal mineral de ganga presente nos minérios ricos, sendo encontrado em uma grande variedade de ambientes geológicos. Ocorre como um componente importante nas rochas ígneas e metamórficas, sendo extremamente resistente tanto ao ataque químico como físico. A desintegração das rochas ígneas que o contém produz grãos de quartzo, que ao se acumular formam a rocha denominada arenito. Em termos químicos o quartzo é considerado como SiO_2 puro com 46,7% de silício e 53,3% de oxigênio. Entre todos os minerais, o quartzo é um composto químico de pureza quase completa e freqüentemente possui propriedades físicas constantes. A figura 3.7.4 mostra um exemplo do mineral de quartzo.

Principais propriedades:

- Cristalografia: sistema hexagonal, classe trapezoédrica hexagonal;
- Habitus: cristais comumente prismáticos, com as faces do prisma estriadas horizontalmente. De ordinário, os cristais são geminados, também comum em formas maciças de grande variedade,
- Clivagem: ausente, fratura conchoidal;
- Dureza: 7,0;
- Peso específico: $2,65\text{g/cm}^3$;
- Brilho: vítreo, em algumas espécies gorduroso;
- Cor: habitualmente incolor ou branco, com frequência colorido por diversas impurezas;
- Diamagnético;
- Transparente a translúcido.

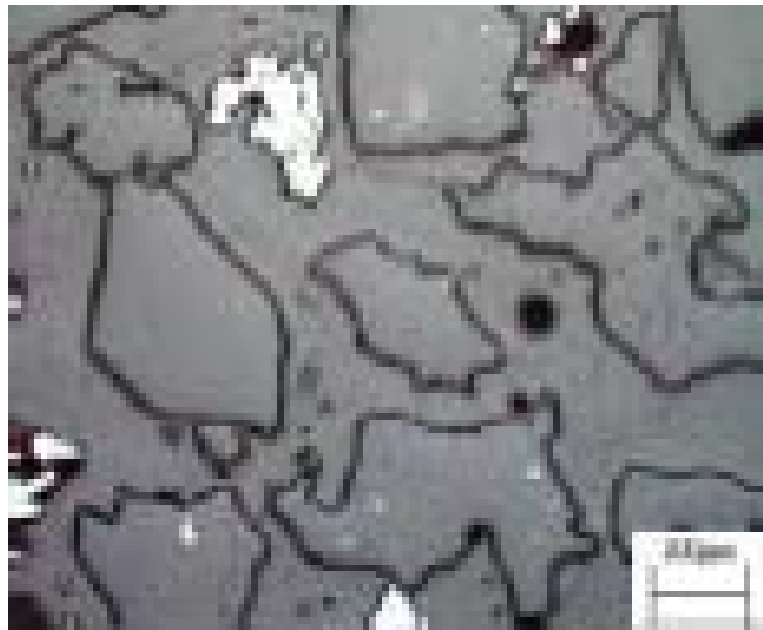


Figura 3.7.4 – Mineral de Quartzo, baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003).

Caulinita

A caulinita é um silicato de alumínio hidratado. Ocorre como um produto de intemperização química dos feldspatos, sendo que, nestes casos, processos sedimentares transportam, classificam e redepositam a caulinita em leitos de grande extensão. Ocorre, também, como produto de alteração hidrotermal de silicatos em torno de veios de sulfetos, fontes quentes e geysers. Em termos químicos, a caulinita é considerada como sendo $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ com 39,5% de alumina, 46,5% de sílica e 14,0% de água. A figura 3.7.5 mostra um exemplo do mineral de caulinita.

Principais propriedades:

- Cristalografia: sistema triclinico, classe pedial;
- Habitus: diminutas lamelas delgadas configuradas em hexágono, usualmente em massas semelhantes à argila, compactas ou friáveis e quase sempre é criptocristalina;

- Clivagem: {001} perfeita;
- Dureza: 2,0;
- Peso específico: 2,6g/cm³;
- Brilho: usualmente terrosos; as placas de cristal são de brilho nacarado;
- Cor: branco, muitas vezes colorido pelas impurezas;
- Diamagnético;
- Opaco.

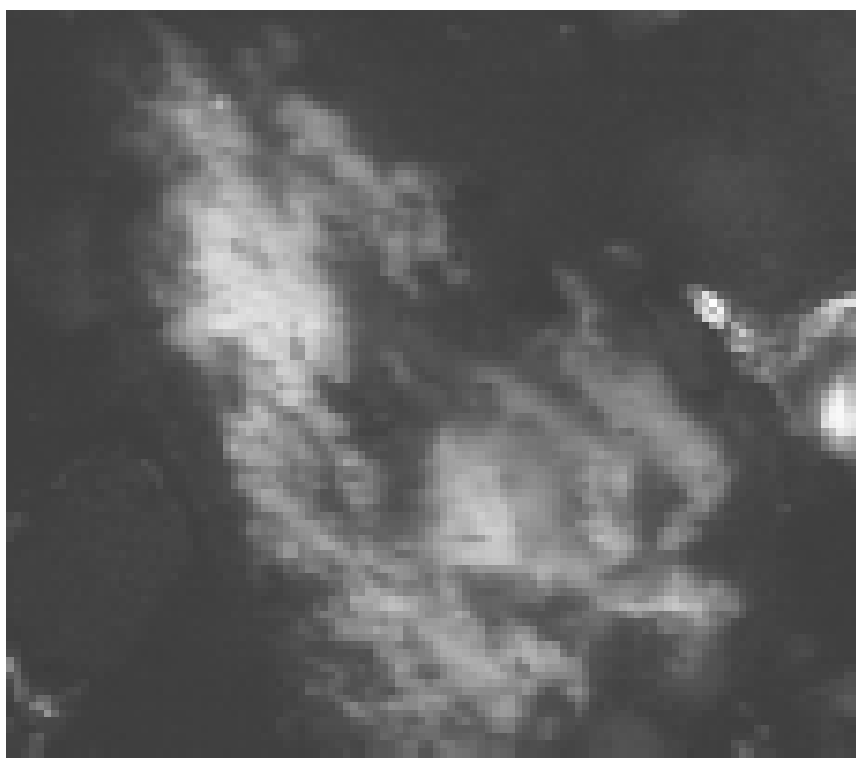


Figura 3.7.5 – Mineral de Caulinita, baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxido/hidróxidos de ferro (Queiroz, 2003).

3.8. *Beneficiamento Mina de Fábrica, CVRD (2005)*

A planta de tratamento possui uma capacidade de 2.100t/h de ROM com um teor médio de Fe de 55,5%, onde gera como produtos o Granulado (-31,0 +6,3mm), a Hematitinha (-12,5 +6,3mm), o *Sinter Feed* (-6,3 +0,1mm) e o *Pellet Feed* (-0,1mm). A figura 3.8.1 apresenta o fluxograma da planta de tratamento de Fábrica.

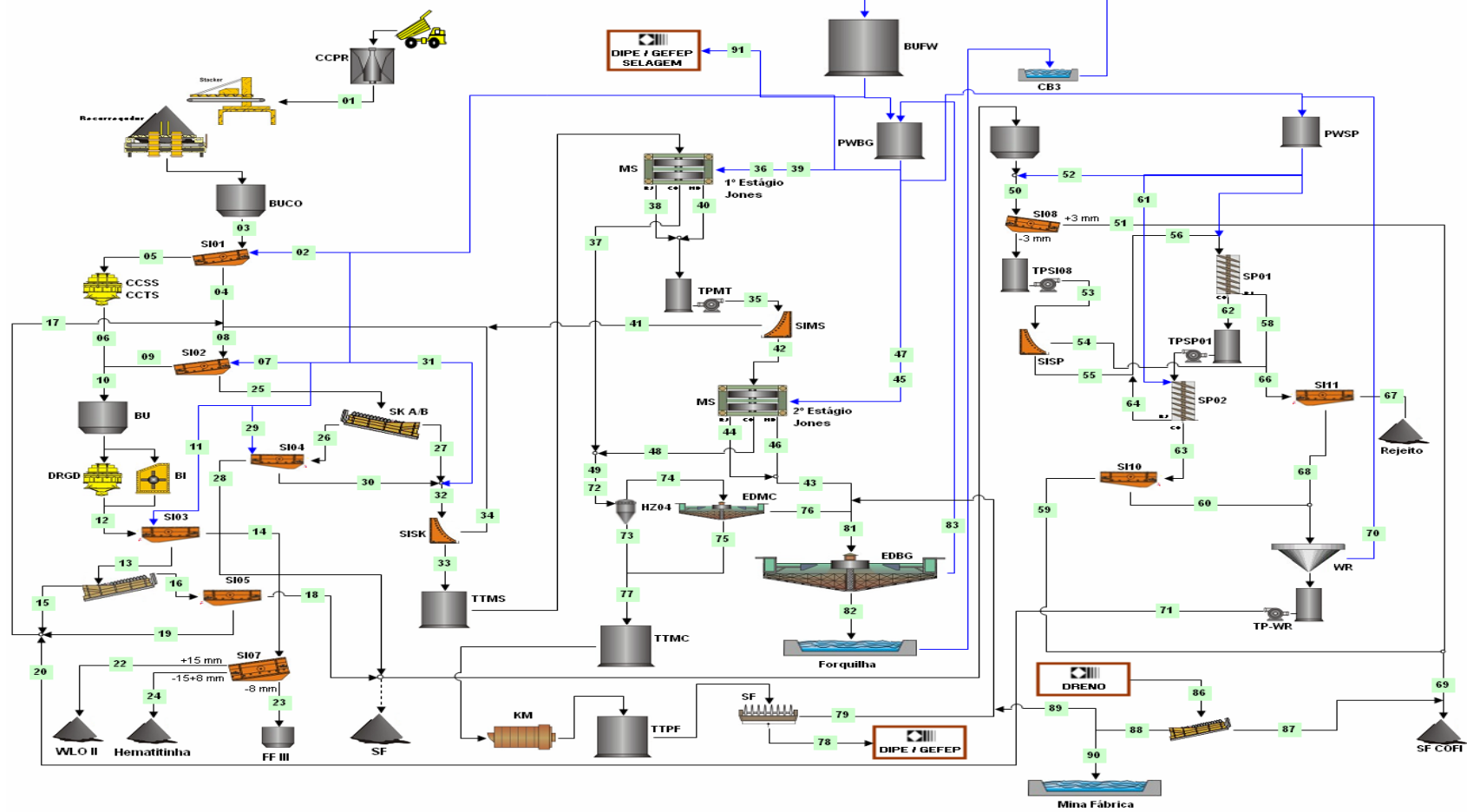


Figura 3.8.1 – Fluxograma da planta de tratamento de minério da mina de Fábrica

Os caminhões fora de estrada basculam o *run of mine* no britador primário, onde o material é reduzido abaixo de 200mm a uma taxa de 2.500t/h. O material é transportado por correia transportadora e empilhado de forma sistemática em duas pilhas de homogeneização com capacidade máxima de 180.000 toneladas e 300 metros de comprimento.

Enquanto uma das pilhas é formada pelo material vindo do britador primário, a outra é retomada no sentido perpendicular ao de seu empilhamento, a fim de alimentar a unidade de concentração de forma homogênea. A figura 3.8.2 demonstra os equipamentos de empilhamento e retomada utilizados na planta.



Figura 3.8.2 – Fotografias do sistema de empilhamento e retomada da mina de Fábrica, após a britagem primária.

O material retomado é enviado por transportador de correia até o silo pulmão de minério *run of mine*, onde alimentam duas linhas, através de 2 alimentadores vai/vem.

O *run of mine* oriundo do silo alimenta duas peneiras vibratórias via úmida. O retido (-200 +40mm) desse peneiramento primário é transportado até os dois britadores secundários, conforme mostrado na figura 3.8.3.



Figura 3.8.3 – Fotografia dos britadores cônicos secundários

O material britado (+19mm) é destinado a britagem terciária ou opcionalmente, pode fechar o circuito voltando com o produto britado ao silo de minério bruto.

O passante do peneiramento primário, (-40mm) alimenta um sistema de 4 peneiras vibratórias secundárias com corte em 6,3mm.

O material retido alimenta o circuito de britagem terciária juntamente com o produto da britagem secundária para a geração de *Sinter Feed* e Granulado. Este circuito é constituído de um britador cônico e dois britadores de impacto (modelo BARMAC), que operam em circuito aberto com peneiras vibratórias também com corte em 6,3mm. O retido desse peneiramento (WLO, +6,3mm) é transportado até uma peneira de duplo *deck* para a produção de granulados (WLO II, -31,0 + 6,3mm; Hematitinha, -12,5 + 6,3mm) e finos (FF III, -6,3mm). O passante no peneiramento (-6,3mm) alimenta dois classificadores espirais. O *underflow* dos classificadores espirais (-6,3 +0,1mm) é desaguado em peneiras. O retido nas peneiras é o produto intermediário denominado FFII (fração fina II). O passante nessas peneiras desaguadoras se une ao *overflow* dos classificadores espirais, e retorna ao peneiramento primário para repolpagem da alimentação.

O passante da peneira secundária alimenta outros quatro classificadores espirais, cujo *underflow* passa por peneiras de desaguamento, que retêm o produto intermediário chamado FFI (fração fina I). O passante da peneira de desaguamento junta-se ao *overflow* dos classificadores espirais sendo direcionado para as peneiras fixas de proteção, com telas com 1,5mm de abertura (para proteção contra entupimentos das matrizes dos concentradores magnéticos de alta intensidade), do circuito primário de concentração magnética de alta intensidade. O retido nessas peneiras retorna às peneiras secundárias, enquanto o passante é bombeado para um tanque homogeneizador de polpa.

Do tanque homogeneizador de polpa o minério alimenta, com cerca de 55% de sólidos e 49% de ferro, os quatro separadores magnéticos de alta intensidade, tipo Jones DP317 mostrado na figura 3.8.4. No primeiro estágio, são utilizadas placas ranhuradas com espessamento de 3,7 mm umas das outras, gerando um campo magnético de até 7500Gauss. Os produtos rejeito e o médio do primeiro estágio de concentração magnética são bombeados para as peneiras de proteção do segundo estágio de concentração magnética, com telas de 1,25mm de abertura, indo o passante, com teor de 46% de ferro e cerca de 45% de sólidos, alimentar o segundo estágio de concentração magnética, constituído de seis separadores Jones DP317. Neste segundo estágio são empregadas as mesmas placas ranhuradas distantes, porém de 1,5mm uma das outras, gerando um campo magnético mais elevado em torno de 10.000Gauss. O *oversize* das peneiras de proteção retorna para as peneiras secundárias.



Figura 3.8.4 – Fotografia do concentrador magnético Humbolt modelo DP317

O concentrado do segundo estágio se une ao do primeiro estágio, ambos com 66% de ferro e totalizando uma recuperação em massa de aproximadamente 47% no circuito de concentração magnética, para passar por um processo de adensamento da polpa. Este adensamento é realizado em três baterias de ciclones de 5" AKW, onde o *underflow* (85% de partição) segue para o tanque homogeneizador de polpa para a moagem e o *overflow* (15% de partição) segue para o espessador de concentrado. O *underflow* do espessador de concentrado é bombeado para o tanque homogeneizador para compor a alimentação da moagem, com uma densidade de polpa superior a 2,20t/m³.

O rejeito e o médio do segundo estágio de concentração magnética são transportados em canaletas, por gravidade, com aproximadamente 15% de sólidos e teor médio de 33% de ferro, para os espessadores de rejeito com 70m de diâmetro. O *underflow* do espessamento é bombeado com 50% de sólidos para as barragens de rejeito através de 2 estágios de bombeamento em série contendo 3 sistemas onde um sistema é *stand by*. O *overflow* dos espessadores de rejeito, com vazão aproximada de 1.800m³/h (água clarificada), é reutilizado no processo de tratamento. A figura 3.8.5 mostra um dos espessadores de rejeito de 70m de diâmetro.



Figura 3.8.5 – Fotografia de um dos espessadores de rejeito de 70m de diâmetro

Circuito de Concentração de Finos

O *Sinter Feed* produzido na Usina de Concentração (FF-I) e o *Sinter Feed* produzido na britagem terciária (FF-II) podem ou não ser concentrados na Usina de Concentração de Finos dependendo de sua qualidade química (principalmente SiO_2 e Al_2O_3).

Com uma taxa de alimentação de 650t/h, FF-I + FF-II passam por uma peneira vibratória com abertura de 3,5mm gerando um *oversize* com um teor de 65,0% de ferro e um teor de 3,5% de sílica.

O passante desta peneira é bombeado com uma densidade de $1,40\text{t/m}^3$ até uma peneira estática de proteção das espirais concentradoras com 3,0mm de abertura. O retido nesta peneira se juntará ao concentrado das espirais. O passante desta peneira corresponde a alimentação do primeiro estágio de espirais concentradoras, que é compreendido por oito bancos com oito espirais duplas cada com sete voltas.

O rejeito do primeiro estágio das espirais concentradoras passa por uma peneira desaguadora onde o retido é transportado por caminhão até a pilha de rejeito. O concentrado do primeiro estágio de espirais concentradoras passa por um segundo estágio de espirais (oito bancos com oito espirais duplas de sete voltas), cujo

concentrado passa em uma peneira desaguadora e o retido, com um teor de 65,0% de ferro e um teor de 3,10% de sílica, se junta ao *oversize* das peneiras classificadoras primárias do circuito e são transportados até o pátio de embarque. O rejeito do segundo estágio das espirais compreende a carga circulante e retorna ao peneiramento primário. A figura 3.8.6 mostra um banco de espirais duplas com sete voltas utilizado no circuito de concentração.

Os finos passantes das peneiras desaguadoras de concentrado e rejeito são adensados em cones desaguadores e bombeados para alimentar e repolpar o peneiramento terciário.



Figura 3.8.6 – Fotografia de um banco de espirais duplas com sete voltas

3.9. Concentração Magnética, Underlbach (1990)

3.9.1. Conceitos Básicos

Os processos de separação magnética se baseiam fundamentalmente numa força de interação entre o campo magnético e um dipolo magnético.

A partícula, quando submetida a um campo magnético, se torna magnetizada. Essa magnetização induzirá à formação dos pólos magnéticos nos terminais da partícula que ficará orientada ao longo das linhas do campo de magnetização. A partícula se tornará assim um dipolo magnético e a intensidade desse dipolo (momento de dipolo) irá variar dependendo das características de cada partícula.

As forças que atuam em uma determinada partícula, colocada em um campo magnético, numa separação a úmido são:

- Força magnética;
- Força de gravidade;
- Força de arraste hidrodinâmico;
- Força inter-partículas.

Da composição destas forças, e da ação de cada uma delas sobre as partículas de características diferentes, resultarão trajetórias distintas.

A resultante entre a força magnética e as forças competitivas é que irá determinar a viabilidade de uma partícula magnética ser recuperada em um separador magnético. As forças existentes entre as partículas magnéticas e não-magnéticas são determinantes da qualidade da separação.

Dentre as forças interparticulares, destacam-se as forças de fricção, de atração magnética e de atração eletrostática.

As características de uma separação magnética podem ser determinadas qualitativamente, em termos de teor e de recuperação, através de uma análise de efeitos de interação das forças magnéticas interparticulares e de outras forças competitivas atuantes no processo.

As partículas dentro de um campo magnético, inicialmente adquirem o campo magnético induzido. O fluxo magnético que atravessa a partícula é a soma dos fluxos devido ao campo induzido e indutor. Como as substâncias diamagnéticas o campo induzido é oposto ao campo indutor, a densidade de fluxo diminui, assim as linhas de força são dispersadas. Nas substâncias paramagnéticas ocorre o contrário, pois os dois campos se somam e as linhas de força se concentram. O ferromagnetismo consiste numa concentração intensa das linhas de força.

Se o campo é uniforme a partícula não se moverá na direção de um dos pólos, qualquer que seja a sua posição. Ela apenas sofrerá rotação até alinhar seu eixo magnético com a direção do campo se a partícula for paramagnética.

Se o campo é convergente, se há um gradiente de campo, as linhas de força são mais densas junto ao pólo pontiaguda ou desuniforme. Uma partícula paramagnética tende a concentrar as linhas de força e portanto mover-se-á na direção da ponta. Uma partícula diamagnética terá o comportamento nulo.

Portanto para haver movimento das partículas, o equipamento de separação magnética deve prover um campo convergente, ou seja, deve criar um gradiente de intensidade de campo.

Hoje, existem vários equipamentos de separação ou concentração magnética, dependendo da aplicabilidade do mesmo, que varia com as características de susceptibilidade magnética, tamanho da partícula, concentração do mineral paramagnético na alimentação, etc.

Os principais equipamentos de concentração magnética utilizados hoje na concentração de minério de ferro, são: o concentrador magnético de tambor, o concentrador magnético de alta intensidade tipo Jones e o concentrador magnético de alto gradiente.

A figura 3.9.1, apresenta os tipos de concentradores magnéticos utilizados na concentração de minério de ferro.

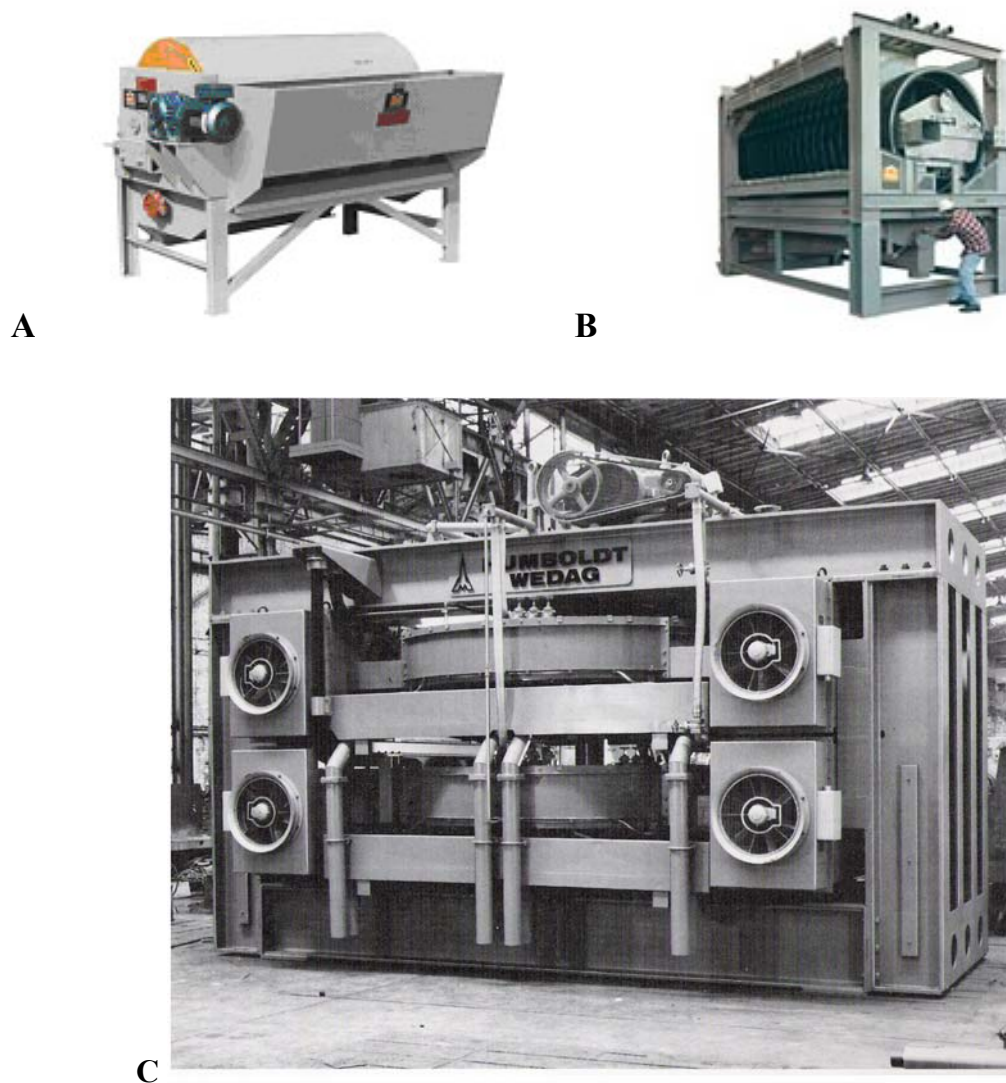


Figura 3.9.1 – A = Concentrador Magnético de Tambor (WDRE Eries/Inbrás); B = Separador Magnético tipo Ferrous Wheel (Eries/Inbrás); C = Separador Magnético de alta intensidade, tipo Jones modelo DP 317 (Humboldt/Wedag)

O concentrador magnético de tambor é utilizado para concentrar/separar materiais de alta susceptibilidade magnética, trabalha com campo magnético variando de 4000 a

7500Gauss, é utilizado para recuperar magnetita, hematita martítica e agregados de hematita com magnetita ou hematita martítica. As partículas devem estar entre uma faixa de granulometria de 3,0 a 0,15mm.

O separador magnético Ferrous Wheel é utilizado para concentrar/separar materiais de baixa e média susceptibilidade magnética, trabalha com um campo magnético variando entre 9000 a 12000Gauss, sendo que sua tecnologia trabalho com alto gradiente, por possuir uma malha como matriz concentradora, é utilizado para recuperar hematitas, ghoetitas com granulometria inferior a 0,040mm, podendo ser utilizado para granulometrias entre 0,15 a 0,040mm.

O separador magnético tipo Jones de alta intensidade é utilizado para concentrar/separar materiais de baixa e média susceptibilidade magnética, trabalha com um campo magnético variando entre 9000 a 12000Gauss, sendo que sua tecnologia trabalha com alta intensidade de campo sendo gerado por matrizes de placas paralelas e ranhuradas, também é utilizado para concentrar minerais de ferro com granulometria variando de 1,00 a 0,040mm.

A tabela 3.9.1 demonstra a aplicação da tecnologia de separação magnética nas principais minas de minério de ferro no Brasil.

Tabela 3.9.1 – Aplicação da separação/concentração magnética nas principais minas de ferro do Brasil, Oliveira (2006)

Mina Empresa	Equipamento	Granul. Alim. (mm)	Campo Magnético (Gauss)	Nº Equip. Estágio Rougher	Nº Equip. Estágio Cleaner	Nº Equip. Estágio Scavenger
Cauê Vale	Jones DP317 Sinter Feed	-1,00 +0,15	9000	-	5	5
Cauê Vale	Jones DP317 Pellet Feed	-0,15	9000	18	-	-
Conceição Vale	Jones DP317 Sinter Feed	-1,00 +0,15	9000	-	6	-
Conceição Vale	Jones DP317 Pellet Feed	-0,15	9000	12	-	-
Timbopeba Vale	WDRE	-1,00	6000	6	-	-
Fábrica Vale	Jones DP317 Pellet Feed	-1,00	9000	-	5	7
Feijão Vale	Jones DP317 Pellet Feed	-1,00	9000	-	2	-
Brucutu Vale	WDRE	-1,00 +0,15	6000	9	-	-
Brucutu Vale	Jones SHP3200 Sinter Feed	-1,00 +0,15	9000	-	12	8
Alegria Vale	WDRE	-1,00 +0,15	6000	4	-	-
Alegria Vale	Jones DP317 Sinter Feed	-1,00 +0,15	9000	-	4	2
Mutuca Vale	Ferrous Wheel	-0,15	2400	5	-	-
Jangada Vale	WDRE	-1,00 +0,15	6000	2	-	-
Jangada Vale	Ferrous Wheel	-0,15	2400	2	-	-
Pico Vale	WDRE	-1,00 +0,15	6000	4	-	-
Pico Vale	WHC Eries/Inbrás	-1,00 +0,15	15000	-	6	3

3.10. Concentração de Minérios de Ferro por Flotação, Peres (2003), Iwasaki (1983), Houot (1983)

3.10.1. Breve história da Flotação, Queiroz (2003)

As primeiras patentes relacionadas ao processo surgiram no século XIX. Em 1860 na Inglaterra, Hayness patenteou a flotação em óleo (*bulk oil flotation*). Entretanto, esse processo não teve aplicação industrial imediata na época.

Em 1905, a empresa Minerals Flotation, na Austrália, foi capaz de tratar mais de um milhão de toneladas de minério de chumbo e zinco da Broken Hill utilizando a concentração por flotação. Essa possibilidade de tratamento de uma grande massa de minério pode ser entendida como uma das principais vantagens do método.

O processo chegou aos EUA em 1911. Inicialmente as empresas americanas de mineração utilizavam a flotação para recuperar os rejeitos finos da separação gravítica. A flotação, desse modo, permitia um considerável aumento de recuperação. Com o passar do tempo, os processos de flotação passaram a substituir quase que completamente os métodos gravíticos na recuperação de minerais metálicos.

No Brasil, o método surgiu nos anos cinquenta, sendo utilizado primeiramente no tratamento de minério de chumbo, na cidade de Panelas, próxima à divisa do Paraná com São Paulo (Araujo; Peres, 1995). Nos anos sessenta, após o *start up* do concentrador de minério fosfático da Serrana, o número de concentradores cresceu rapidamente.

Atualmente no Brasil utiliza-se o método de flotação para o tratamento de minerais de ferro, fosfato, nióbio, ouro, cobre, zinco oxidado, chumbo-zinco, grafita, carvão, potássio, níquel, fluorita, magnesita, barita, talco, tungstênio e resíduo hidrometalúrgico contendo prata.

Reis (2004), relata que a primeira operação de concentração de minério de ferro por flotação direta foi na mina de Humboldt, Michigan, EUA, pertencente a Cleveland Cliffs Iron Company. Essa mina atualmente encontra-se desativada.

A concentração de minérios de ferro de baixo teor iniciou-se com a flotação aniônica direta dos minerais de ferro, usando-se sulfonato de petróleo em conjunto com óleo combustível, ácidos graxos e hidroxamatos como coletores. Esse método é pouco utilizado atualmente, tendo sido substituído, com sucesso, pela flotação catiônica reversa, a partir dos anos sessenta (Houot, 1983).

No Brasil, a flotação de minério de ferro surgiu na Samarco, em 1977. As células mecânicas originais Wemco estão sendo utilizadas desde o início das operações. Após a exaustão do minério itabirítico da mina de Germano, em 1991, foram acrescentadas ao processo as colunas de flotação Cominco. Na expansão, ocorrida em 1997, quando a produção da Samarco passou de 9,4 para 13,3 milhões de toneladas de concentrado por ano, foram acrescentados novos estágios de colunas de flotação, também fornecidas pela Cominco, hoje CPT.

Atualmente o processo de flotação está bem difundido na mineração, sendo aplicado para a concentração de minerais diversos, na flotação de minério de ferro. A tabela 3.10.1 mostra a utilização do processo nas maiores minas de minério de ferro do Brasil.

Tabela 3.10.1 – Aplicação da flotação nas principais minas de ferro do Brasil, parte 01/02, Oliveira (2006)

Mina/Usina Empresa	Equipamento	Alim. (mm)	Rougher	Cleaner	Recleaner	1° Scavenger	2° Scavenger
Germano Samarco	Convencional Wemco	-0,15	16 células (41,16m³)	12 células (14,16m³)	-	16 células (14,16m³)	12 células (14,16m³)
Germano Samarco	Colunas CPT	-0,15	3 colunas (244,80m³)	4 colunas (146,20m³)	-	2 colunas (163,2m³)	-
Germano Samarco	Tank Cell Outokumpu	-0,15	-	1 célula (160m³)	1 célula (160m³)	1 célula (160m³)	1 célula (160m³)
Germano Samarco	Colunas CPT	-0,076	4 colunas (146,2m³)	4 colunas (146,2m³)	-	-	-
Germano Samarco	Tank Cell Outokumpu	-0,15	4 células (70m³)	3 células (70m³)	-	1 célula (70m³)	2 células (70m³)
Germano Samarco	Colunas CPT	-0,076	2 colunas (253,3m³)	2 colunas (253,3m³)	-	-	-
Germano Samarco	Tank Cell Outokumpu	-0,076	-	-	-	2 células (40m³)	-
Cauê Vale	Convencional Outokumpu	-0,15	-	18 células (16,0m³)	16 células (16,0m³)	6 células (16,0m³)	3 células (16,0m³)
Timbopeba Vale	Convencional Wemco	-0,15	10 células (16,0m³)	4 células (16,0m³)	4 células (9,6m³)	4 células (16,0m³)	4 células (16,0m³)
Timbopeba Vale	Colunas CPT Convencional Wemco	-0,15	3 colunas (188,5m³)	8 células (16,0m³)	-	8 células (16,0m³)	-
Conceição Vale	Colunas CPT	-0,15	-	6 colunas (210,0m³)	3 colunas (210,0m³)	-	-
Conceição Vale	Convencional Outokumpu	-0,15	9 células (16,0m³)	-	-	-	-
Conceição Vale	Convencional Wemco	-0,15	-	-	-	6 células (8,5m³)	4 células (8,5m³)

Tabela 3.10.1 – Aplicação da flotação nas principais minas de ferro do Brasil, parte 02/02, Oliveira (2006)

Mina/Usina	Equipamento	Alim. (mm)	Rougher	Cleaner	Recleaner	1° Scavenger	2° Scavenger
Empresa							
Brucutu Vale	Convencional Wemco	-0,15	30 células (28,0m³)	25 células (14,2m³)	22 células (14,2m³)	23 células (28,0m³)	-
Alegria IT Vale	Convencional Wemco	-0,15	4 células (14,2m³)	3 células (14,2m³)	3 células (14,2m³)	3 células (14,2m³)	-
Alegria IT Vale	Colunas Minnovex	-0,15	2 colunas (232,5m³)	1 coluna (132,8m³)	1 coluna (132,5m³)	-	-
Alegria IT Vale	Smartcell Wemco	-0,15	2 células (14,2m³)	2 células (14,2m³)	1 célula (14,2m³)	-	-
Alegria HE Vale	Colunas CPT	-0,15	2 colunas (63,7m³)	1 coluna (63,7m³)	-	-	-
Vargem Grande Vale	Colunas CPT GLV	-0,15	2 colunas (148,0m³)	2 colunas (148,0m³)	-	2 colunas (105,7m³)	-
Casa de Pedra CSN	Colunas CPT	-0,15	4 colunas (125,6m³)	2 colunas (125,6m³)	-	-	-
Pico ITMD Vale	Colunas CPT	-0,15	1 coluna (148,0m³)	1 coluna (148,0m³)	1 coluna (148,0m³)	1 coluna (105,7m³)	-
Pico ITMA/B Vale	Colunas CPT	-0,15	2 colunas (175,8m³)	2 colunas (175,8m³)	2 colunas (175,8m³)	1 coluna (125,6m³)	-
Pico ITMI Vale	Tanque de Flotação Dorroliver	-0,15	8 células (70,0m³)	-	-	-	-
Pico ITMI Vale	Convencional Wemco	-0,15	-	-	-	6 células (28m³)	4 células (28m³)
Pico ITMI Vale	Colunas CPT	-0,15	-	6 colunas (203m³)	4 colunas (203m³)	2 colunas (145m³)	-

3.10.2. Principais conceitos

Os fundamentos das técnicas que exploram características de superfície estão em um campo da ciência conhecido como “Físico-química das Interfaces”, “Química de Superfície”, “Química das Interfaces” ou “Propriedades das Interfaces” onde se estuda todas as características das reações existentes entre fases existentes na natureza.

A flotação em espuma, ou simplesmente flotação, é um processo de separação aplicado a partículas sólidas que explora diferenças nas características de superfície entre as várias espécies presentes na natureza. O método trata misturas heterogêneas de partículas suspensas em fase aquosa ou líquida (polpas).

A concentração de minerais requer três condições básicas: liberabilidade, diferenciabilidade e separabilidade dinâmica. A liberação dos grãos dos diferentes minerais é obtida através de operações de cominuição (britagem e moagem) intercaladas com etapas de classificação por tamanho. A separabilidade dinâmica está diretamente ligada aos equipamentos empregados. As máquinas de flotação se caracterizam por possuírem mecanismos capazes de manter as partículas em suspensão e de possibilitar o contato ar com a polpa através de sistemas de aeração. A diferenciabilidade é a base da seletividade do método.

Nos sistemas de flotação a fase líquida é quase sempre a água, uma espécie polar, e a fase gasosa é quase sempre o ar, constituído basicamente por moléculas apolares. Uma substância hidrofóbica pode agora ser melhor caracterizada como aquela cuja superfície é essencialmente polar, tendo maior afinidade com o ar que com a água. Por outro lado, substância hidrofílica é aquela cuja superfície é polar, indicando maior afinidade com a água que com o ar.

A seletividade do processo de flotação se baseia no fato de que a superfície de diferentes espécies minerais pode apresentar distintos graus de hidrofobicidade. O conceito de hidrofobicidade de uma partícula está associado à sua umectabilidade ou “molhabilidade” pela água. Partículas mais hidrofóbicas são menos ávidas por água. O

conceito oposto a hidrofobicidade é designado como hidrofiliidade. Em termos de polaridade os compostos químicos se dividem em polares e apolares, em função de apresentarem ou não um dipolo permanente. A importância da polaridade reflete-se no fato de que existe afinidade entre substâncias ambas polares ou ambas apolares (ou não polares), não havendo, geralmente, afinidade entre uma substância polar e outra apolar.

Em geral, a mera passagem de um fluxo de ar não é suficiente para carrear as partículas hidrofóbicas. Faz-se necessária à formação de uma espuma estável, que é obtida através da ação de reagentes conhecidos como espumantes, os quais abaixam a tensão superficial na interface líquido/ar e têm ainda a importante função de atuar na cinética da interação partícula-bolha, fazendo com que o afinamento e a ruptura do filme líquido ocorram dentro do tempo de colisão.

O pequeno número de minerais naturalmente hidrofóbicos seria indicativo de uma gama restrita de aplicações da flotação. A vastíssima aplicação industrial das técnicas se deve ao fato de que minerais naturalmente hidrofílicos podem ter sua superfície tornada hidrofóbica através da adsorção (concentração na superfície) de reagentes conhecidos como coletores. Em outras palavras, a propriedade diferenciadora pode ser induzida.

Na maioria dos sistemas de flotação a seletividade do processo requer a participação de substâncias orgânicas ou inorgânicas, designadas como modificadores ou reguladores. As ações dos modificadores são diversas, destacando-se: ajustar o pH do sistema, ajustar o potencial eletroquímico da polpa, controlar o estado de dispersão da polpa, facilitar e tornar mais seletiva a ação do coletor (função designada como ativação) e tornar um ou mais minerais hidrofílicos imunes à ação do coletor (função conhecida como depressão).

Segundo Iwasaki (1983), analisando o papel estratégico ocupado pela flotação na concentração de minérios de ferro, destaca três fatores:

- A flotação é o principal processo a ser utilizado para a concentração de minérios oxidados de baixos teores;

- O processo possibilita a redução dos teores em sílica de concentrados magnéticos obtidos por separação magnética, principalmente quando a liberação de sílica fina impede o bom desempenho da separação magnética;
- A flotação é o processo mais indicado para a produção de super-concentrados, utilizados em processos metalúrgicos de redução direta.

A flotação de minérios de ferro é denominada direta ou reversa, se os minerais flotados forem, respectivamente, os minerais oxidados de ferro ou o quartzo (sílica). A flotação é dita aniônica ou catiônica, de acordo com a natureza da parte polar dos coletores utilizados.

A flotação de minério de ferro pode ser realizada basicamente de quatro formas distintas:

- flotação de minerais oxidados de ferro, utilizando coletores aniônicos (ácidos carboxílicos e sulfatos), em pH na faixa neutra a ácida;
- flotação de sílica, utilizando coletores aniônicos (ácidos carboxílicos) em pH alcalino, ativado por cálcio;
- Flotação catiônica de minerais oxidados de ferro, utilizando aminas como coletores e ativação por flúor, em pH ácido;
- Flotação catiônica de sílica, utilizando aminas, em pH na faixa neutra e alcalina.

A flotação catiônica de sílica com a utilização de aminas tem sido realizada na faixa de pH alcalino, onde as propriedades de dissociação e hidrólise deste grupo de reagentes lhe conferem características de coletor e espumante.

O tamanho máximo de partículas é fixado, primordialmente, pela liberação do mineral de interesse cuja recuperação é o objetivo do tratamento e deve respeitar o limite de capacidade de transporte das partículas pelas bolhas de ar. O limite inferior da faixa granulométrica está associado com o conceito de “lamas”, que se refere a materiais de granulometria fina (geralmente abaixo de 10 μ m) que podem causar efeitos deletérios ao sistema.

Seguramente, um dos maiores problemas que o processo de flotação de minério de ferro enfrenta é a recuperação de minerais-minério na presença de lamas. As propriedades superficiais das lamas influenciam a criação de recobrimentos de lamas sobre as partículas (*slimes coating*), alteram a rigidez da espuma, interferem no contato bolha-mineral e reduzem a eficiência dos reagentes, Peres (1999).

3.10.3. Mecanismos de Adsorção de Aminas em Minerais Oxidados de Ferro e em Quartzo

Leja (1982), classificou os reagentes coletores utilizados em flotação destes minerais em duas classes:

- Os tio-compostos;
- Surfatantes ionizáveis não-tio.

Segundo Leja (1982), as características comuns a todos os reagentes ionizáveis não-tio são:

- Tendência à dissociação, ionização e hidrólise, em extensão governada pelo pH da solução aquosa;
- Redução pronunciada na tensão interfacial, nas interfaces ar/água e óleo/água, em soluções diluídas (menor que 10^{-2} M);
- Tendência à formação de agregados coloidais (micelas), quando a concentração do reagente excede o valor denominado, a concentração micelar crítica (CMC) e a temperatura excedem certo nível mínimo, denominando ponto Krafft.

Estas propriedades são determinantes, em maior ou menor extensão, quanto aos mecanismos de adsorção desta classe de reagentes, na superfície de partículas minerais.

O pH constitui-se numa variável importante nos sistemas de flotação de minerais oxidados de ferro e quartzo, tanto por governar a dissociação e hidrólise dos reagentes coletores, quanto pela dependência das cargas de superfície das partículas destes

minerais às concentrações dos íons H^+ e OH^- , em solução. Estes íons são íons determinadores de potencial, ou seja, íons responsáveis pela carga de superfície, em meio aquoso, dos minerais oxidados de ferro e quartzo.

A figura 3.10.1 apresenta a curva característica de dissociação para aminas primárias, em função do pH.

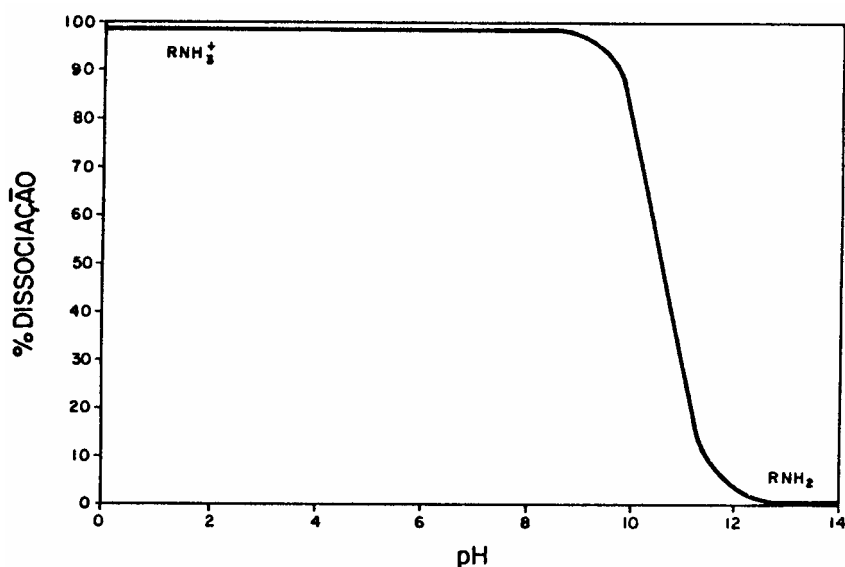


Figura 3.10.1 – Curva esquemática de dissociação para aminas primárias, em função do pH, Peres (1999).

A figura 3.10.1 mostra que as aminas não substituídas estão completamente dissociadas, na forma de RNH_3^+ , até próximo a valores de pH 8. Para valores superiores de pH a amina começa a se apresentar na forma molecular, até que para valores de pH superiores a 12 ela se apresenta 100% molecular, RNH_2 . Entre o pH 10,6 e 10,5, a dissociação das aminas primárias é de aproximadamente 50%.

A quimissorção ou adsorção química é caracterizada pelo desenvolvimento de ligações químicas primárias (iônica/covalente) entre parte polar do coletor e a superfície mineral.

A fisissorção ou adsorção física, que constitui o princípio da maioria dos processos de concentração e separação, é um fenômeno reversível onde se observa normalmente a

deposição de mais de uma camada de adsorbato sobre a superfície adsorvente. As forças atuantes na adsorção física são idênticas às forças de coesão, as forças de Van der Waals, que operam em estados líquido, sólido e gasoso. As energias liberadas são relativamente baixas e atingem rapidamente o equilíbrio.

A adsorção específica é definida por Parks (1975), como aquela em que predominam mecanismos que independam de atração eletrostática. Os íons adsorvidos por este método poderão aumentar, reduzir, neutralizar ou reverter a carga efetiva do sólido. Espécies neutras sempre serão adsorvidas especificamente. A adsorção ocorre, em geral, de forma mais lenta, sendo mais difícil sua reversão e assim dificultando a situação de equilíbrio. Este tipo de adsorção é representado pelo modelo de dupla camada elétrica que é composto por três zonas, plano de carga sobre a superfície do adsorvente, plano de carga adsorvida especificamente (plano interno de Helmholtz) e o plano de carga da camada difusa.

A adsorção não específica ou eletrostática, ocorre de forma rápida, reversível e os íons adsorvidos permanecem em equilíbrio dinâmico com a solução. Neste tipo de adsorção o adsorvente é capaz de adsorver as espécies que apresentam cargas de sinais contrários ao de sua superfície. Este tipo de adsorção é representado pelo modelo mais simples da dupla camada elétrica que é composto por duas zonas, plano de carga sobre a superfície do adsorvente (fixo) e o plano de carga da camada difusa (móvel, dita camada de Gouy), Parks (1975). A figura 3.10.2 apresenta o modelo da dupla camada elétrica e mecanismos de adsorção.

Certamente, a ação de um surfatante como coletor em um determinado sistema de flotação não pode ser atribuída a um único mecanismo ou a um único tipo de ligação. Sempre há um efeito cooperativo entre dois ou mais tipos de ligações para o desenvolvimento do grau de ionização do coletor e hidrofobicidade da superfície mineral, necessário a flotação.

O mecanismo atuante na adsorção de aminas em superfícies minerais é predominantemente eletrostático. São inúmeras as correlações estabelecidas entre curvas de potencial zeta e as regiões de flotabilidade de minerais oxidados de ferro e silicatos com aminas, em função do pH.

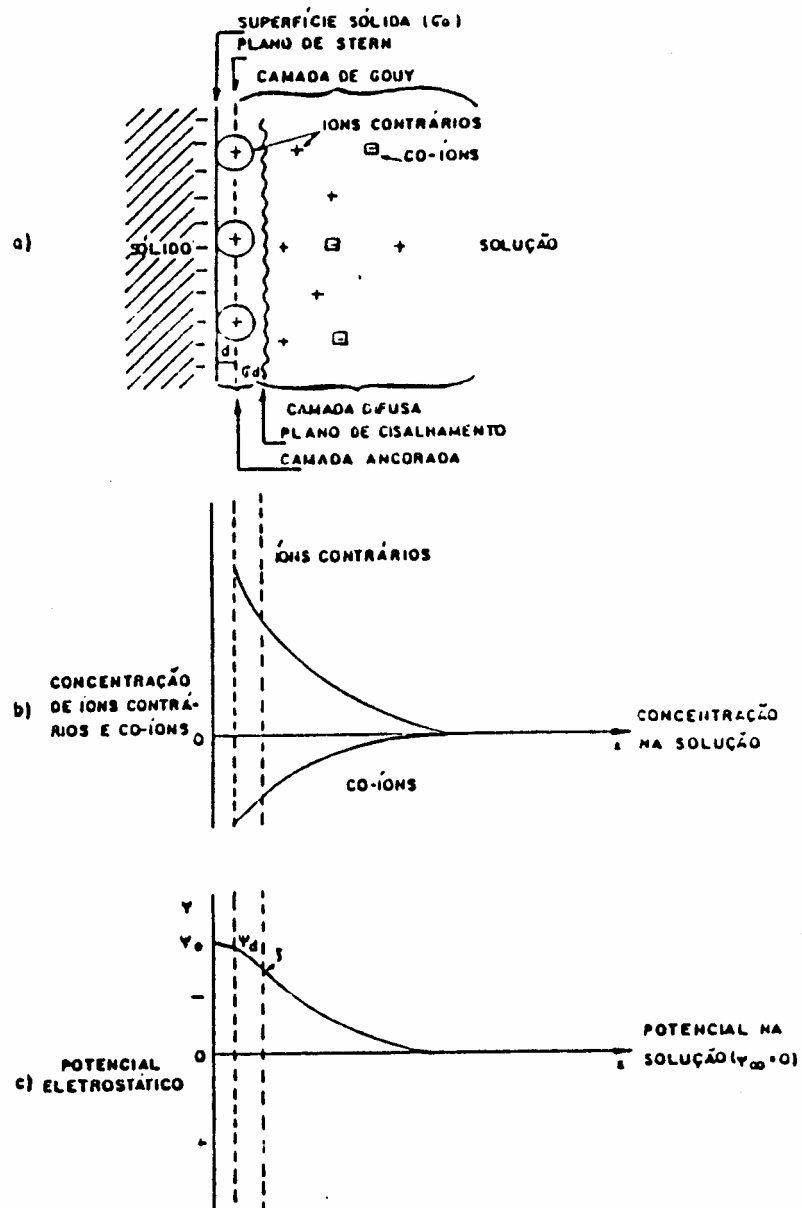


Figura 3.10.2 - Modelo da dupla camada elétrica, (a) esquema da DCE; (b) concentração de íons contrários e co-íons; (c) distribuição do potencial eletrostático.

3.10.4. Utilização do Amido como Depressor de Minerais de Ferro na Flotação Catiônica do Quartzo

A componente eletrostática do mecanismo de adsorção de aminas conduz a flotação indistinta de minerais oxidados de ferro e quartzo, em solução alcalina.

A seletividade na flotação catiônica de quartzo em minérios de ferro é alcançada através da adição de um reagente modificador que, adsorvendo-se seletivamente nos minerais oxidados de ferro, mantém sua superfície hidrofílica. Os reagentes modificadores mais utilizados neste sistema de flotação são o amido e seus derivados.

O amido é um polímero natural (polissacarídeo), formado pela condensação de moléculas de glicose, através de ligações do tipo pontes glicosídicas α -1,4 contendo de 200 a 1000 moléculas de D-glicose (amilose) e através de ligações por pontes glicosídicas α -1,4, ocorrendo também ligações α -1,6, que dão a ela uma estrutura ramificada, menos hidrossolúvel que a amilose (amilopectina).

A figura 3.10.3 apresenta as estruturas das moléculas de glicose, amilose e amilopectina, segundo Leja (1982).

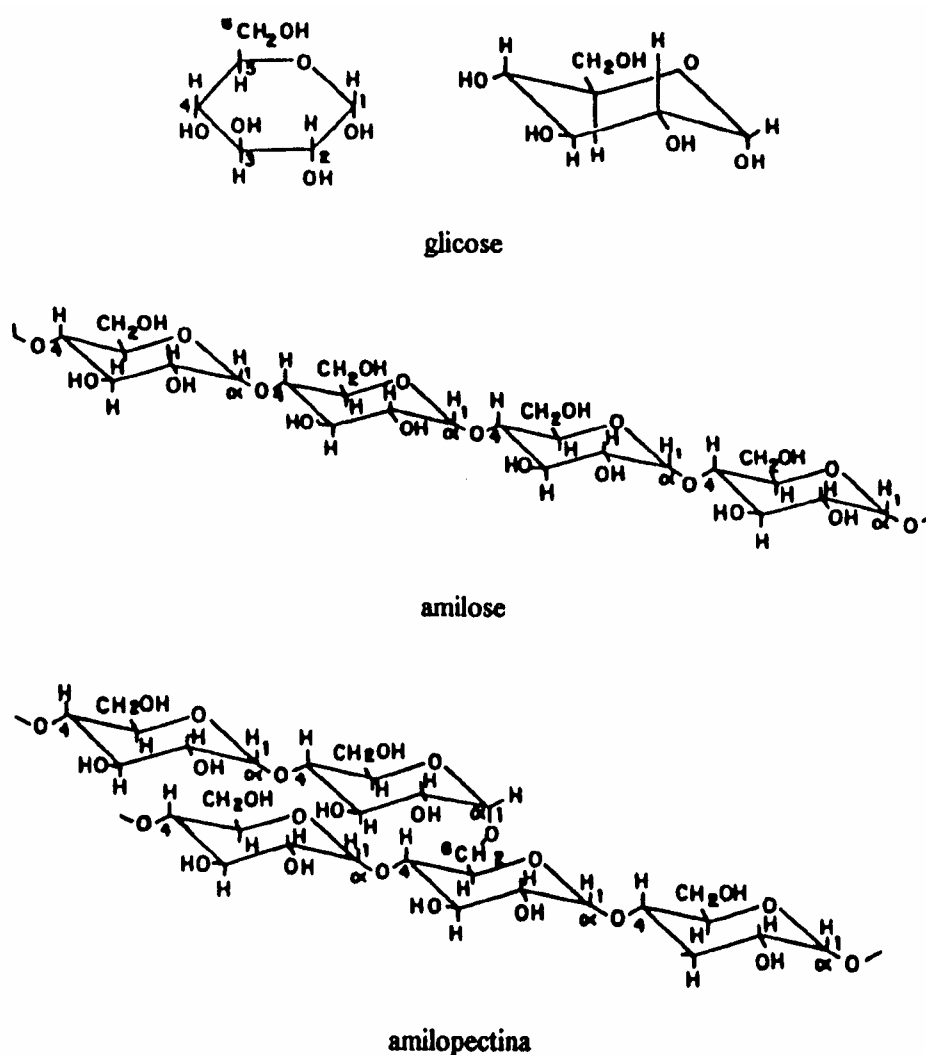


Figura 3.10.3 - Estruturas das moléculas de glicose, amilose e amilopectina, Leja (1982).

A proporção entre amilose e amilopectina, comprimento da cadeia e peso molecular do amido dependem da fonte (espécie botânica) da qual foi extraído. O número n unidades de D-glicose para a amilose permanece na faixa de 200 a 1000 e para a amilopectina supera 1500.

Araujo (1988), apresenta uma compilação de valores para o conteúdo em amilose de amidos extraídos de vários vegetais. No caso do amido de milho amarelo comum prevalece a relação 3/1, aproximadamente 25% de amilose e 75% de amilopectina. Os

números mostram variações no conteúdo de amilose, entre amidos de diferentes espécies vegetais, desde 0% até 67% .

A adsorção do amido em superfícies de minerais oxidados de ferro e de quartzo tem como força promotora dois componentes principais:

- Desenvolvimento de ligações de hidrogênio entre os átomos de hidrogênio disponíveis nas moléculas de amido e átomos de oxigênio na superfície dos minerais;
- Interação eletrostática entre as moléculas de amido e a superfície mineral.

A seletividade do processo de flotação catiônica de quartzo em minérios de ferro é obtida quando a diferença entre as densidades de adsorção de amido nos minerais de ferro e quartzo for máxima, isto é, quando a maior adsorção possível em minerais de ferro corresponder à menor adsorção no quartzo.

3.11. Métodos de concentração atualmente usados no Brasil, Araújo (2003) e Ernandes (2005)

3.11.1. Dados históricos

A produção de minério de ferro no Brasil restringiu-se a hematitas de altos teores até os anos setenta, quando o primeiro grande projeto baseado exclusivamente na concentração de minérios itabiríticos de baixo teor foi colocado em operação pela Samarco na mina de Germano em Mariana, Minas Gerais, em 1977 (mineração, beneficiamento, transporte por mineroduto e pelotização). Antes disso, a Companhia Vale do Rio Doce (atual Vale) com operações nas usinas de Cauê e Conceição, em Itabira, Minas Gerais, já vinha utilizando, de modo pioneiro, separadores magnéticos de alta intensidade (separação magnética de alta intensidade a úmido – WHIMS – DP317)

para o beneficiamento de itabiritos junto com hematitas de alto teor ainda disponível naquele complexo de mineração.

As demais unidades que utilizavam concentração de minério de ferro naquela época eram: a mina da Fábrica (antiga Ferteco, atualmente Vale) em Congonhas no Estado de Minas Gerais, através de separação magnética de alta intensidade, e a mina já exaurida de Piçarrão (Companhia Vale do Rio Doce, atual Vale), em Nova Era, Minas Gerais onde jigues e espirais de Humphreys foram utilizados no beneficiamento de itabiritos.

Havia também operações realizadas em minério de ferro que beneficiavam hematitas de altos teores que passavam por operações de fragmentação, peneiramento, classificação e deslamagem, mantendo-se elevados rendimentos mássicos nas usinas. Um excelente exemplo destas usinas é Águas Claras (Minerações Brasileiras reunidas - MBR, atual Vale) que teve início de operação em 1973 e exaustão em julho de 2001. Esta usina que alcançou a produção máxima em 1993 (13 milhões de toneladas por ano) de granulados, *sinter feed* e *pellet feed*, era uma das maiores instalações de beneficiamento operando no Quadrilátero Ferrífero.

3.11.2. Práticas correntes

A concentração gravítica, magnética e flotação são métodos empregados em separado, ou, mais comumente, combinados, para a concentração de minérios de ferro no Brasil. Na região do Quadrilátero Ferrífero, as frações de *Sinter Feed* e *Pellet Feed* são submetidas a concentração. Em algumas usinas, as de menor porte, a escrubagem também é utilizada para melhorar os teores dos granulados removendo partículas de ganga porosa. Entre os maiores produtores de minério de ferro, apenas em Carajás (Vale, Estado do Pará) uma usina de beneficiamento baseada exclusivamente em um circuito de cominuição, lavagem e classificação granulométrica permanece em operação. Esta usina trata mais de 100 milhões de toneladas por ano de hematita de alto teor produzindo Granulado, *Sinter Feed* e *Pellet Feed*. As mais recentes inovações em beneficiamento para produção de *Pellet Feed* incluem a utilização do Ferrous Wheel

(concentrador magnético de alto gradiente de imã permanente - FWMS), implementado em 2000 na Vale - mina da Mutuca, e um separador magnético de terras raras na mina de Córrego do Feijão pertencente a antiga Ferteco, assim como a mina de Jangada. A operação da Vale na área de Jangada, apresenta outra aplicação que contempla a utilização de um separador magnético de terras raras.

É importante ressaltar que a seleção do método de concentração é baseada principalmente na assembléia mineralógica. Para concentração do *Pellet Feed* da mina da Mutuca, separadores magnéticos FWMS foram selecionados por causa da necessidade de separar principalmente as partículas de gibsita das de hematita (hematita martítica com alguns traços de magnetita estão freqüentemente presentes). O quartzo também está presente neste material, mas em menor proporção (2-6%). O minério alimentado nesta usina é um minério de alto teor produzindo Granulado e *Sinter Feed* sem a necessidade de métodos de concentração. Mas o *Pellet Feed* necessita de concentração. Confrontado com gibsita, o mineral de ganga mais importante, a aplicação da flotação catiônica reversa é dificultada uma vez que este mineral também é deprimido pelo amido que deve ser usado para assegurar a seletividade da flotação de quartzo pela amina. Por conseguinte, a seleção de um método de separação magnético se tornou necessária neste caso. Por causa das capacidades envolvidas, a melhor escolha, em termos de dispêndio de capital e custo operacional, era o separador magnético Ferrous Wheel. Esta foi a primeira aplicação deste tipo no Brasil e a terceira no mundo.

3.11.3. Observações

Minério de ferro silicoso é o mais simples para concentrar e pode geralmente ser beneficiado por uma combinação de métodos densitários para a fração granulométrica mais grosseira e flotação reversa para a fração de *Pellet Feed*.

A remoção parcial de um pouco de fósforo pode ser alcançada, em certos casos, através do emprego de métodos convencionais de concentração como separação magnética.

O sucesso da aplicação de qualquer método de concentração é, com certeza, medido pelo grau de liberação das fases minerais presentes, mas também é afetado por uma série de aspectos sobrepostos percorrendo desde a distribuição granulométrica à presença de relictos de magnetita em partículas de hematita martítica.

Cada vez mais, em um futuro próximo, as usinas estarão aplicando uma combinação apropriada de métodos de concentração para cada minério, trabalhando para a maximização da recuperação e redução de custos operacionais.

Há uma tendência de aumento da participação de itabirito na alimentação das usinas, especialmente no Quadrilátero do Ferrífero, desta forma as usinas de beneficiamento serão cada vez mais complexas.

A seleção de um determinado método de concentração também depende da qualidade esperada do produto final, por exemplo, a flotação é o método de concentração usualmente selecionado (só ou em combinação) sempre que se requer um nível muito baixo de sílica no *Pellet Feed*.

4. METODOLOGIA

4.1. *Obtenção do balanço de massas do circuito atual*

O balanço de massas do circuito atual foi realizado com um *run of mine* preparado com as características do material a ser processado num período de 10 anos, sendo constituído por materiais das minas de João Pereira, Área 10 e Sossego, em proporções definidas pelo planeamento de lavra. Foi preparada uma amostra de 500Kg para caracterização mineralógica e tecnológica preliminar, sendo esta amostragem realizada na mina, onde foi realizada também a blendagem com os materiais das três frentes de lavra.

Após o planeamento de lavra a longo prazo definir as frentes que estavam disponíveis no momento para a lavra com as mesmas características do *run of mine* a ser avaliado no processo existente de tratamento e se necessário caracterizado, foi produzida uma pilha de homogeneização de aproximadamente 120.000t.

Durante a retomada da pilha formada para alimentar a usina de tratamento, foi realizada uma amostragem do *run of mine* após a retomadora, retirando 500t de amostra.

A amostragem do processo de beneficiamento foi feita após uma análise técnica com a equipe de processo e operação da planta, onde avaliou-se os pontos em que a amostragem seria possível dentro das normas de amostragem e considerando o método a ser aplicado para cada caso. Nos 52 pontos do processo, há 42 pontos amostráveis sendo que destes, 3 pontos não eram confiáveis não atendiam todos os requisitos da norma, devido a dificuldade de acesso e/ou condição de amostragem. Mesmo com esta dificuldade, estes 3 pontos foram também amostrados como uma referência.

A amostragem foi realizada durante a recuperação da pilha de homogeneização que foi formada para o teste, o tempo estimado para retomada da pilha foi de 3 dias sendo que a amostragem foi realizada quando a Retomadora de ponte de roda de caçamba dupla

estivesse próxima do centro da pilha, região em que normalmente há maior homogeneidade da mesma e uma segunda condição era que o circuito de tratamento estivesse estável, sem paradas de equipamentos ou variação da massa alimentada. A amostragem foi realizada num período de duração de 4 horas com alíquotas sendo retiradas a cada 15 minutos, totalizando 16 alíquotas para compor uma amostra. Durante o período de amostragem foi realizada uma amostra de *run of mine* para desenvolvimento dos trabalhos de caracterização mineralógica e tecnológica (500t).

A tabela 4.1.1 mostra a análise química por faixa do *run of mine*, sendo que o -150mm foi o material que passou pelo britador primário *AllisChauumers* 60'x 89' sendo homogeneizado em uma pilha de 120.000t pelo método Chevron e foi amostrado após a Retomadora de ponte de roda de caçamba dupla. A amostra intitulada como "ROM menor que 31,5mm" foi preparada na Usina piloto do Centro de Pesquisa tecnológico de Alegria após a cominuição do *run of mine* -150mm, onde houve a simulação da britagem secundária do material a seco.

Tabela 4.1.1 - Análise química por faixa do *run of mine* sendo -150mm material após britagem primária e -31,5mm material após a britagem secundária

ANÁLISE QUÍMICA POR FRAÇÃO GRANULOMÉTRICA: ROM -150mm										
Fração (mm)	% Retido Simples	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
+6,35	15,90	65,14	2,98	1,28	0,077	0,034	0,044	0,298	0,038	2,22
-6,35 +1,00	17,18	65,18	3,33	0,73	0,514	0,030	0,023	0,285	0,042	1,84
-1,00 +0,15	12,18	57,72	14,18	0,76	0,200	0,034	0,034	0,293	0,045	1,62
-0,15	54,76	48,71	25,76	1,83	0,185	0,042	0,045	0,408	0,067	1,82
Global Calc.	100,00	55,25	16,88	1,42	0,226	0,038	0,040	0,355	0,055	1,86
Global Anal.	--	54,76	17,76	1,52	0,230	0,040	0,043	0,379	0,054	1,90

ANÁLISE QUÍMICA POR FRAÇÃO GRANULOMÉTRICA: ROM -31,5mm										
Fração (mm)	% Retido Simples	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
+6,35	14,23	66,36	2,00	1,10	0,053	0,030	0,031	0,108	0,055	1,72
-6,35 +1,00	19,26	63,93	3,99	0,97	0,824	0,029	0,039	0,237	0,046	2,31
-1,00 +0,15	12,89	56,58	15,32	0,96	0,179	0,038	0,041	0,348	0,067	1,78
-0,15	53,62	48,51	25,46	1,81	0,164	0,061	0,045	0,404	0,086	1,89
Global Calc.	100,00	55,11	16,67	1,44	0,277	0,048	0,041	0,323	0,071	1,93
Global Anal.	--	54,76	17,76	1,52	0,230	0,040	0,043	0,379	0,054	1,90

O balanço de massas foi realizado através do *Software Usimpac* sendo alimentado com informações de análise química via raios-X e análise granulométrica realizada em peneiras quadradas (série macro) contendo as seguintes malhas: 76,0mm, 63,0mm, 50,0mm, 45,0mm, 40,0mm, 38,0mm, 31,5mm, 25,0mm, 19,0mm, 16,0mm, 12,5mm, 10,0mm, 8,0mm e 6,3mm e peneiras circulares (série micro) com peneiramento a seco contendo as seguintes malhas: 5,6mm, 4,8mm, 3,4mm, 2,4mm, 1,0mm, 0,84mm, 0,71mm, 0,6mm, 0,5mm, 0,42mm, 0,3mm, 0,21mm, 0,15mm, 0,105mm, 0,075mm, 0,053mm, 0,045mm e 0,037mm, os ensaios foram realizados no laboratório da mina de Alegria no Centro de Pesquisa Tecnológico. A figura 4.1.1 e as tabelas 4.1.2 e 4.1.3 mostram o fluxograma do circuito atual da mina de Fábrica e o seu balanço de massas detalhado obtido por meio do *software Usimpac*.

Fluxograma da Usina de Fábrica

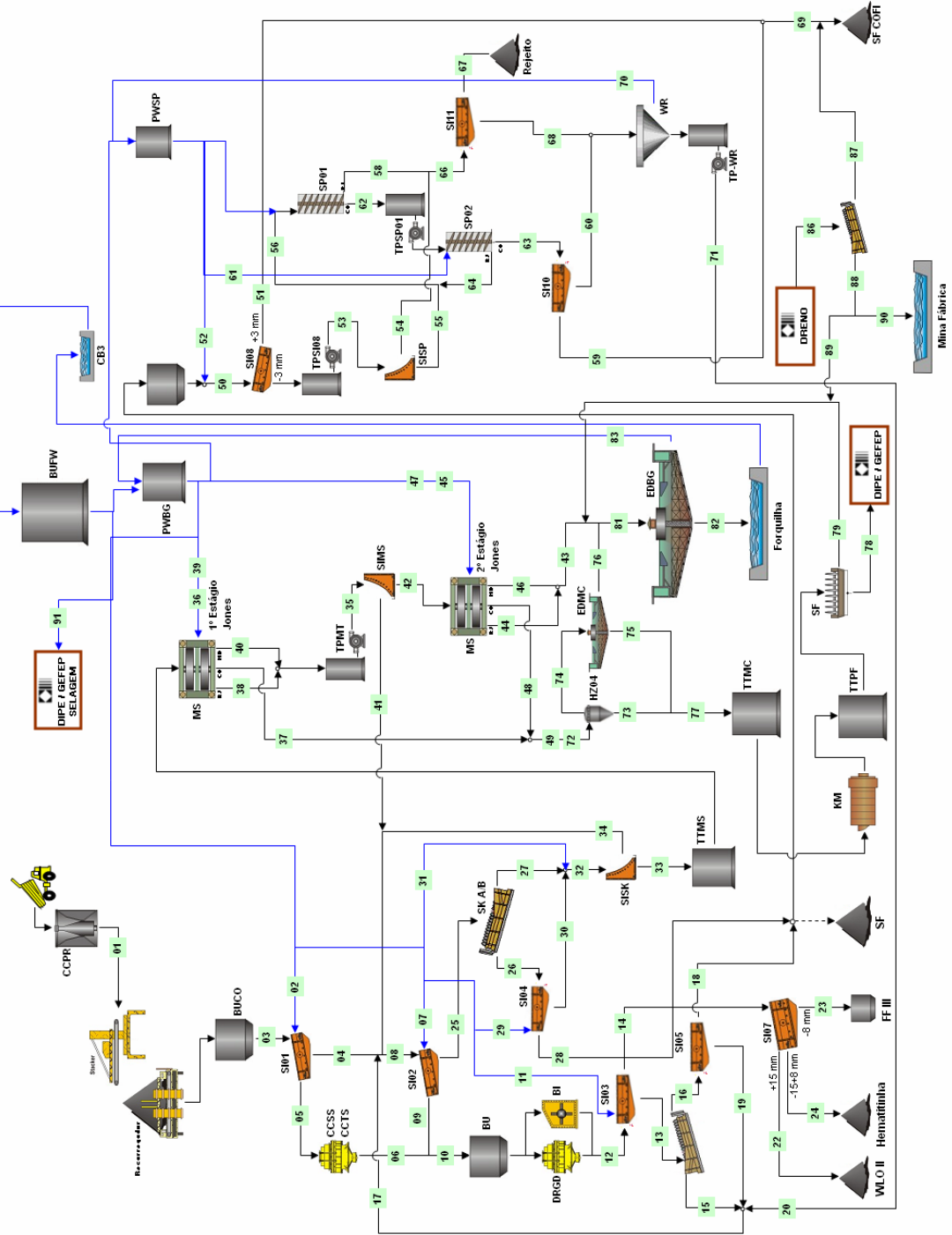


Figura 4.1.1 - Fluxograma da Usina de Fábrica da CVRD em Congonhas em 2004, fechamento do balanço de massas via *Software Usimpac*.

Tabela 4.1.2 - Balanço de Massas da Usina de Fábrica da CVRD em Congonhas em 2004, fechamento do balanço de massas via *Software Usimpac*

Balanço de Massas da Usina de Fábrica

Área	Fluxo	Identificação	Massa (%)	Fe (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Área	Fluxo	Identificação	Massa (%)	Fe (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)		
Britagem Secundária	1	ALN	100,00	55,19	17,27	1,50	Concentração em Espirais de Humprey	50	AL COFI	26,45	65,81	3,45	0,88		
	2	Água						51	OS SI 08	16,68	66,51	2,69	0,95		
	3	AL SI 01	100,00	55,19	17,27	1,50		52	Água						
	4	US SI 01	88,19	53,91	19,19	1,57		53	US SI 08	9,77	64,62	4,75	0,77		
	5	OS SI 01	11,81	64,78	2,96	0,93		54	OS SI SP 01	0,29	61,46	7,45	0,90		
	6	CCSS	11,81	64,78	2,96	0,93		55	US SI SP 01	9,47	64,72	4,66	0,76		
	7	Água						56	AL SP 01	11,12	64,41	5,12	0,88		
	8	AL SI 02	99,05	54,53	18,03	1,50		57	CO SP 01	9,24	65,81	3,80	0,90		
	9	OS SI 02	9,07	64,21	4,05	0,90		58	RJ SP 01	1,89	57,58	11,55	0,77		
Peneiramento Granulado	10	AL NPO	20,88	64,53	3,43	0,92	59	OS SI 10	6,18	67,03	2,44	0,68			
	11	Água					60	US SI 10	1,41	64,18	5,17	1,13			
	12	AL SI 03	20,88	64,53	3,43	0,92	61	Água							
	13	AL SK DE	13,64	63,73	4,11	0,78	62	ALSP 02	9,24	65,81	3,80	0,90			
	14	WLO	7,24	66,04	2,16	1,18	63	CO SP 02	7,59	66,50	2,95	0,76			
	15	OF SK DE	6,32	61,15	5,48	0,72	64	RJ SP 02	1,65	62,66	7,70	1,53			
	16	UF SK DE	7,32	65,96	2,92	0,82	65								
	17	REC Finos TPDE	9,44	60,97	6,51	0,72	66	AL SI 11	2,18	58,10	11,00	0,79			
	18	FF II	7,11	65,98	2,92	0,81	67	OS SI 11	0,68	61,46	7,45	1,97			
	19	US SI05	0,21	65,27	3,10	1,25	68	US SI 11	1,50	56,59	12,60	0,25			
	20	F COFI	2,91	60,26	9,00	0,68	69	SF COFI	22,86	66,65	2,63	0,88			
Peneiramento 4º	21	US SI07 1º Deck	4,18	65,97	2,18	1,24	70	OF CONE WR							
	22	WLO II	3,06	66,14	2,14	1,10	71	UF CONE WR	1,50	56,59	12,60	0,25			
	23	FFIII	2,26	65,18	2,40	1,53	72	AL HZ 04	32,22	68,15	3,21	0,77			
	24	HEM	1,92	66,89	1,91	0,90	73	UF HZ 04	24,17	68,15	3,21	0,77			
Classificação	25	ALSK AB	89,99	53,55	19,44	1,56	74	OF HZ 04	8,06	68,15	3,21	0,77			
	26	UF SK AB	20,36	65,46	3,86	0,91	75	UF ED MC	8,06	68,15	3,21	0,77			
	27	OF SK AB	69,62	50,07	23,99	1,75	76	OF ED MC							
	28	FF I	19,34	65,75	3,65	0,91	77	AL TT MC	32,22	68,15	3,21	0,77			
	29	Água					78	Torta de Conc.	32,13	68,15	3,21	0,77			
	30	US SI 04	1,02	59,97	7,93	1,00	79	Filtrado	0,09	68,15	3,21	0,77			
Separação magnética	31	Água					80								
	32	AL SISK	70,65	50,21	23,76	1,74	Sistema de Rejeitos	81	AL ED BG AB	43,17	38,44	36,66	2,44		
	33	AL MS I	70,14	50,20	23,79	1,73		82	UF ED BG AB	43,17	38,44	36,66	2,44		
	34	OS SI SK	0,50	51,25	19,74	2,26		83	OF ED BG AB						
	35	MD+RJ MS I	63,71	48,66	25,57	1,80		84	Perdas Concen	7,00	59,02	7,60	2,04		
	36	Água						85	Perdas Pelot	4,00	68,15	3,21	0,77		
	37	CO MS 1	6,43	65,53	6,10	1,08		86	AL SK CD	11,00	62,34	6,01	1,58		
	38	RJ MS 01	31,76	46,43	28,51	1,97		87	UF SK CD	1,65	68,15	3,21	0,77		
	39	Água						88	OF SK CD	9,35	61,32	6,50	1,72		
	40	MD MS 1	31,95	50,87	22,66	1,63		89	TP SK CD	6,08	61,32	6,50	1,72		
	41	OS SI MS	0,92	49,02	23,99	1,90		90	Perdas SK CD	3,27	61,32	6,50	1,72		
	42	AL MS II	62,79	48,65	25,60	1,80		91	Água Pelota						
	43	MD+RJ MS II	37,00	34,60	41,70	2,56		Índices da Usina							
	44	RJ MS II	25,53	32,89	43,69	2,42		Unidade						Fe (%)	SiO₂ (%)
	45	Água						Recuperação em massa						62,23%	
	46	MD MS II	11,47	38,43	37,29	2,86		Recuperação metalúrgica						75,93%	
	47	Água						Concentrado total						67,35	2,87
	48	CO MS II	25,79	68,80	2,49	0,70		Rejeito						35,17	40,99
	49	CO MS I+II	32,22	68,15	3,21	0,77		Consumo água nova						1092,25 m³/h	

Tabela 4.1.3 - Resumo balanço de massas da Usina de Fábrica

ID	Dados Produção		Balanço de Massas		Legenda
	(t/h)	(%)	(t/h)	(%)	
AL Usina	2098	100%	2098	100%	AL Usina Alimentação Nova da Usina
OS PN 02	231	11%	248	12%	OS PN 02 Granulado 1º peneiramento
OS PN 03	189	9%	190	9%	OS PN 03 Granulado 2º peneiramento
AL BR 3	420	20%	438	21%	AL BR 3 Alimentação da Britagem terciária
OS PN 08	395	19%	397	19%	OS PN 08 Sinter Feed Grosso
GR	61	3%	64	3%	GR Granulado (-30,0 +15,0mm)
Hematitinha	39	2%	40	2%	Hematitinha (-15,0 +8,0mm)
SF	514	25%	514	25%	SF Sinter Feed Total (-8,0 +0,15mm)
PF	627	30%	676	32%	PF Pellet Feed (-0,15mm)
Rejeitos	857	41%	790	38%	Rejeitos Perdas e rejeito dos Sep. Magnéticos

O balanço de massas em conjunto com a caracterização mineralógica e físico-química dos produtos, permite uma avaliação das características dos produtos a serem aproveitados pelo mercado e a identificação dos produtos que deverão ser tratados para adequar às necessidades do mercado, conforme demonstrado nas tabelas 4.1.2 e 4.1.3.

O balanço de massas após fechado pelo *software Usimpac* apresentou um pequeno desvio com relação ao balanço de massas medido pelos instrumentos da planta existente, assim pode-se dizer que a amostragem foi representativa, obtendo um pequeno desvio que foi ajustado pelo *software*.

A amostragem foi bem executada pois quando foi utilizado o *Software Usimpac* para fechar o balanço, não houve diferenças significativas entre os dados do balanço de massas fechado pelo *Usimpac* e os dados do fechamento da pilha medidos através de balanças integradoras e medidores de vazão e densidade, conforme mostrado na tabela 4.1.3.

A figura 4.1.2 mostra o fluxograma com os pontos de amostragem no circuito que foram utilizados para o balanço de massas completo da Usina de Fábrica, fechado via *Software Usimpac*.

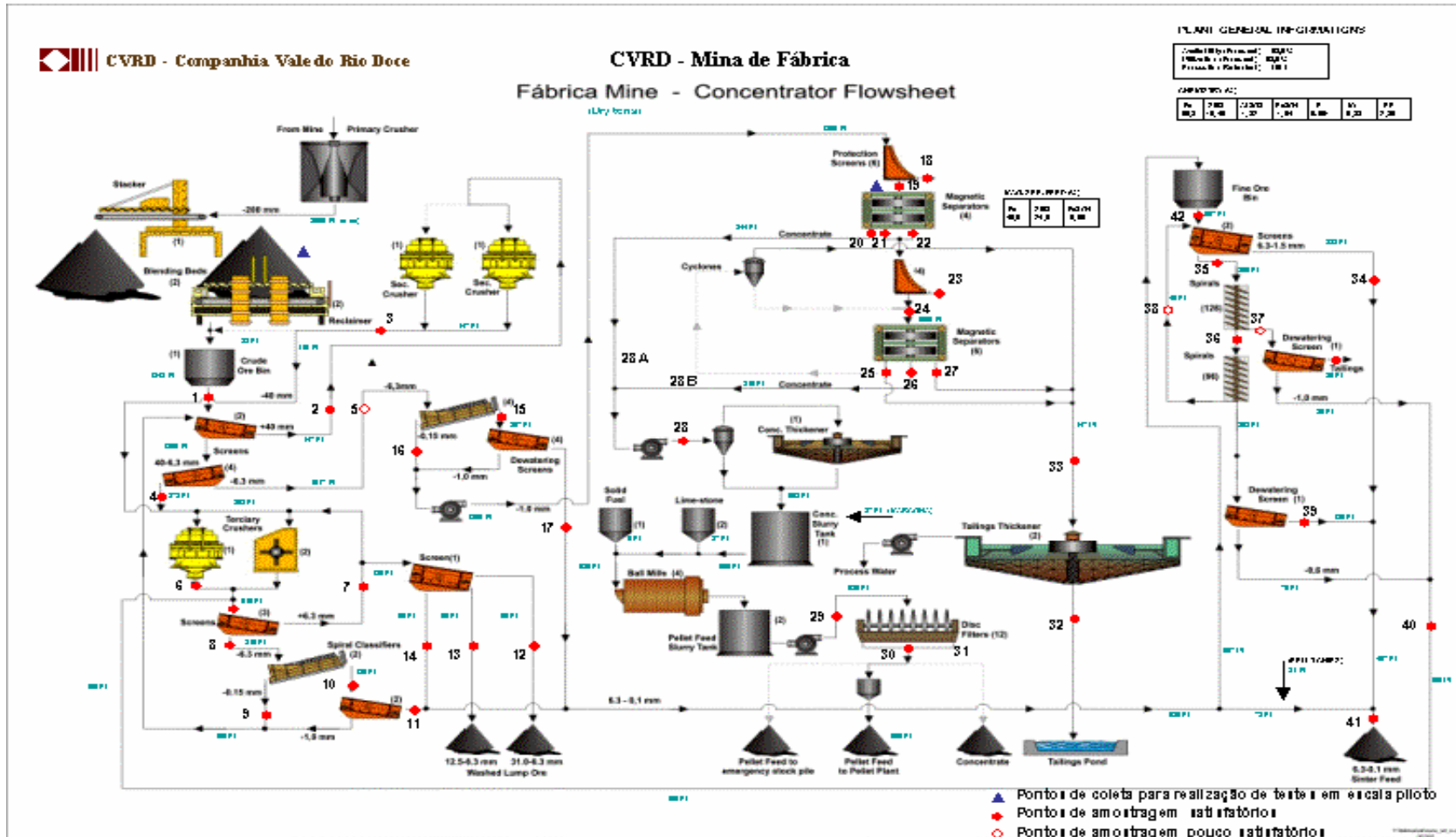


Figura 4.1.2 – Fluxograma da mina de Fábrica para avaliação dos pontos de amostragem.

Durante toda a execução do balanço de massas, foi realizado o fechamento dos equipamentos unitários para calibração das etapas, sendo que para equipamentos de classificação e cominuição foram comparados as curvas de partição e/ou a análise granulométrica dos produtos e para os equipamentos de concentração foram comparados a recuperação em massa e metalúrgica bem como a qualidade dos produtos gerados, para podermos confirmar a amostragem e a qualidade do balanço de massas. A figura 4.1.3, mostra como foi realizada a comparação da amostragem com relação ao balanço de massas, o exemplo apresentado foi a curva granulométrica da alimentação e do produto da britagem secundária. As curvas de distribuição granulométrica apresentadas na figura 4.1.3 foram geradas da seguinte forma: as curvas apresentadas por pontos (x ou triângulo) representam a análise granulométrica analisada pelo laboratório e a curva de linha contínua apresenta a distribuição granulométrica gerada pelo *software Usimpac*, as curvas ficaram praticamente sobrepostas, aprovando o balanço de massas e a amostragem neste ponto, demonstrando que não houve falha ou desvio de amostragem neste equipamento.

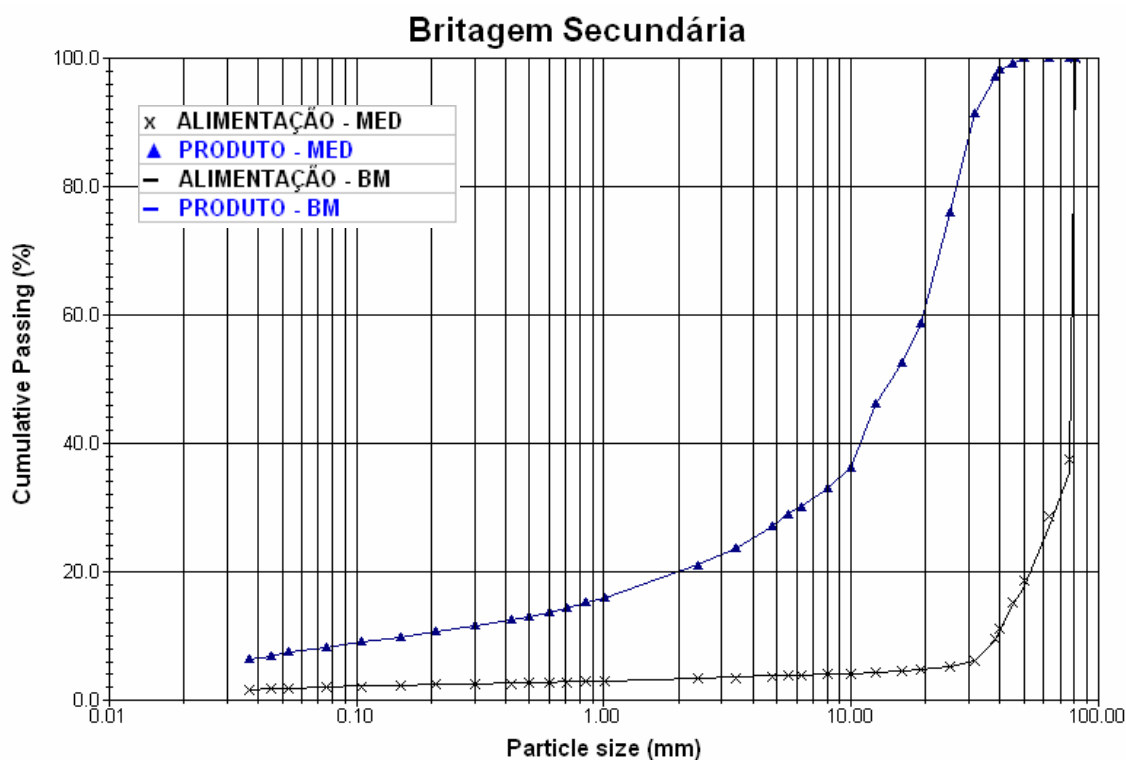


Figura 4.1.3 – Comparação granulométrica medida x gerada do balanço de massas via software *Usimpac*.

Após a validação do balanço de massas, foi realizada a avaliação dos produtos gerados pela planta de concentração. Verificou-se os produtos gerados com o novo *run of mine* processado na planta de tratamento de minério, identificando se com o processo existente os produtos atenderiam as especificações definidas pelo mercado.

Para os produtos que não atenderam as especificações de mercado, foi realizado uma caracterização tecnológica para obtenção do processo adequado para ajuste da qualidade, buscando maximizar a recuperação metalúrgica do sistema.

4.2. Amostras

Atualmente na mina de Fábrica o teor médio do *run of mine* é de 55,5% de Fe com uma vida útil estimada da reserva medida de 15 anos. Para que haja o aumento da reserva e da vida útil deve-se considerar o aproveitamento do material mais pobre da mina, que são principalmente os itabiritos pobres brandos e a goethita terrosa. Considerando-se um *run of mine* com qualidade química inferior ao atual (teor médio de 46,0% de Fe) há um aumento para 30 anos da vida útil da reserva medida que é o *run of mine* a ser estudado.

Foram trabalhadas 2 amostras sendo uma preparada pela equipe do planejamento a longo prazo e retirada direto da mina com uma massa de 500kg e outra amostra retirada na alimentação da planta de tratamento após a retomadora de ponte de roda de caçamba dupla, com uma massa de 500t, ambas representando o *run of mine* dos próximos 30 anos de operação do empreendimento.

Para os estudos de caracterização tecnológica foram utilizados as duas amostras, por apresentarem o *range* de variação química do *run of mine*, a amostra de 500kg foi utilizada para teste preliminares em bancada e piloto e para comparação com a amostra de 500t que foi utilizada para os testes de usina piloto e geração de produtos para testes siderúrgicos.

4.3. Caracterização das amostras

Para os testes preliminares em bancada, as amostras foram homogeneizadas, retirando alíquotas para análise físico-química e mineralógica, posteriormente foi classificado e cominuído até a um *top size* definido pelo processo a ser testado posteriormente. Após o estágio de britagem o material foi classificado, sendo que a fração -1,00mm foi direcionada para classificação em peneira com tela de 0,21mm a seco e o material +1,00mm foi classificado em peneiramento a seco para gerar o Granulado e o *Sinter*

Feed. Após a classificação o material foi deslamado e flotado (fração -0,15mm) e a fração -1,00 +0,15mm concentrado em separador magnético. Os equipamentos utilizados e procedimentos dos testes realizados estão listados abaixo:

- Deslamagem em célula Denver D12 em dois estágios, por sifonamento da fase dispersa, dispersão em pH 9,20, a uma concentração de sólidos de 20% em massa, com um tempo de agitação de 5min e de repouso de 15min;
- Flotação até a exaustão, com valores de pH que variou de 10,0 à 10,7, dosagem de amido de 800,0g/t (amido *gritz*, milho, farelo de mandioca e fécula de mandioca), dosagem de amina variando de 33,0 a 50,0g/t (amina EDA-B da Clariant);
- Para a classificação foi utilizada uma tela de 0,21mm, peneira redonda. Esta tela foi selecionada a partir da análise química por faixa do *run of mine*. A porcentagem de massa retida acumulada nesta abertura apresenta teor de sílica bem inferior à fração passante acumulada (5,5%SiO₂ no *oversize* versus 30,0%SiO₂ no *undersize*);
- Separação magnética em L4 da *Humboldt*, GAP de 2,5mm para o material na fração -1,0 +0,21mm e GAP de 0,9mm para o material na fração -0,21mm. Campo magnético variando entre 1950 a 8710Gauss.

As amostras foram submetidas à análise granulométrica macro e micro, segundo procedimentos de rotina dos laboratórios da Vale, utilizando-se para a série macro peneiras quadradas e para a série micro peneiras redondas. Para análise granulométrica da fração menor que 0,037mm foi utilizado o granulômetro a laser modelo CILAS 920.

A análise mineralógica foi realizada segundo os critérios adotados pelo Centro de Pesquisas Tecnológicas Alegria (CPT Alegria) da Vale.

A identificação dos minerais realizada, baseou-se no tipo de mineral e na forma do cristal/textura das partículas:

A tabela 4.3.1 mostra a relação dos principais minerais pertencentes ao minério de ferro e a relação entre tipo de mineral, forma/textura, química e algumas características para individualização de cada espécie.

A quantidade consistiu na estimativa do percentual de área que cada espécie mineral ocupa no campo visual do microscópio ótico luz refletida (Leica Modelo DMLP), convertendo em percentual de massa, a partir da densidade de cada mineral.

A tabela 4.3.1 apresenta a base de referência para a análise mineralógica utilizada pelos técnicos do laboratório de mineralogia, Queiroz (2003).

O trabalho de análise mineralógica teve como base a tabela 4.3.1 para identificação dos minerais presentes no minério estudado. A análise foi realizada por contagem de minerais comparando com a área representante no setor avaliado para a quantificação da área representada por cada mineral e utilizado a densidade real do mineral para correção da distribuição do mineral na massa total. Para a quantificação da liberação dos minerais foi utilizada uma referência de área ocupada por cada mineral no grão avaliado, sendo que o mineral de maior representação no grão era denominado o mineral principal para quantificação de sua massa representativa no total.

Tabela 4.3.1 – Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia – CDM/CVRD), Parte 1/4, Queiroz (2003).






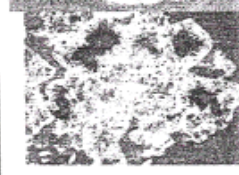
TIPO DE MINERAL	CARACTERÍSTICAS DOS CRISTAIS	FORMA/ TEXTURA	FÓRMULA / COMPOSIÇÃO
HEMATITA ESPECULAR (HE)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: compacto. • Contatos: laterais retilíneos. • Dimensões: relação entre comprimento e largura do maior que 5:1 (inequidimensional). • Granulometria: fina (0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 		Fe_2O_3 %FeT: 67,75 a 69,61
HEMATITA LAMELAR (HL)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: compacto. • Contatos: laterais retilíneos. • Dimensões: relação entre comprimento e largura do menor que 5:1 (inequidimensional). • Granulometria: fina (0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 		Fe_2O_3 %FeT: 67,75 a 69,61
HEMATITA GRANULAR (HG)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: compacto. • Contatos: retilíneos e junções triplíceis. • Dimensões: aspecto granular com cristais equidimensionais. • Granulometria: fina (0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 		Fe_2O_3 %FeT: 67,75 a 69,61
HEMATITA SINUOSA (HS)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: compacto. • Contatos: entrelaçados, irregulares, geralmente imbricados. • Dimensões: aspecto granular com cristais inequidimensionais e irregulares. • Granulometria: muito fina (< 0,01) a média (0,04 a 0,11 mm). 		Fe_2O_3 %FeT: 67,75 a 69,61
HEMATITA MARTÍTICA (HM)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: poroso. • Contatos: laterais retilíneos quando preserva o habitus da magnetita (forma euédrica). Irregular (quando não preserva o habitus da magnetita). • Dimensões: aspecto granular com cristais equidimensionais. Às vezes totalmente irregulares. • Granulometria: fina (0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). Sob luz polarizada, pode apresentar estrutura em treliça.	 	Fe_2O_3 %FeT: 67,75 a 69,61

Tabela 4.3.1 – Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia – CDM/CVRD), Parte 2/4, Queiroz (2003).

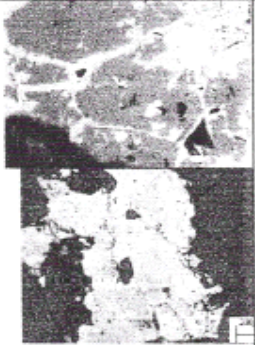
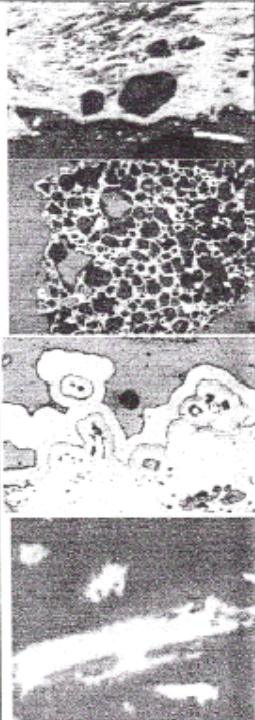
TIPO DE MINERAL	CARACTERÍSTICAS DOS CRISTAIS	FORMA/ TEXTURA	FÓRMULA / COMPOSIÇÃO
MAGNETITA (MA)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: compacto a poroso. • Contatos: laterais retilíneos quando preserva a forma cuédrica. Irregular quando não preserva a forma cuédrica. • Dimensões: aspecto granular com cristais equidimensionais. Às vezes totalmente irregulares, principalmente quando a porosidade é elevada. • Granulometria: fina (0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). <p>Podé ocorrer como magnetita pura ou magnetita residual (relictual), em sua maior parte na hematita martítica.</p>		<p>Fe₃O₄</p> <p>%FeT: 71,68 a 72,19</p>
GOETHITA (GO)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: compacto a poroso. Às vezes com aspecto alveolar ou fibrosa (goethita anfíbolítica) • Contatos: irregulares. • Dimensões: aspecto granular com forma irregular. • Granulometria: fina (0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 		<p>α- FeO.OH</p> <p>%FeT: 58,02 a 62,70</p> <p>%PF: 9,97 a 10,98</p>

Tabela 4.3.1 – Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (Baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia – CDM/CVRD), Parte 3/4, Queiroz (2003).


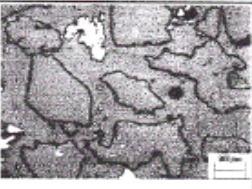

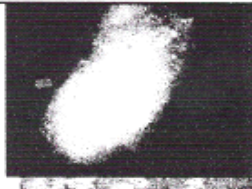


TIPO DE MATERIAL	CARACTERÍSTICAS DOS CRISTAIS	FORMA/ TEXTURA	FÓRMULA / COMPOSIÇÃO
GOETHITA TERROSA (GT)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: poroso. • Contatos: irregulares. Às vezes não muito nítidos. • Dimensão: forma irregular. Massa terrosa. • Granulometria: muito fina (<0,01 mm). Material amorfo e/ou criptocristalino. 		<p>FeO.OH.nH2O</p> <p>%FeT: 51,58 a 58,47 %PF: 12,67 a 14,17 %SiO₂: 2,91 a 4,8 %Al₂O₃: 0 a 6,8</p>
QUARTZO (QZ)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: compacto. • Contatos: irregulares. Bordas variando de pouco rugosa (lisa) a muito rugosa e com cavidades. • Dimensões: aspecto granular com cristais equidimensionais e inequidimensionais ou fibroso (anfíbolítico). • Granulometria: fina (0,01 a 0,03 mm) a muito grossa (>0,22 mm). 		100% SiO ₂
CAULINITA (CA)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: aspecto terroso. • Contatos: irregulares. Geralmente assumem a forma das partículas que circundam. Comum de ocorrer nos interstícios ou poros de outros minerais. • Dimensão: ocorre como uma massa terrosa. • Granulometria: muito fina (<0,01mm). 		<p>Al₄[Si₄O₁₀](OH)₈</p> <p>%PF: 13,47 a 13,92 % SiO₂ : 45,48 a 46,07 % Al₂O₃: 38,07 a 39,82</p>
GIBBSITA (GI)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: não detectável em microscópio ótico. • Contatos: irregulares. Geralmente assumem a forma das partículas que circundam. Comum de ocorrer nos interstícios ou poros de outros minerais. • Dimensão: ocorre como uma massa terrosa. • Granulometria: muito fina (<0,01mm) a média (0,04 a 0,11 mm). Aspecto de cristais de açúcar (sacaróide). 	 	<p>Al(OH)₃</p> <p>%PF: 31,8 a 34,12 % Al₂O₃: 62,8 a 65,3</p>

Tabela 4.3.1 – Principais características para identificação de espécies minerais em minério de ferro (baseado na Tabela dos principais tipos texturais de cristais de óxidos/hidróxidos de ferro – Mineralogia – CDM/CVRD), Parte 4/4, Queiroz (2003).

TIPO DE MATERIAL	CARACTERÍSTICAS DOS CRISTAIS	FORMA/ TEXTURA	FÓRMULA / COMPOSIÇÃO
ÓXIDOS DE MANGANÊS (MN)	<ul style="list-style-type: none"> • Porosidade: microporos (Criptomelana e pirolusita) a macroporos (psilomelana) em agregado terroso. • Contatos: irregulares. Geralmente assumem a forma das partículas que circundam. Comum de ocorrer nos interstícios ou poros de outros minerais. • Dimensões: ocorre como uma massa terrosa. • Granulometria: muito fina (<0,01mm). 		MnOx, OH*

A figura 4.3.1, apresenta o macro fluxo utilizado para a caracterização tecnológica e desenvolvimento do projeto de ampliação da Usina de Fábrica para o novo *run of mine*. A primeira etapa que foi o planejamento da pilha, foi desenvolvido pela equipe do planejamento a longo prazo, sendo que o planejamento a curto prazo com as diretrizes definidas identificou e retirou as amostras para formar a carga para a britagem primária. A etapa de formação da pilha de homogeneização foi executada pela equipe de produção da mina com o acompanhamento da equipe de qualidade e planejamento a curto prazo que definiram as frentes as serem lavradas conforme diretrizes do planejamento a longo prazo para compor o novo *run of mine* para a amostragem do circuito atual e a retirada de amostras para o desenvolvimento da caracterização mineralógica e tecnológica.

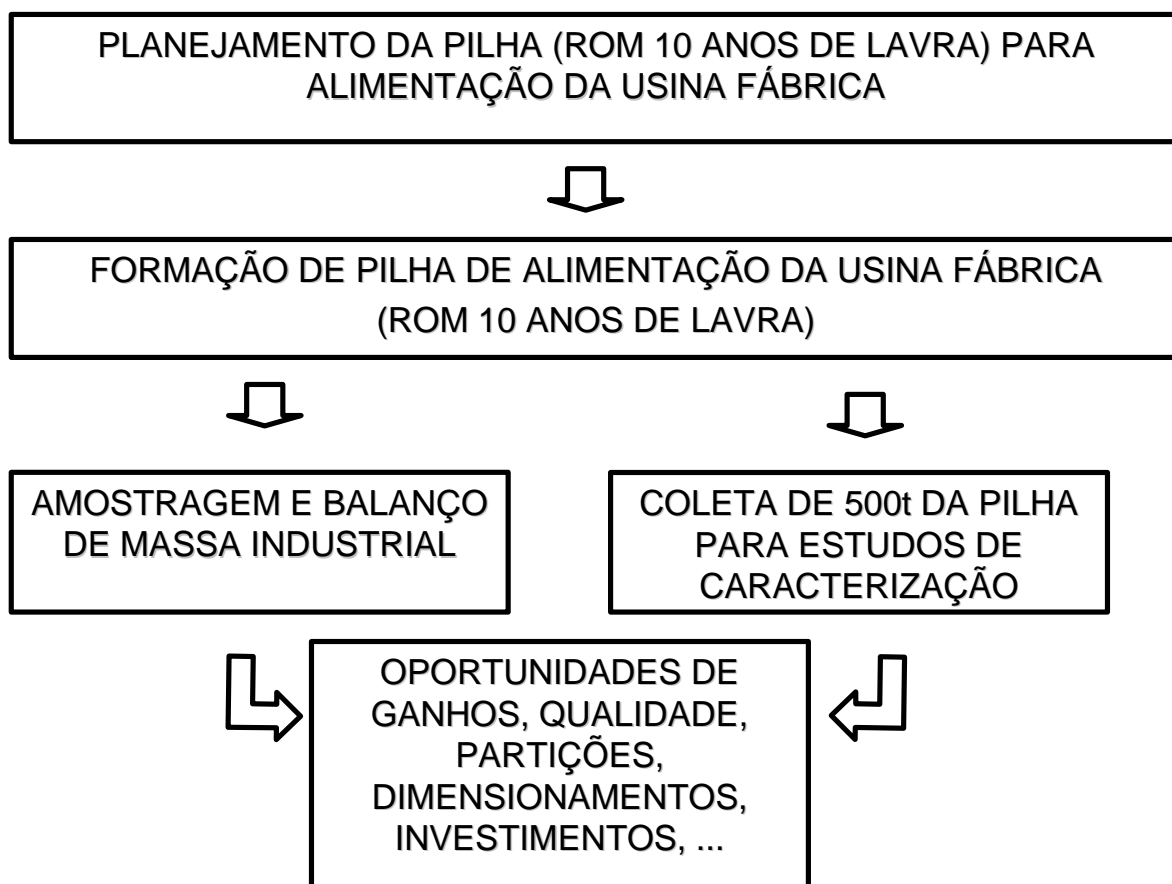


Figura 4.3.1 – Fluxograma de trabalho para a caracterização tecnológica do novo *run of mine*.

A amostragem foi realizada pelo pessoal da produção em conjunto com a equipe de processo a longo prazo que ficou responsável pelo planejamento e acompanhamento das amostragens.

O transporte da amostra foi realizado em caminhões traçados de capacidade de 26t e que a conduziram para o centro de pesquisa de Alegria para a realização dos testes em bancada e piloto além da caracterização mineralógica.

Para caracterização mineralogia dos minérios foram utilizadas a microscopia óptica luz refletida e/ou difração de raios-X. Para os materiais muito finos foram utilizados o MEV para auxiliar na caracterização mineralógica das amostras.

Para balizar os trabalhos de caracterização tecnológica, foi realizada a caracterização mineralógica, com o intuito de direcionar os trabalhos de pesquisa tecnológica, assim foi retirada uma alíquota representativa da amostra principal para que fosse realizada a caracterização mineralógica.

4.4. Teste de flotação em bancada

Para a preparação das amostras para a flotação foi realizado a deslamagem em 2 estágios, por dispersão com solução de soda cáustica em pH 9,2, com uma porcentagem de sólidos de 20% em massa, sendo 5 minutos para agitação e 15 minutos em repouso, em uma célula Denver D12, com sifonamento do disperso.

Os teste de flotação foram realizados até a exaustão com variação do tipo de amido (*gritz*, fubá e maizena de milho) (fécula, farinha e farelo de mandioca) para a dosagem de 800g/t de alimentação. Variação na dosagem de coletor de 33 a 50g/t de alimentação da flotação, sendo utilizado a amina EDA-3B de fabricação da Clariant S/A. O pH de flotação foi de 10,7 no estágio *rougher* e *cleaner*.

4.5. Teste em circuito Piloto

Os testes em usina piloto foram realizados em 3 etapas principais:

- Após o recebimento do *run of mine* amostrado na Usina de Fábrica, foram realizados os testes com o circuito de britagem e classificação, retirando os produtos Granulado e Hematitinha e o *Sinter Feed*, gerando a amostra para o circuito de separação magnética e flotação;

- Com a massa gerada no circuito de peneiramento e britagem, a amostra foi classificada em classificador espiral, deslamando o *overflow* do mesmo e flotando, nesta etapa gerou amostra para os testes de separação magnética;
- E na ultima etapa foram realizados os testes com a separação magnética.

Os testes do circuito de britagem e peneiramento, classificação, deslamagem e flotação foram realizados no Centro de Pesquisa Tecnológica de Alegria. Os testes com o circuito de separação magnética foram realizados no Centro de Pesquisa Tecnológica de Itabira.

Os testes com peneiramento em 31,5mm e 6,35mm foram realizados com o circuito a seco, pois esperávamos conseguir obter a qualidade do granulado/hematitinha com o circuito a seco e também por termos no circuito atual a condição de peneirar a úmido após esta primeira etapa de peneiramento a seco, ajustando a eficiência do peneiramento.

A figura 4.5.1 a seguir, apresenta o circuito testado em usina piloto e as etapas dos testes.

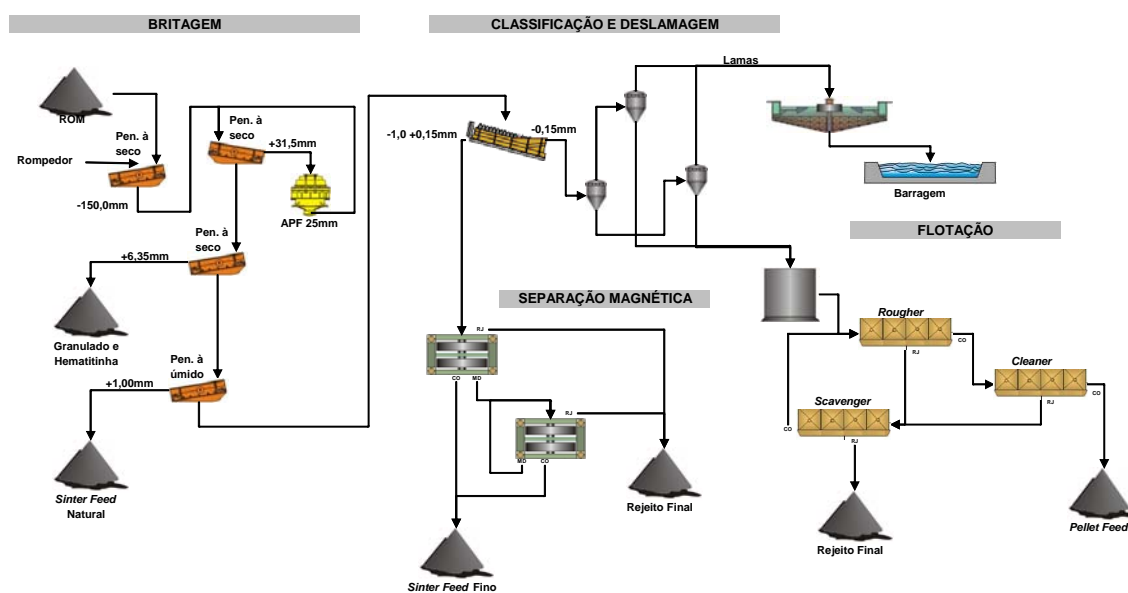


Figura 4.5.1 – Fluxograma do circuito testado em escala piloto.

O *run of mine* foi amostrado após a pilha de homogeneização de Fábrica, foi considerado que a mesma estava homogeneizada, através de *Bob Cat*, alimentou-se uma moega que através de um alimentador vibratório com inversor de frequência alimentou o circuito de classificação, primeiro foi passado em uma peneira de *scalper* de 150mm de abertura de tela quadrada para a retirada dos matacos.

Após a peneira de escalpe o material foi direcionado para o peneiramento secundário em tela de 32mm quadrada a seco, onde seu *oversize* alimentou um britador *Giradisc* com um SET de 25mm fechando o circuito com o peneiramento secundário. O *undersize* do peneiramento alimentou um peneiramento terciário a seco com tela de 8mm, onde seu *oversize* foi o Granulado e a Hematitinha e o *undersize* alimentou um peneiramento a seco com tela de 1,2mm, onde seu *oversize* é o *Sinter Feed* natural e o *undersize* vai alimentar o circuito de classificação espiral para posterior concentração em flotação e separação magnética.

Com a definição da rota de processo para atendimento das especificações dos produtos, a caracterização e obtenção do balanço de massas darão os subsídios necessários para o dimensionamento dos equipamentos e com isso a valoração do projeto de expansão.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. *Ensaio de Caracterização*

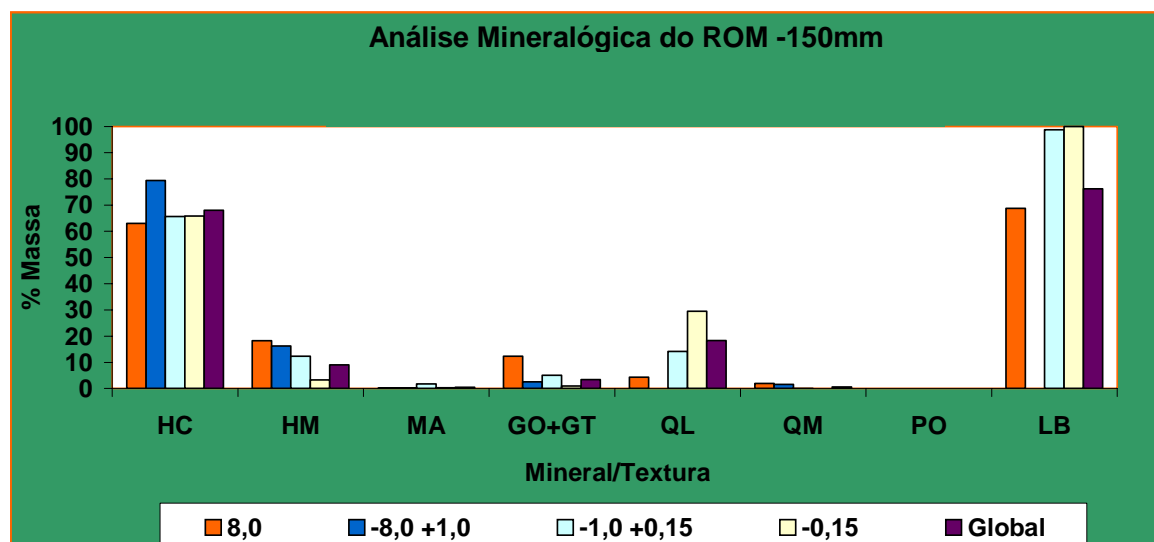
As tabelas 5.1.1 e 5.1.2, mostram a análise mineralógica e química, por faixa, do *run of mine* após a britagem primária, após a homogeneização através de empilhamento do tipo *Chevron*, tendo como título “Análise mineralógica do ROM -150mm”, e do *run of mine* após a britagem secundária realizada no Centro de Pesquisa Tecnológica de Alegria com o processo a seco, tendo como título “Análise mineralógica do ROM - 31,5mm”.

As amostras não se diferem com relação à mineralogia e química e a distribuição dos minerais após mais um estágio de cominuição, como apresentado nas tabelas 5.1.1 e 5.1.2. Desta forma, as amostras não tiveram uma migração de minerais para as frações mais finas.

A rota para a produção de Granulado, Hematitinha e *Sinter Feed* está definida, pois se trata de um processo instalado. A análise mineralógica química das frações correspondentes aos produtos indica características adequadas para a sua produção a partir de peneiramento a úmido.

A fração que necessita de processo de tratamento de minério para a obtenção da qualidade do produto final que são as frações -1,0 +0,15mm e -0,15mm na amostra de *run of mine* apresentaram com uma liberação acima de 98,0%, sendo confirmando quando analisado a amostra do material a ser alimentado em cada etapa de tratamento após as etapas de classificação. Desta forma o material se mostrou em ótimas condições para o processo de separação, sendo que índices de liberação acima de 90% são considerados propícios para o processo de tratamento de minérios. Os minerais de quartzo apresentaram um baixo índice de quartzo misto nas frações abaixo de 1,0mm ficando abaixo de 0,1%, dando indícios de boa separabilidade dos minerais, devido ao baixo índice de materiais misto/não liberados.

Tabela 5.1.1 – Caracterização granuloquímica e mineralógica do novo *run of mine* após a britagem primária e o pátio de homogeneização da Mina de Fábrica em 2004

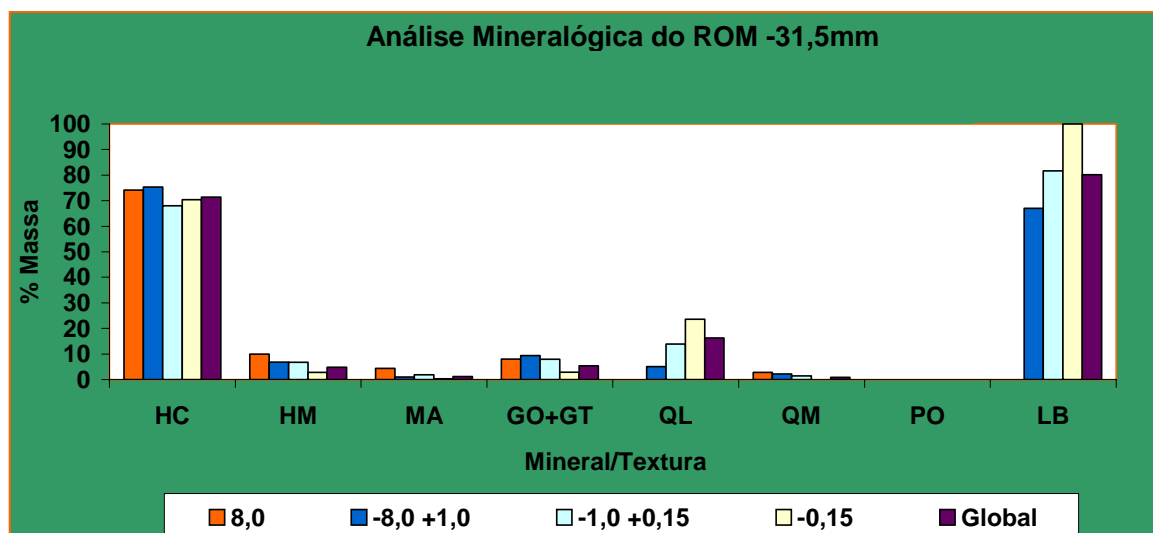


Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)									Dist.Granul.(%Ret. Simples)	
Fração (mm)	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado
8,0	62,97	18,26	0,15	12,37	4,30	1,96	0,00	68,73	14,26	
-8,0 +1,0	79,38	16,23	0,24	2,62	0,00	1,53	0,00	0,00	18,83	
-1,0 +0,15	65,72	12,38	1,83	5,10	14,20	0,10	0,00	98,76	12,16	
-0,15	65,82	3,30	0,35	1,01	29,47	0,02	0,00	99,97	54,75	
Global	67,99	9,02	0,48	3,44	18,38	0,59	0,00	76,26	100,00	100,00

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

ANÁLISE QUÍMICA POR FRAÇÃO GRANULOMÉTRICA: ROM -150mm										
Fração (mm)	% Retido Simples	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
+6,35	15,90	65,14	2,98	1,28	0,077	0,034	0,044	0,298	0,038	2,22
-6,35 +1,00	17,18	65,18	3,33	0,73	0,514	0,030	0,023	0,285	0,042	1,84
-1,00 +0,15	12,18	57,72	14,18	0,76	0,200	0,034	0,034	0,293	0,045	1,62
-0,15	54,76	48,71	25,76	1,83	0,185	0,042	0,045	0,408	0,067	1,82
Global Calc.	100,00	55,25	16,88	1,42	0,226	0,038	0,040	0,355	0,055	1,86
Global Anal.	--	54,76	17,76	1,52	0,230	0,040	0,043	0,379	0,054	1,90

Tabela 5.1.2 - Caracterização granuloquímica e mineralógica do novo run of mine da Mina de Fábrica em 2004 após a britagem secundária no CPT Alegria



Fração (mm)	Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)								Dist.Granul.(%Ret. Simples)	
	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado
8,0	74,11	10,00	4,35	7,97	0,00	2,76	0,00	0,00	11,29	
-8,0 +1,0	75,30	6,80	0,97	9,36	5,11	2,11	0,00	66,99	18,62	
-1,0 +0,15	68,00	6,78	1,86	7,91	13,89	1,42	0,00	81,63	13,36	
-0,15	70,35	2,77	0,34	2,87	23,64	0,00	0,00	100,00	56,73	
Global	71,38	4,87	1,11	5,33	16,22	0,89	0,00	80,11	100,00	100,00

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

ANÁLISE QUÍMICA POR FRAÇÃO GRANULOMÉTRICA: ROM -31,5mm										
Fração (mm)	% Retido Simples	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
+6,35	14,23	66,36	2,00	1,10	0,053	0,030	0,031	0,108	0,055	1,72
-6,35 +1,00	19,26	63,93	3,99	0,97	0,824	0,029	0,039	0,237	0,046	2,31
-1,00 +0,15	12,89	56,58	15,32	0,96	0,179	0,038	0,041	0,348	0,067	1,78
-0,15	53,62	48,51	25,46	1,81	0,164	0,061	0,045	0,404	0,086	1,89
Global Calc.	100,00	55,11	16,67	1,44	0,277	0,048	0,041	0,323	0,071	1,93
Global Anal.	--	54,76	17,76	1,52	0,230	0,040	0,043	0,379	0,054	1,90

Devido às características dos minerais nos produtos acima de 1,0mm estarem com uma liberação do quartzo baixa, conforme mostrado na figura 5.1.3, mas com baixa presença destes minerais, o atendimento às especificações dos produtos será feito através de peneiramento a úmido. O quartzo da fração $-1+0,15\text{mm}$ é limpo e com rugosidade média. O quartzo misto está mais presente na fração acima de 1mm, mas nada que contribua com mais que 1,0% de sílica no produto final. O *Sinter Feed* fino ($-1,0+0,15\text{mm}$) por estar com um percentual elevado de material contaminante, mas com boa liberação deverá passar por um processo de concentração magnética ou gravítica por ter uma grande participação de materiais com alta suscetibilidade magnética e atenderem as premissas para a concentração gravítica por estarem em uma granulometria bem bitolada, conforme mostrado nas figuras 5.1.1, 5.1.2, 5.1.3 e 5.1.4. A partir da análise mineralógica, pode-se prever para a fração $-1,00+0,15\text{mm}$:

- recuperação em massa global: entre 65% e 75%. Uma recuperação maior que 75% pode levar o teor de sílica no concentrado acima da especificação para os processos de concentração magnética ou gravítica;
- teor de sílica: mínimo de 2,5% (1% em função de quartzo misto, 1,5% em função de caulinita associada a goethita);

O material menor que 0,15mm possui uma excelente liberação de quartzo, com baixa participação de minerais de ferro aluminosos e hidroxilados. Desde que seja realizada uma deslamagem adequada, a fração abaixo de 0,15mm tende a apresentar excelentes resultados frente a flotação, considerando o emprego de dosagem adequadas de reagentes. Como aspecto negativo para esta fração, ela contém cristais de minerais de ferro muito finos, com tendência de serem perdidos por arraste no rejeito de flotação. Assim, sugere-se o dimensionamento adequado do estágio *scavenger*. Considerando a rota via separação magnética, pode-se obter bons resultados em termos de qualidade química, porém com recuperação em massa inferior à flotação devido a presença significativa de minerais muito finos de hematita menor que 0,037mm.

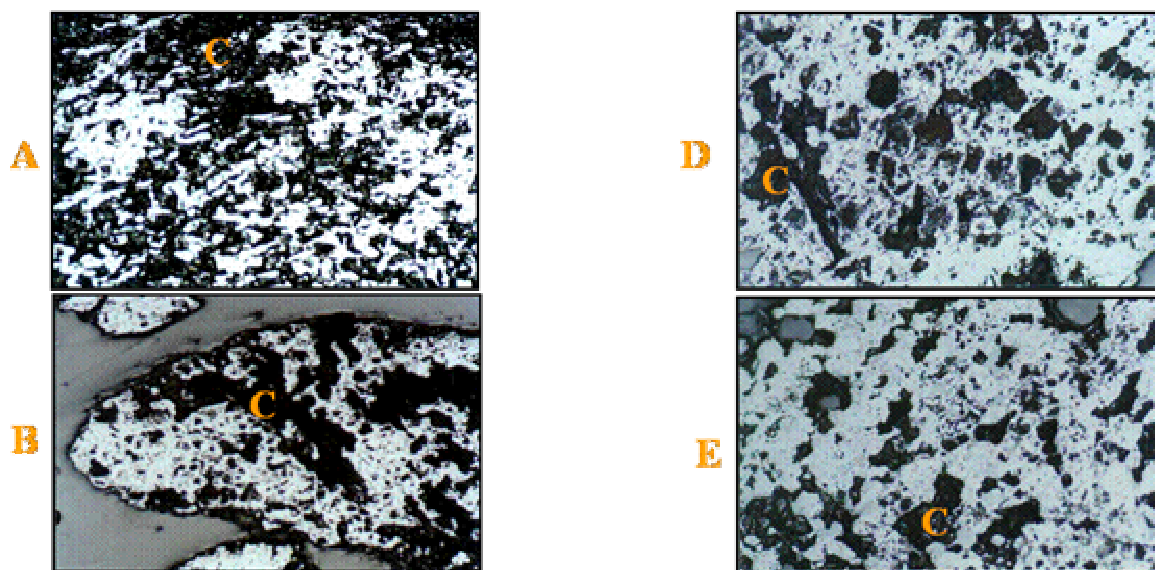


Figura 5.1.1 - Fotomicrografias - Partículas policristalinas com porosidade elevada e conectada. A: Hematita lamelar/granular; B: Goethita/hematita lamelar/granular com poro (C) preenchido ou não por massas terrosas; D: Hematita granular e goethita; E: Hematita martítica e goethita.

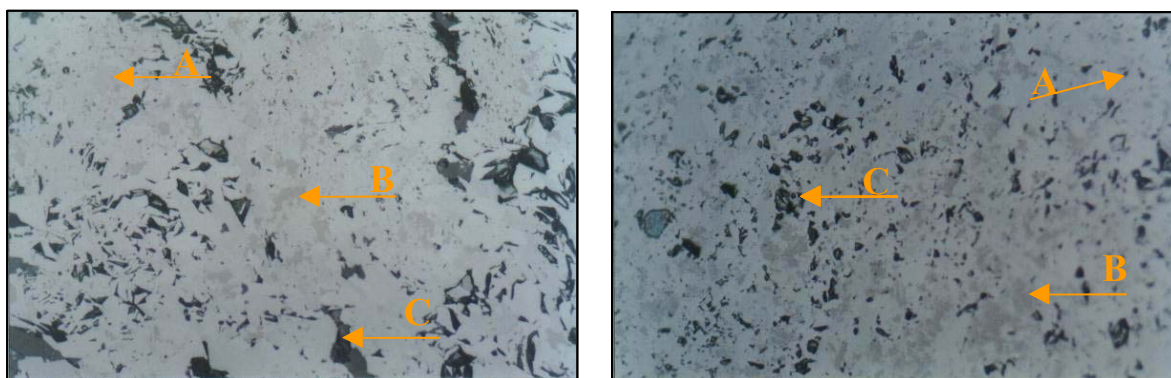


Figura 5.1.2 - Fotomicrografias - Partículas policristalinas de Hematita lamelar, granular, sinuosa com magnetita relictual. A: Partícula policristalina de Hematita lamelar/granular/sinuosa; B: Magnetita relictual (C) poro preenchido ou não por massas terrosas.

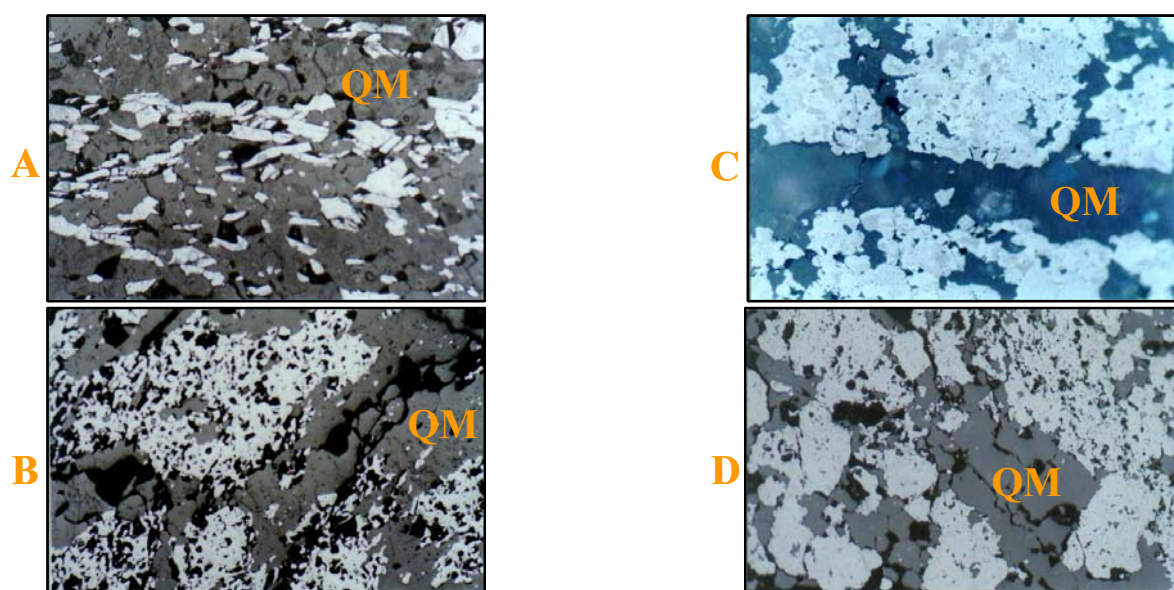


Figura 5.1.3 - Fotomicrografias - Partículas com quartzo (QM). A: com hematita lamelar; B: com hematita granular; C: com hematita sinuosa/granular e magnetita; D: com hematita martítica e granular.

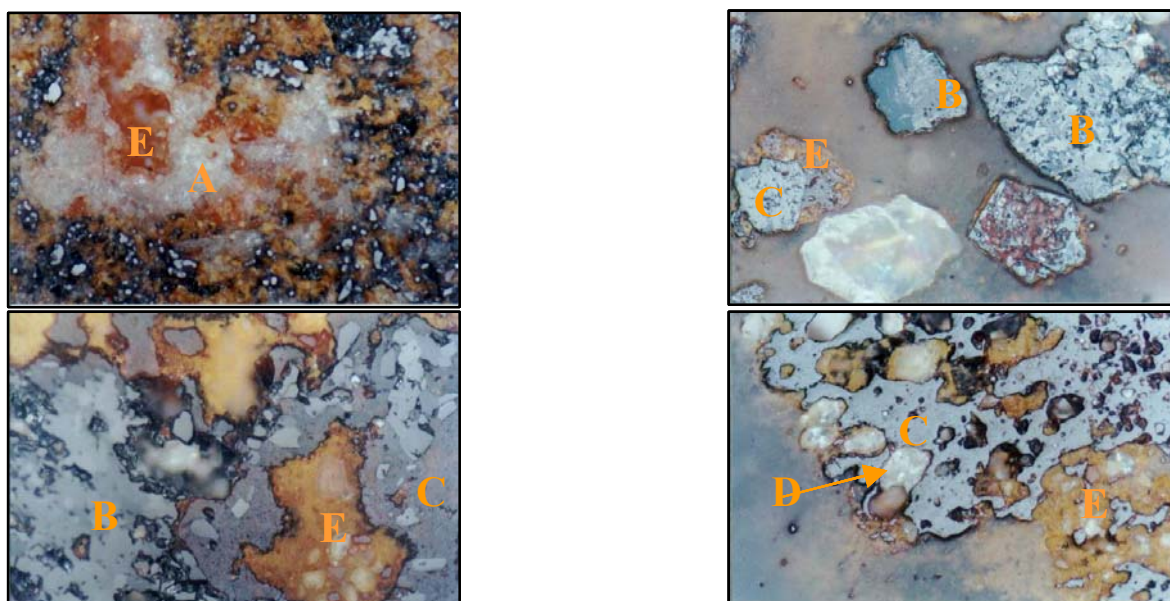


Figura 5.1.4 - Fotomicrografias - Partículas recobertas ou com poros preenchidos por massas terrosas. A: Caulinita; B: Hematita granular/lamelar; C: Goethita; D: Quartzo; E: Massa terrosa.

5.2. Ensaios de Caracterização Tecnológica

A seguir são apresentadas as propostas para a realização da caracterização tecnológica das amostras de minérios itabiríticos, conforme figura 5.2.1, sendo balizado pela caracterização mineralógica.

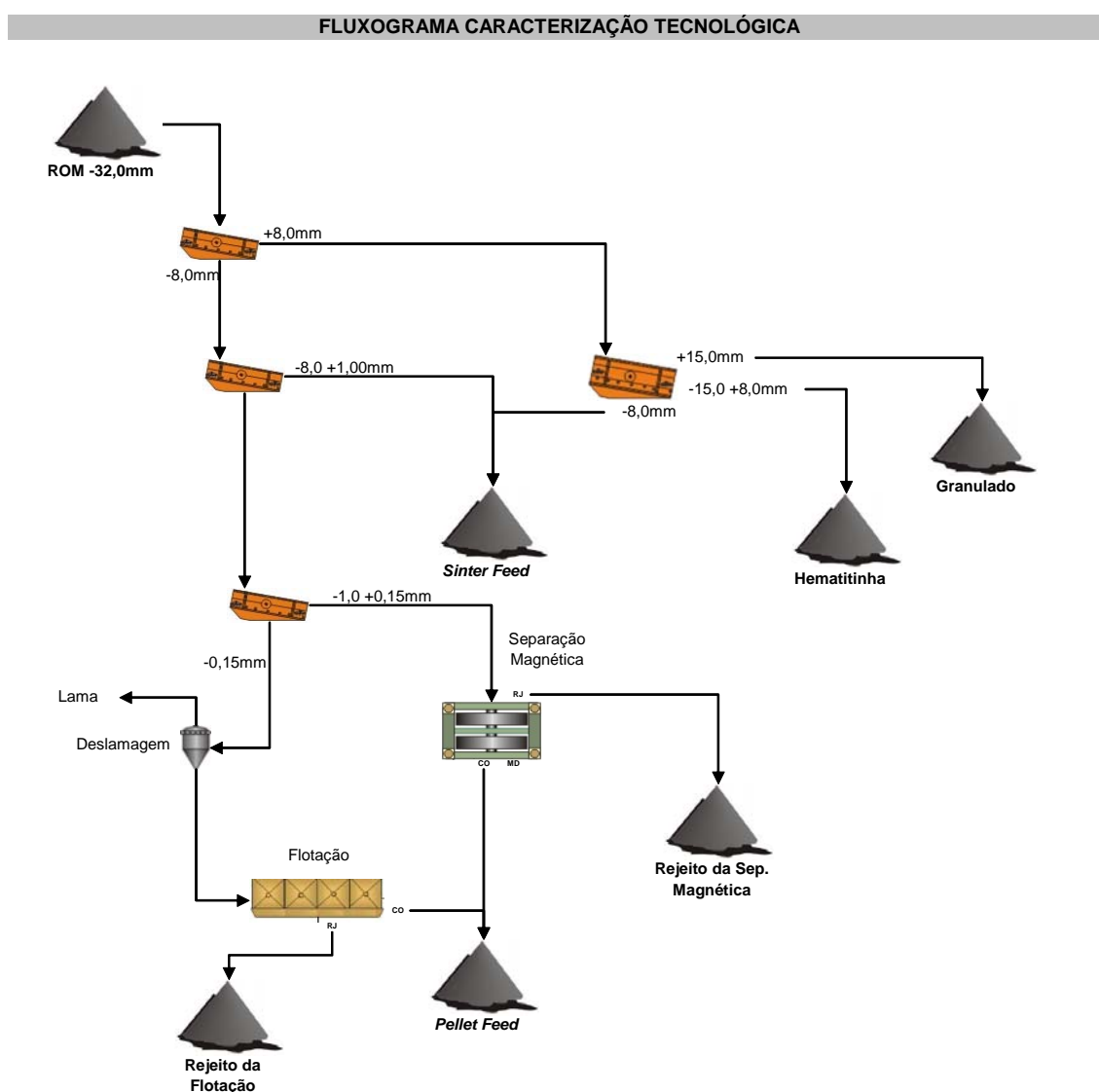


Figura 5.2.1 - 1º Fluxograma Proposto para a Caracterização Tecnológica.

Com base na caracterização mineralógica definiram-se algumas opções a serem testadas em escala de bancada como uma primeira etapa e posteriormente a confirmação de resultados positivos em escala piloto, além da avaliação do circuito em regime contínuo de produção.

Os testes de caracterização tecnológica foram iniciados em bancada para verificar a possibilidade de implantação das rotas sugeridas na caracterização mineralógica, além de otimizarem a utilização de reagentes na flotação. As opções de rotas tiveram na etapa de testes em bancada, bons resultados, validando as mesmas para a etapa seguinte de testes em escala piloto (circuito trabalhando em regime contínuo, ou em escala semi-industrial).

5.2.1. Teste de flotação em bancada

As figuras 5.2.2, 5.2.3, 5.2.4 e 5.2.5, mostram que o fubá de milho é o depressor que condiciona à maior recuperação em massa, se comparado com os outros depressores, sendo que obteve o pior resultado no teor de sílica no concentrado, em contrapartida a fécula de mandioca obteve um produto dentro da faixa de redução direta e manteve uma boa recuperação em massa, ficando em segundo lugar neste quesito, além de manter estável a qualidade do produto mesmo variando a dosagem de coletor.

Todos os depressores estão aptos para se obter a qualidade de concentrado final, conforme figuras 5.2.2, 5.2.3, 5.2.4 e 5.2.5, sendo que deve ser avaliado o custo benefício para a utilização do melhor depressor que terá menor custo específico, pois a maizena de milho e a fécula de mandioca foram os depressores de maior eficiência com relação a recuperação metalúrgica, levando em conta a obtenção da qualidade do produto entorno de 1,0% sílica, sendo os reagentes mais caros.

A dosagem de coletor se mostrou uma variável importante com relação ao tipo de depressor, sendo preponderante para a otimização da recuperação, sendo que em todos os níveis de dosagem obteve a qualidade que atende a especificação.

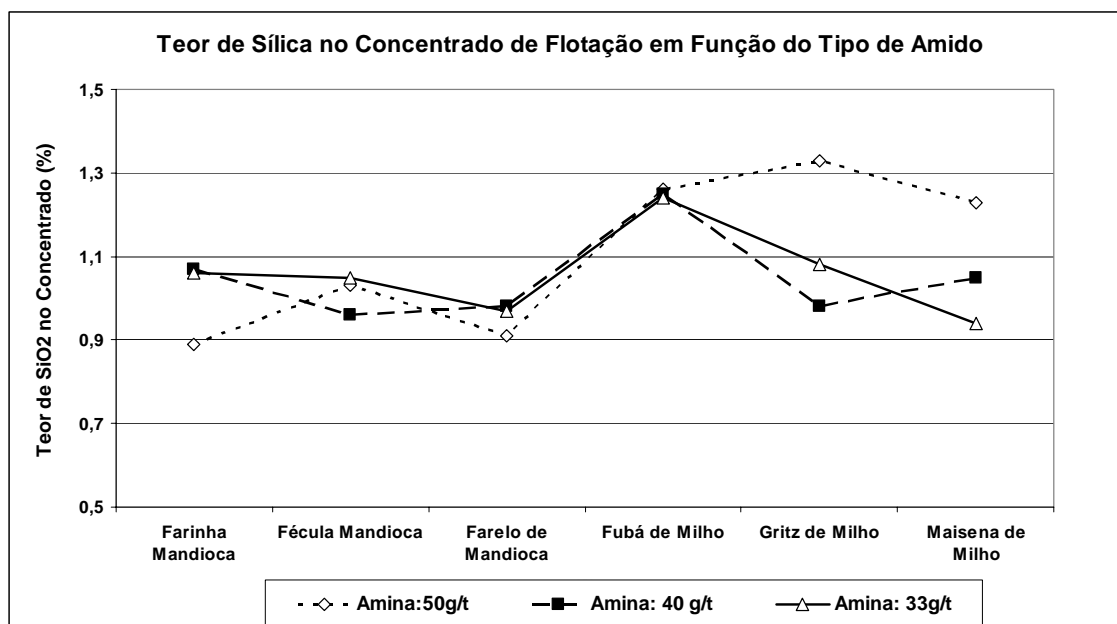


Figura 5.2.2 – Avaliação do teor de sílica no concentrado com relação a dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação).

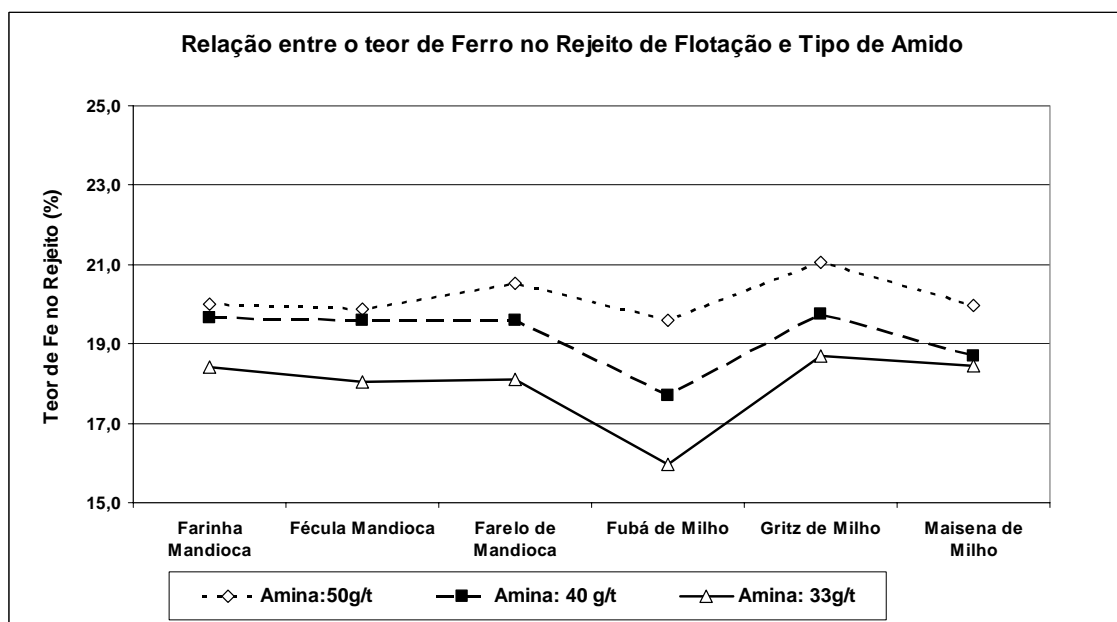


Figura 5.2.3 – Avaliação do teor de ferro no rejeito com relação a dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação).

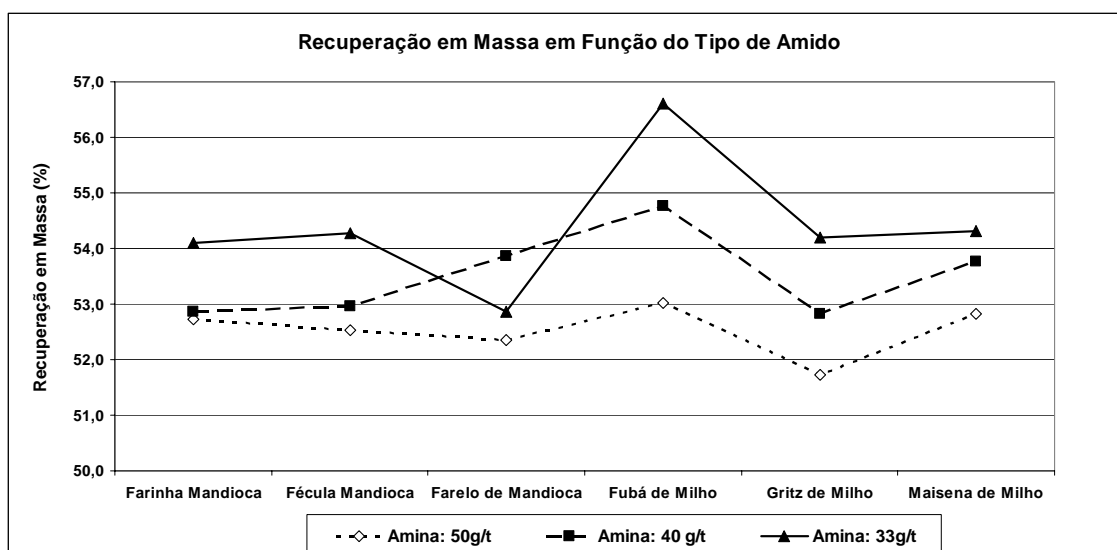


Figura 5.2.4 – Avaliação da recuperação em massa com relação à dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação).

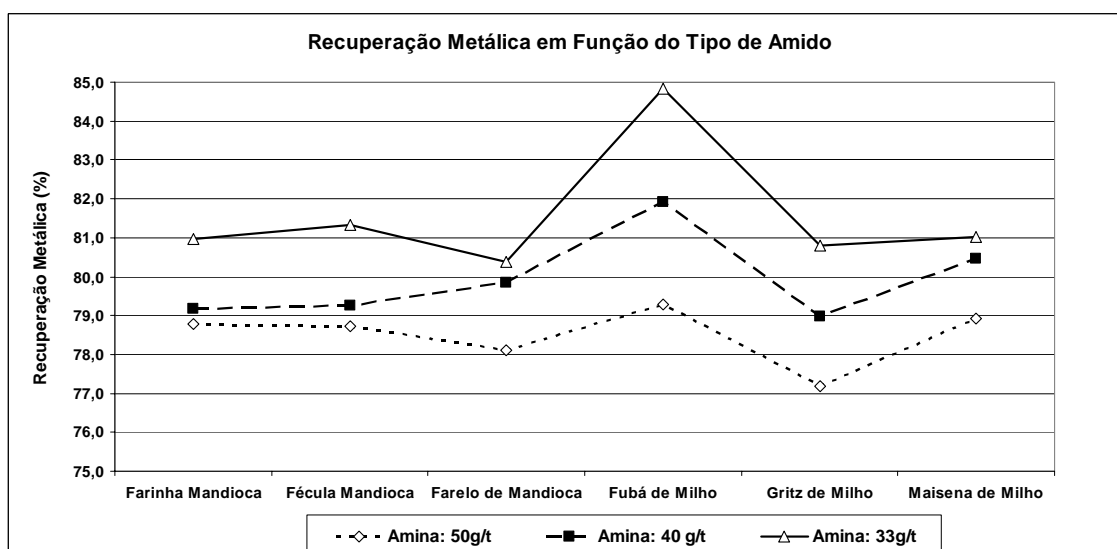


Figura 5.2.5 – Avaliação recuperação metalúrgica com relação a dosagem de coletor, variando o tipo de depressor (dosagem de depressor de 800g/t de alimentação).

5.2.2. Teste de separação magnética em bancada

Os testes de separação magnética foram realizados no equipamento L4 da Humboldt com um Gap de 2,5mm na matriz em diferentes intensidades de campo, variando de 1950 a 8710Gauss. Sendo feita análise química global de todos os produtos.

Considerando um teor de SiO₂ no concentrado de 2,9% como meta a recuperação em massa máxima obtida será de 50,0% com um teor de ferro no rejeito entorno de 23,0%, conforme apresentado nas figuras 5.2.6, 5.2.7 e 5.2.8.

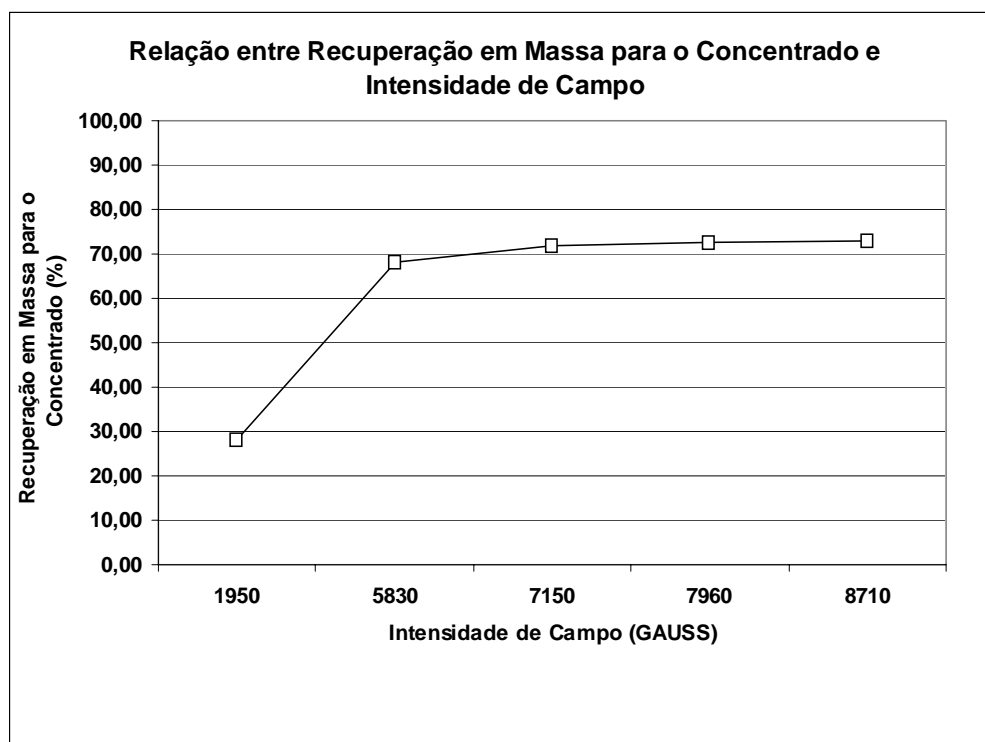


Figura 5.2.6 – Avaliação recuperação em massa com relação a intensidade de campo magnético.

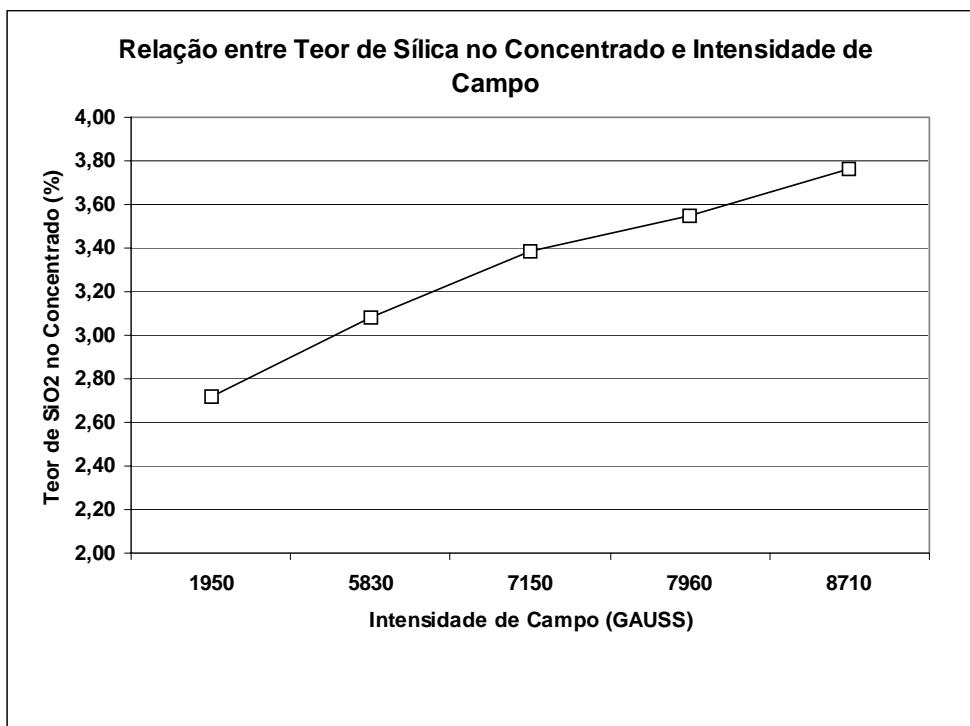


Figura 5.2.7 – Avaliação teor de sílica no concentrado com relação a intensidade de campo magnético.

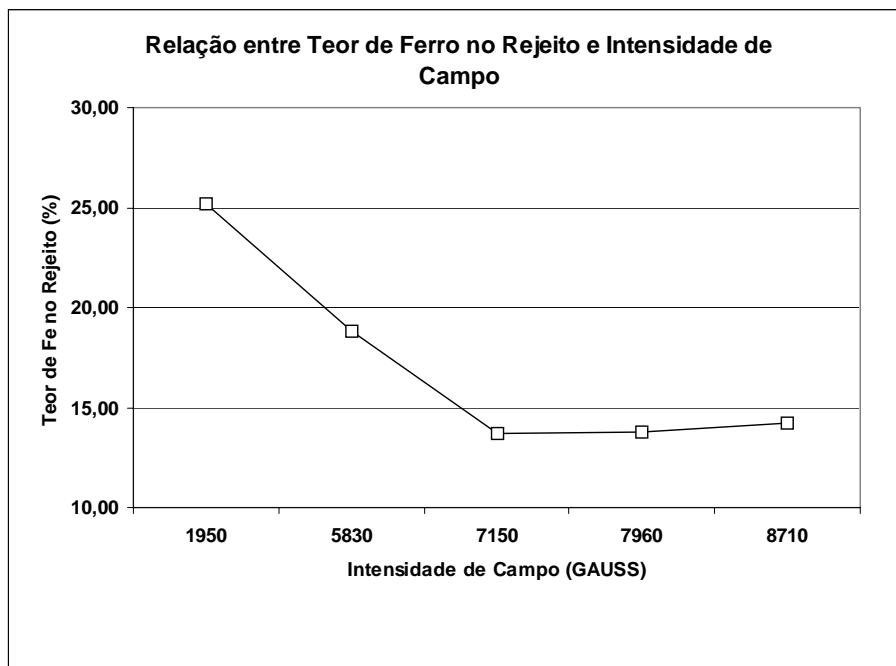


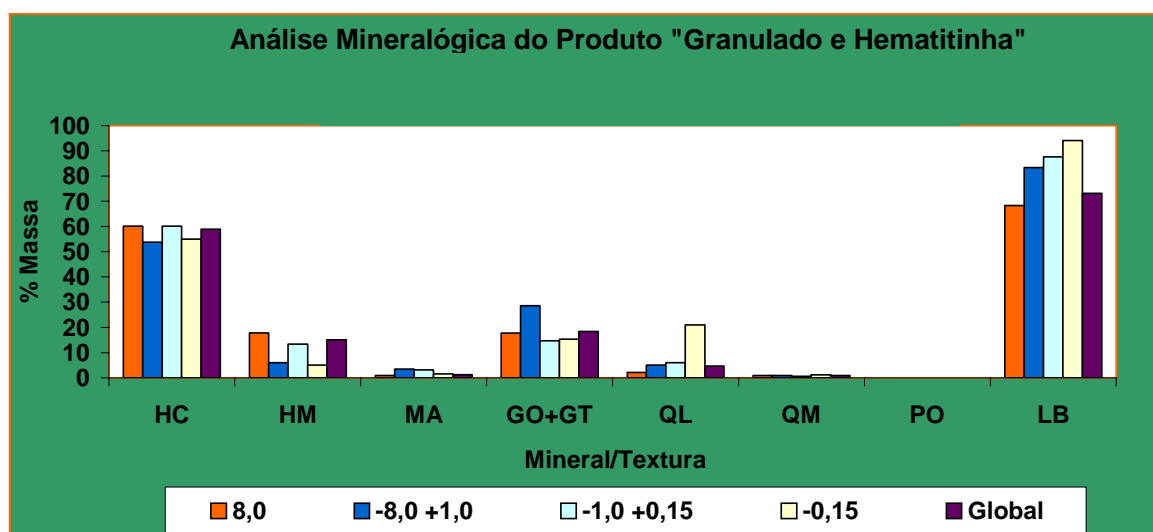
Figura 5.2.8 – Avaliação teor de ferro no rejeito com relação a intensidade de campo magnético.

Os testes em bancada sugerem a utilização de separador magnético de média intensidade, tipo terras raras, pois com intensidade de campo muito elevado não se obtém o teor de concentrado final desejado. Como na mineralogia nesta fração apresentaram minerais de magnetita e hematita martítica confirma a necessidade da utilização de um separador magnético de média intensidade para evitar entupimentos das matrizes nos separadores magnéticos de alta intensidade.

A fração -31,5 +6,3mm denominado como granulado apresentou um teor elevado de SiO₂ devido à contaminação da fração fina no *oversize* do peneiramento, devido o peneiramento realizado ter sido a seco e com isso tendo uma baixa eficiência, apresentando 18,0% menor que 8,0mm no produto granulado, como a fração -0,15mm apresentou um teor médio de 22,97% SiO₂ a qualidade do granulado ficou comprometida, conforme mostrado na tabela 5.2.1, este produto pode ser melhorado trabalhando com peneiramento a úmido onde teremos uma melhor eficiência de peneiramento reduzindo a participação do material fino e pobre.

O *Sinter Feed* apresentou boa qualidade química e física atendendo as especificações do produto mesmo com peneiramento a seco, conforme apresentado na tabela 5.2.1.

Tabela 5.2.1 – Análise mineralógica e granulométrica da fração de -31,5 +6,3mm.

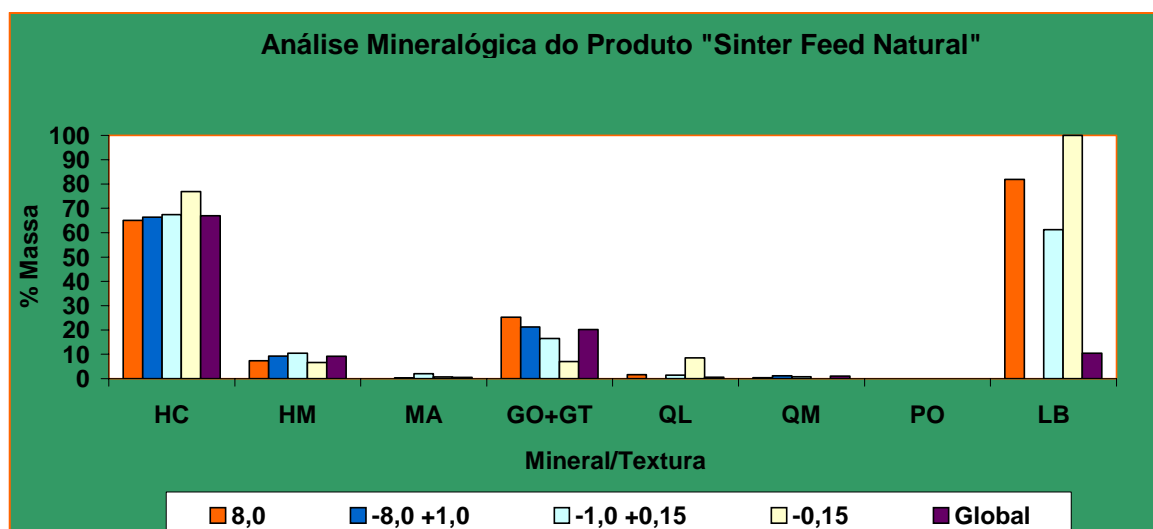


Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)									Dist.Granul.(%Ret. Simples)		
Fração (mm)	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado	
8,0	60,16	17,88	0,98	17,82	2,15	1,00	0,00	68,31			
-8,0 +1,0	53,82	6,06	3,56	28,58	5,19	0,95	0,00	83,25	9,58		
-1,0 +0,15	60,18	13,45	3,14	14,70	6,04	0,68	0,00	87,61	1,71		
-0,15	55,03	5,04	1,56	15,37	21,01	1,27	0,00	93,99	12,00		
Global	58,94	15,13	1,33	18,50	4,77	1,02	0,00	73,15	100,00	100,00	

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

Fração (mm)	% Ret. Simp.	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
+6,35	82,43	63,96	4,08	1,62	0,067	0,029	0,046	0,328	0,040	2,45
-6,35 +1,00	3,17	62,49	6,77	1,12	0,057	0,000	0,042	0,439	0,040	1,99
-1,00 +0,15	1,80	55,59	16,07	1,11	0,105	0,000	0,045	0,538	0,047	2,05
-0,15	12,60	50,23	22,97	1,89	0,126	0,019	0,049	0,541	0,066	2,17
Global Calc.	100,00	62,03	6,76	1,63	0,075	0,026	0,046	0,362	0,044	2,39
Global Anal.	--	61,88	6,25	1,59	0,090	0,030	0,050	0,310	0,040	2,52

Tabela 5.2.2 – Análise mineralógica e granulométrica da fração de *Sinter Feed* natural.



Fração (mm)	Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)								Dist.Granul.(%Ret. Simples)	
	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado
8,0	65,03	7,36	0,00	25,27	1,60	0,35	0,00	81,92	0,66	
-8,0 +1,0	66,39	9,21	0,27	21,18	0,00	1,08	0,00	0,00	86,42	
-1,0 +0,15	67,42	10,40	1,94	16,42	1,34	0,80	0,00	61,28	7,93	
-0,15	76,93	6,51	0,59	6,98	8,50	0,01	0,00	99,97	4,99	
Global	66,99	9,16	0,41	20,12	0,54	1,00	0,00	10,39	100,00	100,00

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

Fração (mm)	% Ret. Simp.	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
+6,35	4,87	64,09	4,96	0,85	0,028	0,018	0,051	0,048	0,026	2,01
-6,35 +1,00	84,80	64,45	3,46	0,88	0,727	0,033	0,049	0,197	0,041	2,17
-1,00 +0,15	7,34	64,01	4,98	0,81	0,213	0,022	0,044	0,308	0,046	1,72
-0,15	2,99	60,32	10,18	0,99	0,291	0,028	0,043	0,310	0,053	1,79
Global Calc.	100,00	64,28	3,84	0,87	0,642	0,031	0,049	0,201	0,041	2,12
Global Anal.	--	64,42	3,95	0,90	0,490	0,030	0,042	0,310	0,038	2,04

5.2.3. Testes com separação magnética piloto

Os testes de separação magnética foram realizados no concentrador magnético de alta intensidade Humbolt modelo SP40 em bateladas, não houve a possibilidade de avaliar a recirculação da carga circulante no circuito devido a configuração do mesmo. Isto foi simulado via *software Usimpac*.

As condições dos testes para o estágio *rougher* de separação magnética estão abaixo:

Taxa: 160kg/h

Abertura entre Placas (*Gap*): 3,8mm

%Sólidos em massa: 42%

Intensidade do campo magnético: 7600Gauss

Corrente: 3,2A

Pressão de água de médio: 1,0Kgf/cm²

As condições dos testes para o estágio *cleaner* de separação magnética estão abaixo:

Taxa: 90kg/h

Abertura entre Placas (*Gap*): 2,5mm

% de sólidos em massa: 38,5%

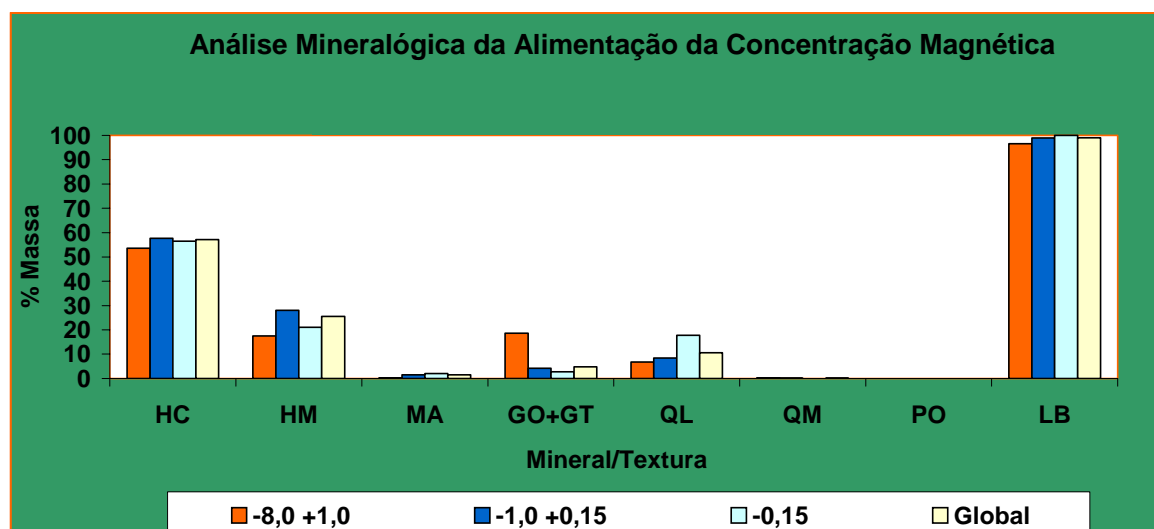
Intensidade do campo magnético: 9000Gauss

Corrente: 3,2A

Pressão água de médio: 2,0Kgf/cm²

As condições de trabalho apresentadas acima, foram as que apresentaram os melhores resultados nos testes realizados.

Tabela 5.2.3 – Análise mineralógica e granulométrica da fração de alimentação da separação magnética



Fração (mm)	Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)								Dist.Granul.(%Ret. Simples)	
	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado
8,0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0	
-8,0 +1,0	53,57	17,51	0,28	18,61	6,79	0,24	0,00	96,55	6,19	
-1,0 +0,15	57,68	28,04	1,55	4,26	8,32	0,08	0,00	98,97	68,64	
-0,15	56,41	20,98	1,95	2,73	17,76	0,00	0,00	100,00	25,17	
Global	57,11	25,61	1,57	4,76	10,60	0,07	0,00	99,08	100,00	100,00

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

Fração (mm)	% Ret. Simp.	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
+6,35	0,00	--	--	--	--	--	--	--	--	--
-6,35 +1,00	5,43	64,69	4,12	0,73	0,520	0,030	0,036	0,291	0,042	1,86
-1,00 +0,15	69,90	62,00	8,64	0,72	0,174	0,027	0,039	0,259	0,046	1,47
-0,15	24,67	54,15	19,37	1,09	0,171	0,034	0,041	0,287	0,059	1,45
Global Calc.	100,00	60,21	11,04	0,81	0,192	0,029	0,039	0,268	0,049	1,49
Global Anal.	--	60,12	10,96	0,76	0,190	0,020	0,035	0,270	0,044	0,00

A amostra da alimentação da concentração magnética conforme mostrado na tabela 5.2.3, apresentou uma ótima condição para o processo de concentração magnética de alta intensidade, pois há uma baixa concentração de magnetita na alimentação, estando dentro dos limites de trabalho para este tipo de processo, além de conter um pouco de material fino que ajuda na dinâmica de transporte da polpa e na viscosidade da mesma para o processo de concentração magnética.

Para a fração $-1+0,15\text{mm}$, a melhor rota de processo envolveu duplo estágio de Jones, onde foram realizadas testes de concentração magnética de alta intensidade, com variação do *GAP*, campo e água de médio nos estágios *rougher* e *cleaner*. As tabelas 5.2.4 e 5.2.5 mostram os melhores resultados tanto para a etapa *rougher* quanto para a *cleaner*.

Tabela 5.2.4 – Resultados com o teste de separação magnética estágio *rougher* da fração $-1,0 +0,15\text{mm}$.

Teste estágio "Rougher"

Teste 09 - Jones P40									
Dados Operacionais					Química Global				
FLUXO	Recup. Massa (%)		Sólidos %	Taxa kg/h	Fe %	SiO ₂ %	P %	Al ₂ O ₃ %	Mn %
	Teste	Global							
AL Calculada	100,00	100,00	41,65	161,90	60,19	11,25	0,035	0,70	0,260
AL Analisada	100,00	100,00	41,65	163,02	60,80	10,92	0,033	0,67	0,246
Concentrado	60,94	60,94	25,14	98,66	66,57	2,90	0,029	0,42	0,163
Médio	29,00	29,00	13,18	46,95	57,73	14,63	0,041	0,90	0,322
Rejeito	10,06	10,06	8,85	16,28	28,63	52,11	0,052	1,79	0,670

Tabela 5.2.5 – Resultados com o teste de separação magnética estágio *cleaner* da fração $-1,0 +0,15\text{mm}$.

Teste estágio "Cleaner"

Teste 07 - Jones P40									
Dados Operacionais					Química Global				
FLUXO	Recup. Massa (%)		Sólidos %	Taxa kg/h	Fe %	SiO ₂ %	P %	Al ₂ O ₃ %	Mn %
	Teste	Global							
AL Calculada	100,00	29,00	38,50	87,87	56,32	15,44	0,040	0,93	0,342
AL Analisada	100,00	29,00	38,50	98,62	57,03	14,51	0,039	0,94	0,325
Concentrado	54,70	15,86	16,82	48,07	65,84	2,98	0,031	0,50	0,194
Médio	33,31	9,66	9,83	29,27	52,65	20,07	0,049	1,27	0,455
Rejeito	11,98	3,48	8,35	10,53	23,04	59,42	0,053	1,98	0,706

Os testes foram realizados em bateladas para simulação dos estágios, onde a alimentação de cada estágio foi condicionada para a realização dos testes. O estágio

rougher teve um bom desempenho com relação a recuperação em massa por estar trabalhando com uma intensidade magnética entorno de 7500Gauss e com pouca presença do mineral magnetita na alimentação, mas teve um teor de ferro no rejeito um pouco elevado devido o teor de alimentação do estágio estar mais rico que o esperado que era entorno de 15,00% de SiO₂ tendo beneficiado com isto a recuperação em massa do estágio, conforme mostrado na tabela 5.2.4. Como a porcentagem de sólidos ficou entorno de 42,0% pode-se trabalhar com esta variável para se obter uma melhor eficiência no processo, uma das opções é reduzir a porcentagem de sólidos para melhorar a capacidade de coleta das partículas de hematitas pelas matrizes do separador magnético, tendo como ponto negativo a limitação da capacidade do separador por aumentar a vazão de polpa de alimentação causando a necessidade do aumento do número de separadores magnéticos.

Se utilizarmos um *GAP* de 2,5mm no estágio *rougher* causará problemas de entupimento das matrizes, devido o aumento da intensidade do campo magnético que aprisiona as partículas de magnetita e hematita martítica que não conseguem se desprender das matrizes quando passam nos *sprays* de concentrado, por estarem ainda imantadas, assim não é possível aumentar o campo magnético da separação magnética para reduzir o teor de ferro no rejeito.

Outra variável importante é a taxa de alimentação do separador magnético, os resultados apresentados foram os do melhor teste, que nos deu condições de atingir a melhor capacidade do equipamento com a melhor recuperação metalúrgica sem interferir na qualidade do concentrado, pois taxas mais elevadas pioram a qualidade do produto e aumentam o teor de ferro no rejeito reduzindo a eficiência do processo e taxas mais baixas, perde-se capacidade do equipamento sem haver uma melhora substancial na qualidade do produto.

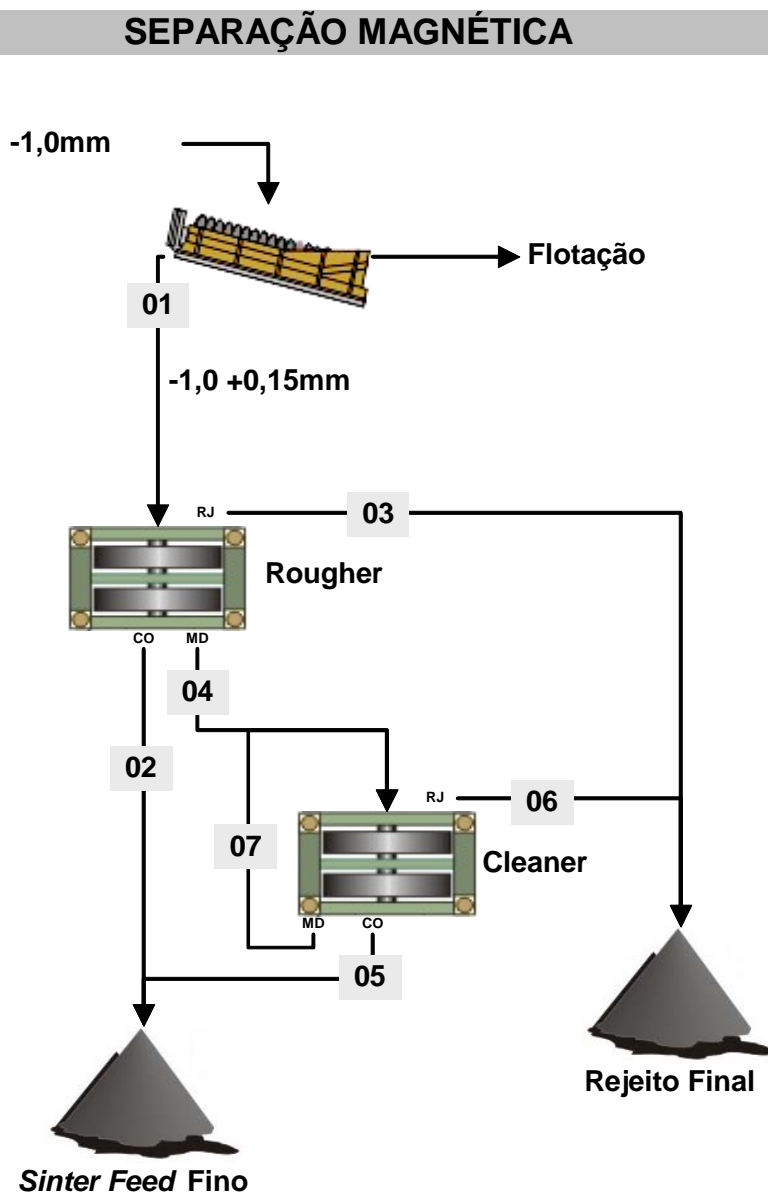
O estágio *cleaner* obteve um resultado menor de recuperação em massa devido o material estar mais pobre na alimentação do mesmo, por se tratar do médio de um estágio anterior de concentração magnética o material também deve ter ficado mais bitolado, onde se obteve um bom resultado no teor de ferro no rejeito entorno de 23,00%, conforme mostrado na tabela 5.2.5. O médio do estágio *cleaner* não foi

recirculado nos testes, mas como possui características químicas compatíveis com a alimentação do estágio *cleaner* o mesmo foi simulado recirculando para o fechamento do balanço de massas. Se utilizarmos um *GAP* de 3,8mm no estágio *cleaner*, isto fará com que o teor de ferro no rejeito final não atenda as especificações, enriquecendo demasiadamente o médio causando um aumento expressivo na carga circulante do circuito, reduzindo com isto a recuperação metalúrgica do circuito e levando a necessidade de um número maior de equipamentos para o sistema.

Os produtos dos dois estágios de concentração magnética ficaram com suas características físico-químicas próximos podendo ser blendado para a etapa de desaguamento além de mostrar que o circuito atendeu as especificações definidas.

Os testes de separação magnética apresentaram bons resultados, atingindo as especificações do produto desejada que era teor de SiO_2 igual a 2,90%. Os dados amostrados ficaram muito próximos dos dados fechados via *Software Usimpac*. O circuito apresentou uma recuperação de 77,42% bem próximo do esperado na caracterização mineralógica que era entre de 65,00% e 75,00%, conforme apresentado na tabela 5.2.6.

Tabela 5.2.6 – Balanço de massas dos testes de separação magnética da fração -1,0 +0,15mm.



Fluxo	Recuperação em massa		Fe(%)		SiO ₂ (%)		P(%)		Al ₂ O ₃ (%)	
	amostrado	balanço	amostrado	balanço	amostrado	balanço	amostrado	balanço	amostrado	balanço
1	100,00	100,00	60,19	60,11	11,25	11,28	0,035	0,035	0,700	0,708
2	60,94	60,66	66,57	66,63	2,90	2,90	0,029	0,029	0,420	0,418
3	10,06	9,93	28,63	28,65	52,11	52,12	0,052	0,052	1,790	1,769
4	29,00	29,41	57,73	57,29	14,63	14,79	0,041	0,040	0,900	0,947
5	15,86	16,76	65,84	66,63	2,98	2,97	0,031	0,032	0,500	0,481
6	3,48	3,40	23,04	23,07	59,42	59,06	0,053	0,053	1,980	2,077
7	9,66	9,25	52,65	52,96	20,07	19,93	0,049	0,050	1,270	1,378

Fluxo	Recup.	Fe	SiO ₂	P	Al ₂ O ₃
	massa (%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Concentrado Final	77,42	66,63	2,91	0,030	0,43
Rejeito Final	13,33	27,22	53,89	0,053	1,85
Carga Circulante	9,25	52,96	19,93	0,050	1,38

Com o aumento da taxa de alimentação, aumenta o teor de SiO₂ no concentrado e o teor de ferro no rejeito nos dois estágios de concentração magnética.

5.2.4. *Teste de flotação piloto*

Os teste de flotação foram realizados em máquinas de flotação convencional *Wemco* auto-aerada (ar aspirado), com o tempo de residência de 5,19 minutos no estágio *rougher*, 6,78 minutos no estágio *cleaner/recleaner* e 16,44 minutos no estágio *scavenger*. O circuito trabalhou em processo contínuo procurando ajustar a qualidade do produto em 2,00% SiO₂ conforme especificação e produzir 20t de *Pellet Feed* para testes de moagem e pelotização do material em uma etapa posterior que não será tratado neste trabalho. Para se chegar nas regulagens para se trabalhar continuamente para a produção das 20t de *Pellet Feed*, foram realizados vários testes preliminares de calibração para ajuste de dosagem de reagentes, tempos de residência, pH de trabalho, percentagem de sólidos da alimentação no circuito tomando como base os testes em bancada.

O tempo de residência da flotação foi calculado, utilizando o volume útil da célula e a vazão de polpa de alimentação do estágio de referência conforme apresentado abaixo.

$$\text{Tempo de residência (minutos)} = \frac{\text{volume útil da célula (litros)}}{\text{Vazão de polpa (l/h)}} \times 60$$

Vazão de polpa (l/h)

A flotação teve um consumo de reagente depressor (fécula de mandioca) de 426,86g/t de alimentação, que foi utilizada por ser o reagente disponível em maior quantidade e que apresentou um resultado próximo ao obtido pela maizena de milho. A dosagem de amina foi de 74,95g/t alimentada, sendo utilizada a amina EDA-3B da *Clariant* que é o reagente utilizado nas plantas de flotação atual da Vale.

Os valores de pH de trabalho foram os seguintes:

- Estágio *rougher*: 10,70;
- Estágio *cleaner*: 10,50;
- Estágio *scavenger*: 11,20.

O pH do estágio scavenger ficou acima dos demais devido a utilização de dosagem estagiada, com o intuito de se obter uma maior recuperação metalúrgica do circuito.

A alimentação da deslamagem apresentou uma concentração dos contaminantes na fração -0,037mm, indicando uma boa condição para a deslamagem ter uma eficiência satisfatória, conforme mostrado na tabela 5.2.7. Mas como a maior massa do material está concentrada nesta fração a deslamagem deve ser bem dimensionada para não haver perdas de recuperação metalúrgica por arraste de ferro fino para o *overflow* da mesma.

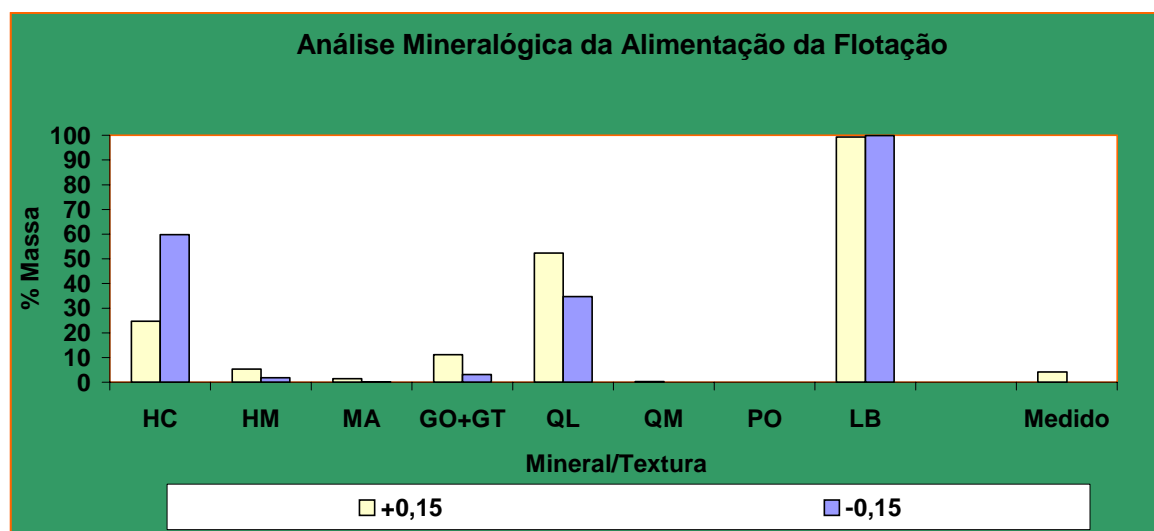
Tabela 5.2.7 – Análise granuloquímica da fração de alimentação da deslamagem da fração -0,15mm – *overflow* do classificador espiral.

Malha (mm)	% Ret. Simp.	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
0,150	2,66	27,18	56,84	1,17	0,390	0,050	0,037	0,343	0,035	2,43
0,105	4,70	24,79	62,00	0,52	0,450	0,040	0,028	0,142	0,027	1,16
0,075	7,43	24,00	63,60	0,38	0,480	0,030	0,020	0,108	0,026	1,06
0,053	8,16	25,46	61,50	0,33	0,380	0,030	0,014	0,095	0,028	0,79
0,044	6,27	30,10	55,40	0,34	0,310	0,030	0,021	0,092	0,034	0,83
0,037	7,25	37,26	45,45	0,37	0,250	0,030	0,021	0,099	0,043	0,72
Fundo	63,53	58,51	10,73	2,59	0,100	0,050	0,066	0,589	0,089	2,25
Calculada	100,00	47,51	27,76	1,80	0,199	0,044	0,050	0,419	0,068	1,80
Analisada	--	46,93	27,93	1,70	0,190	0,020	0,043	0,418	0,057	

A deslamagem obteve uma boa eficiência conforme mostrado na tabela 5.2.8, pois houve a retirada dos contaminantes sem uma grande perda da fração -0,037mm, sendo que a qualidade da alimentação ficou muito boa para o processo de flotação. A mesma se apresentou com pouca participação de material +0,15mm ficando com menos de 5,0%, condição esta muito boa para a flotação considerando os circuitos de flotação hoje existentes no Brasil e que apresentam baixa eficiência na retirada de material acima de 0,15mm. Há uma preocupação para se obter a qualidade do produto final, por ter uma grande concentração de quartzo na fração +0,15mm que pode impactar na

eficiência de flotação, pois para se conseguir o teor de concentrado final pelo menos a metade do quartzo grosso deverá ser flotado.

Tabela 5.2.8 – Análise mineralógica e granulométrica da alimentação da flotação.



Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)									Dist.Granul.(%Ret. Simples)					
Fração (mm)	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado				
+0,15	24,80	5,35	1,43	11,18	52,33	0,33	0,00	99,35				4,14		
-0,15	59,82	1,90	0,13	3,11	34,68	0,03	0,00	99,95				95,86		
Global	58,37	2,04	0,18	3,44	35,41	0,04	0,00	99,93	100,00					

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

Malha (mm)	% Ret. Simp.	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
0,210	1,48	24,60	58,60	1,57	0,330	0,120	0,046	0,355	0,058	3,15
0,150	3,53	26,50	58,80	0,73	0,300	0,090	0,029	0,180	0,062	1,42
0,105	8,10	26,20	59,74	0,45	0,410	0,080	0,020	0,109	0,018	1,05
0,075	11,38	26,30	60,01	0,35	0,430	0,080	0,017	0,083	0,012	0,90
0,053	11,51	28,08	57,65	0,32	0,370	0,080	0,016	0,075	0,019	0,76
0,044	8,04	34,41	49,15	0,34	0,260	0,060	0,016	0,077	0,026	0,71
0,037	9,34	41,86	38,15	0,38	0,200	0,060	0,018	0,085	0,038	0,67
Fundo	46,62	62,94	8,14	0,48	0,070	0,030	0,020	0,145	0,072	0,70
Calculada	100,00	45,67	32,56	0,45	0,212	0,054	0,019	0,120	0,047	0,82
Analisada	--	46,52	31,90	0,42	0,220	0,020	0,025	0,122	0,050	0,82

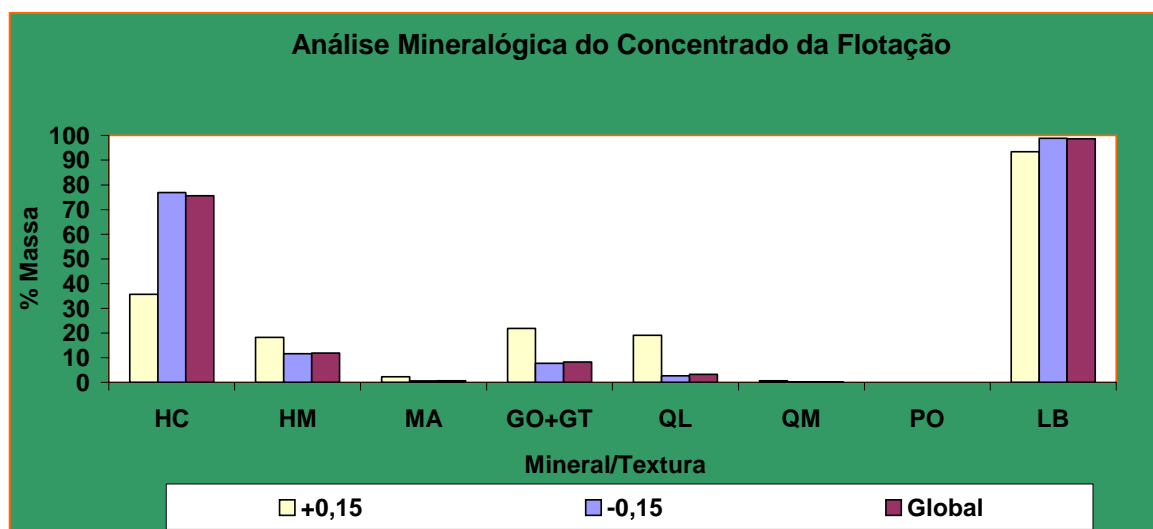
Conforme mostrado na tabela 5.2.9, o circuito de flotação escolhido foi eficiente, atingindo a especificação do produto tendo uma boa recuperação em massa entorno de 55,0% com um teor de ferro no rejeito na casa de 19,0%, conforme mostrado nas tabelas 5.2.10, 5.2.11 e 5.2.12, o quartzo menor que 0,15mm foi quase todo flotado, também houve a flotação de mais de 50% do quartzo maior que 0,15mm, mostrando que

o material estava liberado e que o circuito foi capaz de flotar esta fração que é preocupante, devido sua baixa capacidade de coleta e de transporte pelo processo de flotação de minério de ferro. O quartzo misto presente na alimentação da flotação não foi flotado como previsto, saindo no concentrado, mas não influi na obtenção da qualidade do produto final, conforme mostrado pela tabela 5.2.9.

Uma alternativa para se retirar o material da fração acima de 0,15mm da alimentação ou do concentrado é utilizar peneiramento de alta frequência e com isso eliminar o material prejudicial a flotação que contribuiu significativamente para prejudicar a qualidade química do *Pellet Feed*. Esta fração significa entorno de 5,0% na alimentação da flotação e 3,0% no concentrado final com teor elevado de contaminantes, a retirada deste material antes da etapa de flotação irá proporcionar uma melhor eficiência do circuito. O material acima de 0,15mm pode ser direcionado para o processo de concentração da fração -1,0 +0,15mm ou descartado dependendo da qualidade do material. Pode-se também utilizar o peneiramento após a etapa de concentração da fração de -0,15mm, para minimizar o valor de investimento no processo de peneiramento devido a taxa ser menor, a aplicação antes ou depois da flotação deve ser avaliada cuidadosamente levando em conta os parâmetros citados acima.

É importante salientar que as diferenças apresentadas na qualidade química, na análise mineralógica comparado com a análise química, se deve pelo fato dos métodos serem diferentes de análise. A análise mineralógica utiliza-se do microscópio óptico para a leitura de um campo da amostra em uma pastilha, onde é feita a contagem dos grãos dos minerais e através da proporção desta contagem dos minerais se faz a transformação para o teor químico da amostra e a análise química foi feita pelo método de raios-X, onde se funde ou prensa a amostra e assim é feita a leitura da pastilha obtendo a análise química da amostra por comparação a curvas de análise pré-calibrado para o minério de ferro. Desta forma em alguns casos a análise apresenta diferenças sensíveis, devendo ser considerado a análise química correta a feita pelo método de raios-X.

Tabela 5.2.9 – Análise mineralógica e granulométrica do concentrado final da flotação.



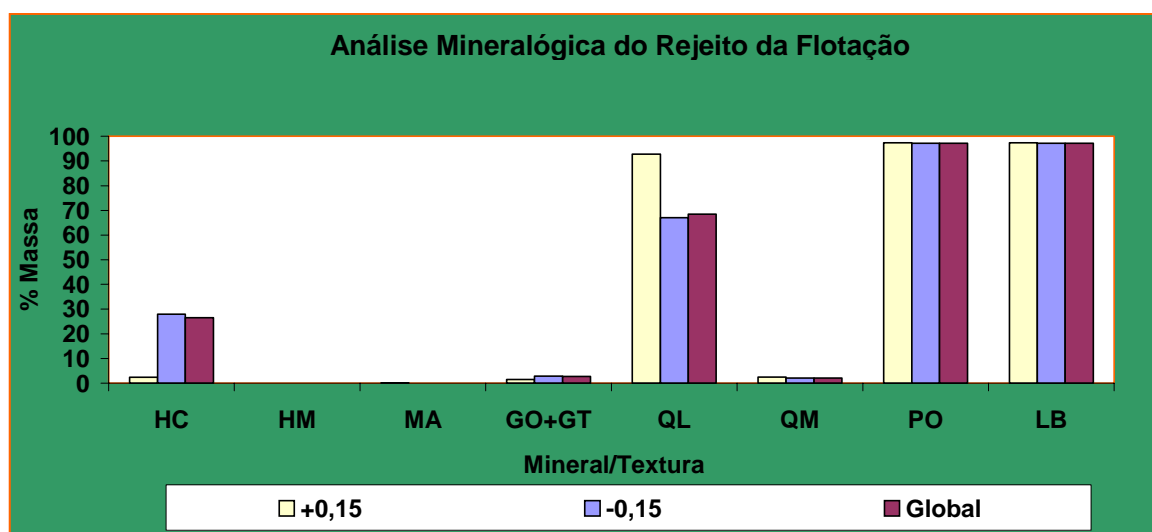
Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)									Dist.Granul.(%Ret. Simples)	
Fração (mm)	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado
+0,15	35,60	18,22	2,31	21,90	19,07	0,67	0,00	93,50	3,34	
-0,15	76,94	11,64	0,58	7,75	2,71	0,08	0,00	98,93	96,66	
Global	75,56	11,86	0,64	8,22	3,26	0,10	0,00	98,75	100,00	

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

Malha (mm)	% Ret. Simp.	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
0,210	1,17	39,40	34,35	2,57	0,650	0,090	0,081	0,742	0,058	5,05
0,150	1,93	57,92	10,02	1,82	0,760	0,060	0,073	0,517	0,072	3,65
0,105	4,06	62,04	5,74	0,93	1,140	0,040	0,050	0,276	0,059	2,97
0,075	5,82	63,16	5,20	0,64	1,220	0,030	0,051	0,197	0,060	2,42
0,053	6,35	64,08	4,73	0,52	1,000	0,030	0,036	0,167	0,062	2,06
0,044	6,05	65,72	3,58	0,42	0,640	0,030	0,026	0,138	0,066	1,48
0,037	9,65	67,16	2,05	0,35	0,390	0,020	0,022	0,118	0,066	1,15
Fundo	64,97	68,92	0,55	0,26	0,080	0,010	0,018	0,122	0,071	0,65
Calculada	100,00	67,08	2,20	0,40	0,331	0,018	0,025	0,151	0,068	1,14
Analisada	--	66,34	2,08	0,42	0,350	0,020	0,027	0,172	0,070	

O rejeito da flotação está composto por quartzo livre em todas as frações (entorno de 68,0%) apresentando uma boa flotabilidade, também é composto por hematita compacta fina em menor concentração (aproximadamente 26,0%), conforme tabela 5.2.10.

Tabela 5.2.10 – Análise mineralógica e granulométrica do rejeito final da flotação.



Análise Mineralógica Quantitativa (%Massa)									Dist.Granul.(%Ret. Simples)		
Fração (mm)	HC	HM	MA	GO+GT	QL	QM	PO	LB	Medido	Ajustado	
+0,15	2,33	0,00	0,12	1,56	92,78	2,49	97,38	97,38			
-0,15	27,90	0,00	0,00	2,83	67,01	2,14	97,20	97,20	94,39		
Global	26,47	0,00	0,01	2,76	68,47	2,16	97,22	97,22	100,00		

Legenda:
 HC = Hematitas Compactas (HE, HL, HG, HS) GT = Goethita terrosa LB = Liberação de Quartzo
 HM = Hematita martítica QL = Quartzo livre
 MA = Magnetita QM = Quartzo misto
 GO = Goethita PO = Porosidade

Malha (mm)	% Ret. Simp.	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	Mn	TiO ₂	PPC
0,210	1,03	3,12	95,00	0,16	0,040	0,030	0,010	0,031	0,004	0,35
0,150	4,60	1,40	98,00	0,09	0,030	0,020	0,008	0,012	0,002	0,00
0,105	12,24	1,34	97,89	0,09	0,030	0,020	0,008	0,008	0,003	-0,01
0,075	17,39	2,06	96,89	0,10	0,040	0,030	0,015	0,009	0,003	0,08
0,053	16,63	3,15	95,00	0,14	0,040	0,020	0,010	0,011	0,005	0,10
0,044	9,95	5,55	92,00	0,22	0,040	0,020	0,012	0,015	0,008	0,17
0,037	8,96	10,22	84,75	0,36	0,050	0,020	0,014	0,022	0,015	0,13
Fundo	29,20	51,46	24,28	0,81	0,030	0,020	0,016	0,096	0,070	0,64
Calculada	100,00	17,64	73,95	0,35	0,036	0,022	0,013	0,037	0,024	0,25
Analisada	--	17,77	73,49	0,41	0,050		0,013	0,217	0,037	

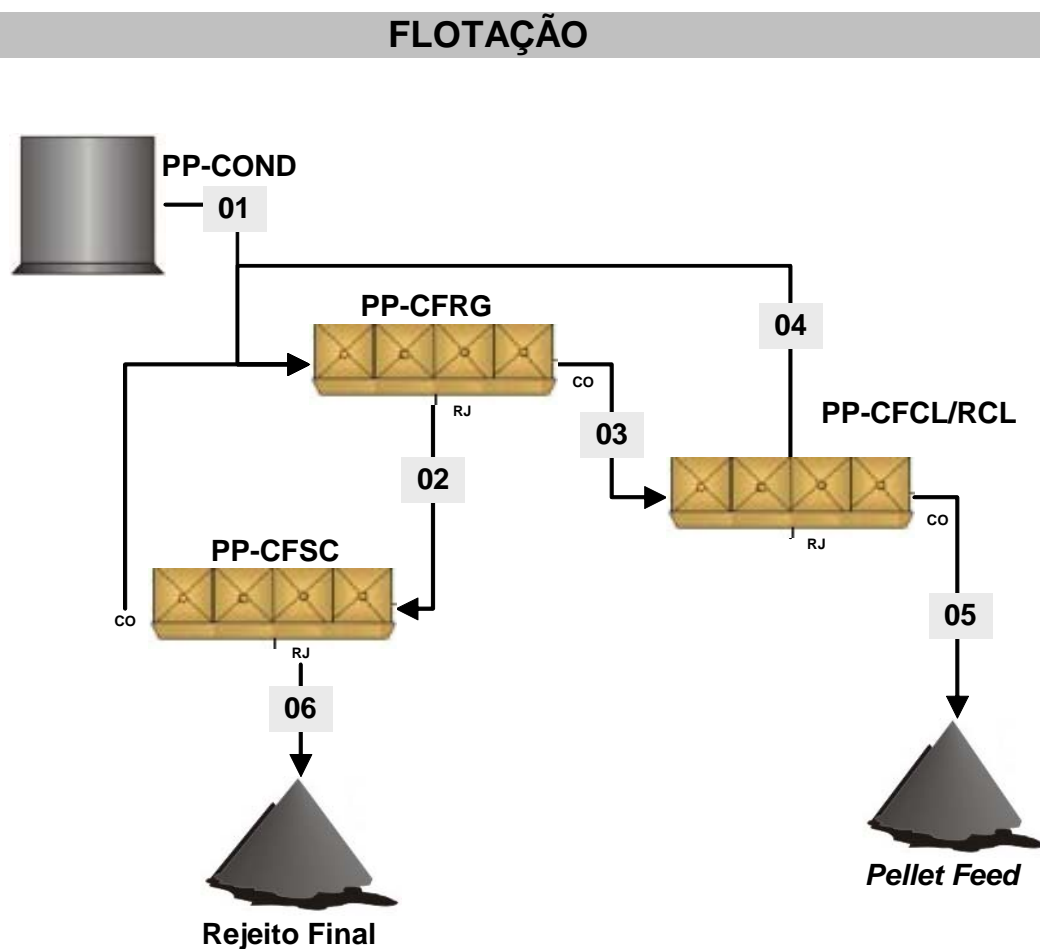
Para um melhor entendimento do balanço de massas, os fluxos foram definidos da seguinte forma: as duas primeiras letras representam o local onde ocorreu os testes (ex.: PP – planta piloto), as quatro letras seguintes representam o equipamento e o estágio do circuito que o fluxo está (ex.: CFRG representa célula de flotação estágio rougher) e a última letra representa o produto do estágio (ex.: D representa alimentação nova o A representa alimentação o C representa concentrado e o R representa rejeito).

O circuito adotado para o teste de flotação ainda não é o circuito otimizado se considerada a opção de flotação por células mecânicas, sendo necessários testes adicionais avaliando colunas de flotação.

Se observados os fluxos do circuito de flotação, o rejeito recirculado, rejeito *cleaner*, apresentou-se mais pobre que a alimentação nova, não sendo a melhor opção, conforme mostrado na tabela 5.2.11.

Como o concentrado do estágio *scavenger*, recirculado, apresentou-se bem mais pobre que a alimentação nova do estágio *rougher* há a necessidade de aumento do tempo de residência do estágio *scavenger* para produção de uma carga circulante com teor compatível com a alimentação nova do circuito, garantindo o teor de ferro apresentado, no rejeito final.

Tabela 5.2.11 – Balanço de massas do circuito de flotação



Balanço de massas teste piloto flotação						
Fluxo	Ponto	Massa (t/h)	Massa (%)	% sólidos em massa	Fe (%)	SiO ₂ (%)
PP-COND-D	1	2,872	100,00	45,96	45,53	33,21
PP-CFRG-A	1 + 4 + 7	3,424	119,21	43,98	44,69	34,45
PP-CFRG-R	2	1,328	46,23	57,34	19,38	71,05
PP-CFRG-C	3	2,096	72,98	37,07	60,73	11,26
PP-CFCL/RCL-R	4	0,513	17,87	32,95	41,24	39,58
PP-CFCL/RCL-C	5	1,583	55,11	38,40	67,05	2,08
PP-CFSC-A	2	1,328	46,23	57,34	19,38	71,05
PP-CFSC-R	6	1,289	44,89	56,73	19,12	71,42
PP-CFSC-C	7	0,038	1,34	43,66	27,98	58,45

Tabela 5.2.12 – Resumo do balanço de massas do circuito de flotação

<i>Fluxo</i>	<i>Massa (%)</i>	<i>%Fe</i>	<i>%SiO₂</i>	<i>%Al₂O₃</i>	<i>%P</i>	<i>%Mn</i>
<i>Alim. Flot.</i>	100,0	45,68	32,93	0,43	0,020	0,123
<i>Conc. Cleaner</i>	55,11	67,30	2,08	0,43	0,026	0,176
<i>Rejeito Scavenger</i>	44,89	19,13	70,79	0,43	0,013	0,058
<i>Recuperação em Massa na Flotação (%)</i>			55,11			
<i>Recuperação Metálica na Flotação (%)</i>			81,20			
<i>Índice de Seletividade de Gaudin na Flotação</i>			10,94			

Quanto à dosagem de coletor, a otimização do circuito só tenderá a reduzir massa de quarto em recirculação, com possibilidade de redução de consumo.

Quanto à dosagem de depressor, haverá a necessidade de um grande controle para a otimização de seu consumo buscando a maior recuperação metalúrgica possível, em função das partículas de minerais de ferro serem muito finas.

O pH de trabalho foi definido em testes em bancada, buscando sua otimização, sendo o mesmo o melhor pH encontrado nos testes em bancada utilizada na escala piloto que foi o de 10,5.

Tabela 5.2.13 – Balanço de massas do circuito global com a nova rota de processo

Fluxo	Partição	%Fe	%SiO ₂	%Al ₂ O ₃	%P	%Mn
ROM	100	54,45	17,52	1,45	0,044	0,326
Granulado + Hematitinha (Peneiramento Seco)	15,67	61,98	6,25	1,59	0,052	0,318
Granulado + Hematitinha (Peneiramento Úmido) (simulação)	11,21	63,41	4,84	1,62	0,046	
Fração -6,35+1,0mm (Sinter Feed Natural)	19,64	64,74	3,90	0,76	0,034	0,021
Fração -1,0mm (Alimentação Classificação)	64,68	49,50	24,39	1,62	0,045	0,420
Fração -1,0 +0,15mm (Alim. Sep. Magnética)	13,00	60,28	10,95	0,75	0,036	0,273
Concentrado Separação Magnética	10,06	66,63	2,91	0,43	0,030	
Rejeito Separação Magnética	2,94	27,22	53,89	1,85	0,053	
Fração -0,15mm (Alim. Deslamagem)	51,68	46,78	27,78	1,84	0,047	0,457
Lama	12,02	50,43	10,79	6,49	0,134	1,558
Alimentação Flotação	39,66	45,68	32,93	0,43	0,020	0,123
Concentrado Flotação	21,85	67,30	2,08	0,43	0,026	0,176
Rejeito Flotação	17,80	19,13	70,79	0,43	0,013	0,058

6. CONCLUSÕES

O circuito atual da usina de Fábrica é competente para a geração dos produtos Granulado, Hematitinha e *Sinter Feed*, sem a necessidade de mudança do processo. Para a produção do *Pellet Feed*, como o *run of mine* estudado nesta fração ficou muito pobre o circuito atual de duplo estágio de Jones não atingirá a especificação que era de 2,7% SiO₂ o circuito produziu com o novo *run of mine* 3,2% SiO₂. Desta forma foi necessário estudar uma rota de processo para a produção do *Pellet Feed* com a maior recuperação metalúrgica possível e objetivando um teor de concentrado de 2,70 SiO₂.

A caracterização mineralógica deu o suporte para a realização da caracterização tecnológica que obteve um circuito conjugado de separação magnética e flotação, onde o mesmo produziu um concentrado (*Pellet Feed*) de 2,34% de SiO₂ com uma recuperação em massa global de 31,91% com um *run of mine* em média de 54,8% de ferro e um teor de 31,34% de Fé no rejeito global, sendo que o circuito atual trabalha com um *run of mine* mais rico em média 56,0% de ferro e com um teor de rejeito de 35,0% de ferro com um concentrado (*Pellet Feed*) de 3,0 de SiO₂.

O novo circuito obteve uma recuperação em massa de 67,22%, sendo que a qualidade química do granulado não atingiu as especificações, devido ter utilizado um peneiramento a seco, com a simulação de peneiramento a úmido a qualidade do granulado atende as especificações mas a recuperação em massa passa para 62,76%. A qualidade do *Pellet Feed* foi melhorada atingindo 2,34% de SiO₂. O teor de ferro no rejeito global ficou em 31,34%, obtendo uma recuperação metálica global de 81,71%, conforme apresentado da tabela 5.2.13.

A qualidade do granulado atenderá devido à utilização do mesmo para correção de outros produtos do grupo.

Com a recuperação de 67,22% para o circuito novo, quando comparado com a recuperação de 62,5% em média do circuito atual haverá um aumento da vida útil da reserva em 7,0% se considerarmos o mesmo volume produzido atualmente.

O circuito de tratamento de minério escolhido possibilitou a utilização de minerais mais pobres que eram considerados estéreis no processo atual, aumentando com isso a reserva da mina.

7. TRABALHOS FUTUROS

O circuito de peneiramento a úmido foi simulado, assim devem-se realizar testes piloto para identificar empiricamente a qualidade e partição do circuito, para ajustar o balanço do circuito e confirmar a qualidade dos produtos gerados nesta etapa do processo.

Como o circuito desenvolvido, ainda apresentou um teor alto de Fe no rejeito, para os padrões hoje praticados nas plantas de tratamento de minério de ferro, deve-se estudar um processo para a recuperação do Fe contido na lama e no rejeito da flotação.

O circuito de flotação desenvolvido deve ser otimizado, pois o estágio *cleaner* apresentou um rejeito muito pobre podendo aumentar o tempo de residência do estágio *rougher/cleaner* para se ajustar às características químicas da alimentação do circuito, tendo como efeito positivo a melhora da qualidade do produto final.

O estágio *scavenger* apresentou um teor de concentrado muito pobre incompatível com a alimentação do circuito, neste estágio deve-se aumentar o tempo de residência para melhorar a qualidade do concentrado além de se utilizar amido em sua alimentação para manter ou até reduzir o teor de Fe do rejeito final.

Há também uma modificação do circuito para se ajustar os teores das cargas circulantes e aumentar a recuperação metálica que é alimentar o rejeito *cleaner* no estágio *scavenger* junto com o rejeito *rougher* e ajustar o tempo de residência e dosagem de depressor para se obter uma redução do teor de Fe no rejeito.

8. BIBLIOGRAFIA

ARAUJO, A. C. (1988) *Pesquisa e Desenvolvimento em Flotação*, Curso de Métodos de Concentração de Minerais, Fundação Cristiano Ottoni, Belo Horizonte.

ARAÚJO, A. C., AMARANTE, S. C., SOUZA, C. C., SILVA, R. R. R. (2003) *Ore mineralogy and its relevance for selection of concentration methods in processing of Brazilian iron ores*, Mineral Processing and Extractive Metallurgy, v.112, p54-63.

ARAUJO, A. C., PERES, A. E. C. (1995) *Froth flotation: relevant facts and the Brazilian Case*, Rio de Janeiro, CETEM/CNPq.

CVRD.(1992) *Companhia Vale do Rio Doce: 50 Anos de História*, Rio de Janeiro, Companhia Vale do Rio Doce, 300p.

CVRD. (2004) *Companhia Vale do Rio Doce: 62 anos de História*, Rio de Janeiro, Companhia Vale do Rio Doce, 350p.

CVRD. (2005) *Descrição do processo de tratamento das Minas do Sistema Sul*, Relatório Interno Gerencial de Processo GAWAS.

DANA, J. D. (1984) *Manual de Mineralogia*, Livros, Técnicos e Científicos Editora S. A., 1ª Edição 9ª tiragem, Rio de Janeiro : Livros Tecnicos e Cientificos, 642 p.

DURANCE, M. V., GUILLANEU, J. C., VILLENEUVE, F. G., BROCHOT, S. (1994) *Usim Pac 2 For Windows: Advanced Simulation of Mineral Processes*, Balkema.

GUILLANEAU, J. C., DURANCE, M. V., VILLENEUVE, J. G. O. (1993) *Computer aided Optimization of Mineral Processing Plant: Usim Pac 2,0 for Windows: Advanced Technologies for Mineral Processes, three years of innovation*, Orléans.

HOUOT, R. (1983) *Beneficiation of iron ore by flotation: review of industrial and potential applications*, International Journal of Mineral Processing, v.10, p183-204.

IWASAKI, I. (1983) *Iron Ore Flotation, Theory and Practice*, Mining Engineering, p 622-631.

LEJA, J. (1982) *Surface Chemistry of Froth Flotation*, New York : Plenum Press, 758p.

MANTILLA, E. R., SILVA, F. T. (2007) *Sistema Especialista para Controle de Processo na Flotação Mecânica da Samarco Mineração S. A.*, In: 17º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-Primas, ABM, Salvador.

MARTINS, M. A. S. (1996) *Projeto Preliminar de Uma Usina de Beneficiamento Através da Tecnologia de Simulação de Processos Por Modelamento Matemático*, In: 6º Seminário Nacional Sobre Informática em Mineração: Pesquisa Lavra e Beneficiamento Mineral, IBRAM, Belo Horizonte.

MARTINS, M. A. S. (1997) *Simulação e Otimização de Processos Minerários no Brasil*. In: WORKSHOP “Mining Best Performance”, Instituto Brasileiro de Mineração – IBRAM, Belo Horizonte.

NAPIER-MUNN, T.J., LYNCH, A. J. (1993) *The Modeling and Computer Simulation of Mineral Treatment Process-Current Status and Future Trend*.

NEUMANN, R. (1999) *Caracterização tecnológica dos potenciais minérios de terras raras de Catalão I*, Tese de doutoramento, Igc/USP, Goais, 204 p.

OLIVIERA, P. S. (2006) *Rotas para Recuperação de Ferro Fino Contido no Underflow do Espessador de Lama da Usina de Conceição*, Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 130p.

PARKS, G. A. (1975) *Adsorption in the Marine Environment*, In: SKIRROW, G.; RILEY, J.P. editors, *Chemical Oceanography*, 2ª edição., New York, Academic Press, vol. 1, p241-308.

PERES, A. E. C. (2003) *Flotação: Disciplina "Flotação"*, Belo Horizonte, Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

QUEIROZ, L. A. (2003) *Emprego de Atrição na Deslamagem: Efeitos na Flotação Reversa de Minérios Itabiríticos*, Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, 176p.

RATTI, G. (2001) *Técnicas de Análise Química de Composto Inorgânico – III Curso de Caracterização Tecnológica de Matérias Primas Minerias*, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia de Minas, Laboratório de Caracterização Tecnológica.

REIS, O. B. (2004) *Estudos preliminares sobre reciclagem das aminas utilizadas em flotação de minério de ferro*, Ouro Preto, Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto.

SANT' AGOSTINHO, L. M.; KAHN, H. (1997) *Metodologia para Caracterização Tecnológica de Matérias Primas Minerias* – Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, BT/PMI/069 Departamento de Engenharia de Minas, São Paulo, 29p.

SANTOS, L. D.; BRANDÃO, P. R. G. (1999) *Aspectos Microestruturais de Finos de Minérios de Ferro: Estudo Visando Detectar Fases Portadoras de Alumínio*, II Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro: Caracterização, Beneficiamento e Aglomeração, ABM, Ouro Preto, MG, p.427 – 442.

SASTRY, K. V. S. (1990) *Principles and Methodology of Mineral Process Modeling*, Berkeley: University of California.

SCHNEIDER, C. L. (1995) *Measurement and calculation of liberation in continuous milling circuits*. Tese de Doutorado (PhD), Departamento de Engenharia Metalúrgica, Universidade de Utah, 356 p.

SILVA, R. V. G. (1999) *Efeito da Alumina na Flotação de um Minério Misto Hematítico e Itabirítico da Mina do Pico*, Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, MG.

SOUZA, E. S. (2005) *Rota de Processo para Aproveitamento de Rochas Itabiríticas Estéreis na Mina de Conceição*, Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, MG.

UNDERLBACH, K. H. (1990) *Magnetic separators mode of operation and applicability for the separation of materials*, KHD Humboldt Wedag.

WILLS, B. A. (1997) *Mineral processing technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery*, 6th edition, Oxford: Butterworth Heinemann.