

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Tese de Doutorado

Estudo do processo de calcinação como
operação unitária adicional na pelletização de
minérios de ferro com altos valores de PPC

Autor: Carlos Magno de Lima Leonel
Orientador: Prof. Antônio Eduardo Clark Peres

Junho/2011

Carlos Magno de Lima Leonel

Estudo do processo de calcinação como operação unitária adicional na pelotização de minérios de ferro com altos valores de PPC

Tese apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Minas.

Área de Concentração: Tecnologia Mineral.

Orientador: Prof. Antônio Eduardo Clark Peres.

Belo Horizonte
Universidade Federal de Minas Gerais
Escola de Engenharia
2011

Para Alice e Letícia.

AGRADECIMENTOS

O autor agradece a todas as pessoas e entidades que contribuíram para a realização deste trabalho, citando:

A SAMARCO Mineração S. A., pela oportunidade e apoio.

O prof. Antônio Eduardo Clark Peres, pela orientação, amizade e incentivo.

O analista Francisco Pellegrini e os engenheiros Adilson Jorge, Alexandro Uliana, Gil Vilela e Ricardo Vinícius, pela participação decisiva e apoio efetivo em todas as fases deste trabalho.

O engenheiro Thiago Guedes, pela participação decisiva e apoio efetivo nas etapas de pesquisa, análise de dados e emissão do trabalho.

As gerências de Engenharia de Processo e Automação da SAMARCO – unidades de Germano e Ubu, pelo apoio na realização de testes e análises.

ABSTRACT

The mineral resources from the Alegria complex, at the Mariana – Ouro Preto/MG region, where Samarco's deposits (Alegrias Norte, Centro and Sul) are located, present a significant parcel of composition related to low iron grade itabirites (below 50%) and high LOI contents (above 3.5%). The search for producing concentrates from these deposits using the current technology has been indicating yield losses in the beneficiation stage and strong productivity losses in the pelletizing process. Studies on alternative technologies and/or process routes, such as the use of calcining as a complementary unit operation to the pelletizing process, may render feasible the processing of materials with higher LOI contents and value to the business. The objective of this investigation was the study of the use of calcining prior to pelletizing iron ores presenting high LOI contents, aiming at the processing of part of the mineral resources presently classified as marginal ores or wastes. Different analytical techniques and technological essays, at laboratory and pilot scales, were applied to samples of these materials, addressing aspects such as reground concentrates filtration, characterization of low temperatures goethite de-hydroxylation and calcining impact on the productivity and product quality of the pelletizing process. Pelletizing pilot scale studies, with iron ore concentrates samples at LOI contents in the range between 3.83% and 4.45% present significant impacts on productivity and quality at different pelletizing process stages. Preliminary studies searching for adequating the pelletizing process by reducing the coal addition level and using a milder burning profile, indicated significantly improved results. Nevertheless, effects such as drop in the maximum temperature in the kiln lower layer and increase in the standard deviation of burned pellets compression were observed. These pellets phosphorus content did not meet the specifications. The pilot scale results of burning calcined high LOI content materials were worse, under all investigated conditions (burning profile, inputs addition levels, productivities), than those achieved with the low LOI content reference sample or non calcined high LOI content samples.

RESUMO

Os recursos minerais do Complexo Alegria, na região de Mariana – Ouro Preto/MG, onde estão localizadas as jazidas da Samarco Mineração S.A. (Alegrias Norte, Centro e Sul), tem parte significativa de sua composição relacionada a itabiritos pobres em Fe (abaixo de 50%) e com altos valores de PPC (acima de 3,5%). A busca por um maior aproveitamento desses materiais nos processos atuais tem indicado perdas de rendimento no beneficiamento e queda acentuada de produtividade na pelotização. Estudos de alternativas tecnológicas e/ou de rotas de processo, por exemplo, da utilização de calcinação como operação unitária complementar ao processo de pelotização tradicional, podem auxiliar na viabilização do processamento desses materiais com valores de PPC mais elevados e agregação de valor ao negócio. O objetivo deste trabalho foi estudar a utilização da calcinação como operação unitária complementar na pelotização de minérios de ferro de altos valores de PPC, visando viabilizar o aproveitamento de parte dos recursos minerais atualmente classificados como marginais e parte do estéril. Com amostras desses materiais e por meio de diferentes técnicas analíticas e de ensaios tecnológicos em escalas de bancada e piloto, foram abordados aspectos como filtragem de concentrados remóidos, caracterização da desidroxilação de goethita a baixas temperaturas e impacto da calcinação na produtividade e qualidade do processo de pelotização. Estudos em escala piloto de pelotização, com amostras de concentrado de minério de ferro com altos valores de PPC na faixa de 3,83 a 4,45%, apresentaram impactos negativos significativos na produtividade e qualidade, em diferentes etapas do processo de pelotização. Estudos preliminares de adequação do processo de pelotização, por meio de redução na dosagem de carvão e utilização de perfil de queima mais suave, indicaram melhoria significativa dos resultados. Contudo, foram verificadas queda na temperatura máxima da camada inferior no forno e elevação no desvio padrão da compressão das pelotas queimadas. O teor de P dessas amostras não atenderam as especificações. Os resultados de ensaios piloto de queima de materiais com alto valor de PPC calcinados se apresentaram piores, em todas as condições estudadas (perfis de queima, dosagem de insumos, produtividades), se comparados com aqueles de amostra referência de baixo valor de PPC ou amostras de alto PPC sem calcinação.

SUMÁRIO

ITEM	PÁGINA
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS E RELEVÂNCIA.....	2
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
3.1 Óxidos de Ferro	3
3.1.1 Estrutura cristalina	7
3.1.2 Substituição de Fe por outros cátions	9
3.1.3 Porosidade e área superficial específica	10
3.1.4 Química de superfície	11
3.1.5 Magnetismo.....	13
3.1.6 Transformações entre óxidos	15
3.1.6.1 Transformações térmicas e mecânicas.....	16
3.1.6.1.1 Calcinação de goethita	18
3.1.6.1.2 Goethita em processos de sinterização	26
3.1.6.1.3 Suscetibilidade magnética em processos de sinterização	29
3.2 Estudos para aproveitamento de recursos minerais com altos valores de PPC no Complexo Alegria	31
3.2.1 Tipologia dos minérios de ferro da Mina de Alegria.....	35
3.2.2 Beneficiamento de minérios com altos valores de PPC.....	39
3.2.2.1 Cominuição.....	40
3.2.2.2 Deslamagem e flotação	41
3.2.3 Pelotização	43
3.2.3.1 Separação sólido – líquido.....	43
3.2.3.2 Porosidade em concentrados.....	44
3.2.3.3 Pelotamento e queima	46
3.2.3.4 Calcinação de <i>pellet feed</i>	50
3.2.4 Estudos dos minérios da Samarco no processo de redução direta.....	52
4. METODOLOGIA.....	53
4.1 Conceito geral de abordagem do problema	53
4.2 Amostras utilizadas	56

4.2.1	Amostras para estudos de caracterização de condição padrão sem calcinação.....	56
4.2.1.1	Amostras 1 a 4: concentrado industrial de etapa intermediária de flotação.....	56
4.2.1.2	Amostras 5 a 8: concentrado industrial remoído final.....	57
4.2.1.3	Amostra 9: concentrado de bancada remoído final	57
4.2.1.4	Amostra 10: <i>pellet feed</i> industrial.....	58
4.2.2	Amostras para caracterização da condição de alto valor de PPC e com calcinação.....	58
4.2.2.1	Amostras 11 e 12: concentrado piloto remoído final.....	58
4.2.2.2	Amostra 13: concentrado piloto remoído final	63
4.3	Ensaio tecnológicos e analíticos	63
4.3.1	Ensaio tecnológicos	66
4.3.1.1	Separação sólido-líquido.....	66
4.3.1.1.1	Sedimentação em provetas.....	66
4.3.1.1.2	Filtragem – <i>leaf test</i>	66
4.3.1.1.3	Filtragem piloto a pressão.....	67
4.3.1.2	Calcinação piloto	68
4.3.1.2.1	Forno de rolos	68
4.3.1.2.2	Calcinador <i>flash</i>	71
4.3.1.3	Pelotização piloto.....	74
4.3.1.3.1	Pelotamento – pneu.....	74
4.3.1.3.2	Pelotamento – disco	76
4.3.1.3.3	Queima/endurecimento – <i>pot grate</i>	78
4.3.2	Ensaio analíticos.....	79
4.3.2.1	Análise granulométrica	79
4.3.2.1.1	Distribuição granulométrica em peneiras	79
4.3.2.1.2	Distribuição granulométrica em granulômetro a laser.....	79
4.3.2.2	Análises químicas	79
4.3.2.3	Densidade aparente	80
4.3.2.4	Termogravimetria	80
4.3.2.5	Características de superfície	82

4.3.2.5.1	Porosidade.....	82
4.3.2.5.2	Estado de dispersão.....	83
4.3.2.5.3	Carga de superfície	84
4.3.2.5.4	Absorção de água.....	86
4.3.2.6	Suscetibilidade magnética.....	87
4.3.2.7	Caracterização mineralógica.....	87
4.3.2.7.1	Microscopia óptica.....	87
4.3.2.7.2	Difratometria de raios-X.....	88
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	89
5.1	Estudo de amostras com altos valores de PPC em condições de pelotização padrão	89
5.1.1	Características gerais químicas, físicas e mineralógicas.....	89
5.1.2	Caracterização das etapas de pelotização – separação sólido/líquido, pelotamento e queima	93
5.1.2.1	Separação sólido/líquido.....	93
5.1.2.1.1	Ensaio de sedimentação em proveta.....	93
5.1.2.1.2	Ensaio de filtração – <i>leaf test</i>	94
5.1.2.2	Pelotamento e queima	95
5.1.2.2.1	Prensagem	97
5.1.2.2.2	Mistura e pelotamento	98
5.1.2.2.3	Queima.....	102
5.2	Estudo de amostras com altos valores de PPC com utilização de calcinação como etapa adicional na pelotização	113
5.2.1	Estudo da classificação granulométrica e do grau de calcinação recomendado	114
5.2.1.1	Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4	114
5.2.1.2	Concentrado industrial remóido final – amostras 5 a 8	128
5.2.1.3	Concentrado piloto remóido final – amostra 11	136
5.2.2	Filtração de concentrado de alto PPC e do produto fino de sua ciclonagem... ..	141
5.2.2.1	Filtração a vácuo.....	141

5.2.2.2	Filtragem à pressão	142
5.2.3	Calcinação piloto	146
5.2.3.1	Calcinador <i>flash</i>	146
5.2.4	Pelotamento de <i>pellet feed</i> calcinado	157
5.2.4.1	Porosidade em materiais calcinados	157
5.2.4.2	Carga de superfície em materiais calcinados	164
5.2.4.3	Grau de dispersão em materiais calcinados	172
5.2.4.4	Absorção de água em materiais calcinados	178
5.2.4.5	Testes exploratórios de pelletamento em pneu	180
5.2.5	Testes piloto de pelletamento em discos e queima em <i>pot grate</i>	184
5.2.6	Aplicação de metodologias analíticas alternativas	196
5.2.6.1	Suscetibilidade magnética	197
5.2.6.2	Análises de superfícies por imagem	200
6.	CONCLUSÕES.....	208
7.	CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS AO CONHECIMENTO	211
8.	RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS.....	212
9.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	213
10.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	214

LISTA DE FIGURAS

ITEM	PÁGINA
Figura 3.1 – Diagrama esquemático do mecanismo de transformação da goethita para hematita. Padrões analíticos identificados: cristal inicial da goethita (tipo 1), cristalito de hematita (tipo 2) e cristalitos geminados de hematita (tipo 3).....	22
Figura 3.2 – Resultados de ETA, DTA, TGA e superfície específica durante aquecimento de goethita.	24
Figura 3.3 – Curva de termogravimetria de amostra de goethita previamente tratada a 110°C para remoção de água de hidratação.	24
Figura 3.4 – Micrografias da transformação da goethita a diferentes temperaturas.....	25
Figura 3.5 – Diagrama esquemático do processo de sinterização proposto para adequação e maior incorporação na utilização de minérios com valores de PPC mais elevados.	29
Figura 3.6 – Forno de calcinação piloto – Samarco.	52
Figura 4.1 – Macro fluxo do processo produtivo e estimativa de parâmetros e desafios.	53
Figura 4.2 – Rota de aplicação da calcinação exclusiva nos finos.	55
Figura 4.3 – Diagrama ilustrativo dos materiais utilizados na composição das amostras 11 e 12 para ensaios piloto de beneficiamento e pelotização.	61
Figura 4.4 – Pilhas de frentes de lavra utilizadas na composição das amostras 11 e 12 de ROM e logística de transporte.	62
Figura 4.5 – Fluxograma padrão utilizado para a geração em planta piloto das amostras 11 e 12.....	63
Figura 4.6 – Diagrama esquemático dos ensaios tecnológicos de caracterização de condição padrão sem calcinação.....	64
Figura 4.7 – Diagrama esquemático dos ensaios tecnológicos de caracterização de condição com alto PPC e com calcinação.	65
Figura 4.8 – Forno de rolos – vista lateral do forno (deslocamento no sentido da direita para esquerda).	69
Figura 4.9 – Forno de rolos – vista frontal (saída da bandeja com o produto calcinado).	69

Figura 4.10 – Curva de calibração para o primeiro lote de amostras.	70
Figura 4.11 – Diagrama esquemático de circuito piloto de processamento <i>flash</i>	71
Figura 4.12 – Instalações do forno de queima (<i>pot grate</i>) – Planta piloto Samarco.	78
Figura 4.13 – Detalhes do tubo de sedimentação e montagem completa com agitador.	84
Figura 4.14 – Aparelho Zeta Meter 3.0+. Ilustração da montagem geral do sistema de medição.	85
Figura 4.15 – Aparelho Zeta Meter 3.0+. Ilustração de detalhe da tela de medição.	85
Figura 5.1 – Distribuições granulométricas obtidas em granulômetro a <i>laser</i> – amostras 10, 11 e 12.....	90
Figura 5.2 – Área superficial específica e peso específico das amostras 10, 11 e 12.....	91
Figura 5.3 – Fotomicrografias ilustrando algumas mineralogias típicas das amostras 10 (a), 11 (b) e 12 (c). HE-Hematita Especular, HP-Hematita Porosa, GB-Goethita Botrioidal e GT-Goethita Terrosa. Aumento 250X.	92
Figura 5.4 – Fluxograma esquemático de caracterização das amostras 10, 11 e 12 com as diferentes etapas do processo de pelotização.	96
Figura 5.5 – Resultados dos ensaios de pelotamento da etapa inicial – CPCU.....	101
Figura 5.6 – Resultados dos ensaios de pelotamento da etapa inicial – CPCS.....	101
Figura 5.7 – Resultados dos ensaios de pelotamento da etapa inicial – Resiliência.....	102
Figura 5.8 – Análises termogravimétricas (TGA) das amostras 10, 11 e 12.....	104
Figura 5.9 – Índices de compressão – etapa de queima confirmatória.	109
Figura 5.10 – Índices de tamboramento – etapa de queima confirmatória.....	110
Figura 5.11 – Razão entre distribuição acumulada direta de Fe e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.....	121
Figura 5.12 – Razão entre distribuição acumulada inversa de Fe e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.....	122
Figura 5.13 – Razão entre distribuição acumulada de Fe direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.	123
Figura 5.14 – Razão entre distribuição acumulada de SiO ₂ direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.	124

Figura 5.15 – Razão entre distribuição acumulada de Al_2O_3 direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.	125
Figura 5.16 – Razão entre distribuição acumulada de P direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.	126
Figura 5.17 – Razão entre distribuição acumulada de PPC direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.	127
Figura 5.18 – Razão entre distribuição acumulada de goethita direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.	128
Figura 5.19 – Razão entre distribuição acumulada de Fe direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remuído final – média das amostras 5 a 8.....	129
Figura 5.20 – Razão entre distribuição acumulada de SiO_2 direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remuído final – média das amostras 5 a 8.....	130
Figura 5.21 – Razão entre distribuição acumulada de Al_2O_3 direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remuído final – média das amostras 5 a 8.....	131
Figura 5.22 – Razão entre distribuição acumulada de P direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remuído final – média das amostras 5 a 8.....	132
Figura 5.23 – Razão entre distribuição acumulada de PPC direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial final remuído – média das amostras 5 a 8.....	133
Figura 5.24 – Razão entre distribuição acumulada de goethita direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial final remuído – média das amostras 5 a 8.....	134
Figura 5.25 – Razão entre a distribuição acumulada de P direta e inversa e a massa acumulada. Concentrado remuído final piloto – amostra 11.....	136
Figura 5.26 – Razão entre a distribuição acumulada de PPC direta e inversa e a massa acumulada. Concentrado remuído final piloto – amostra 11.....	137
Figura 5.27 – Termogravimetria (TGA e DTA) – amostra 11.	147
Figura 5.28 – Termogravimetria (TGA e DTA) – amostra 12.	148
Figura 5.29 – Termogravimetria (TGA e DTA) – amostras 11 e 12.	149

Figura 5.30 – Perfil de temperatura típico. Secagem das amostras estudadas em secador <i>flash</i>	152
Figura 5.31 – Perfil de temperaturas na operação do calcinador <i>flash</i> . Concentrado remoído final – amostra 11.	152
Figura 5.32 – Perfil de temperaturas na operação do calcinador <i>flash</i> . Concentrado remoído final – amostra 12.	153
Figura 5.33 – Perfil de temperaturas na operação do calcinador <i>flash</i> . Finos de ciclonagem – amostra 11.	153
Figura 5.34 – Valor de PPC (%) em função da temperatura na saída do calcinador – amostra 12.....	154
Figura 5.35 – Valor de PPC (%) em função da temperatura na saída do calcinador – amostra 11.....	154
Figura 5.36 – Valor de PPC (%) em função da temperatura na saída do calcinador – finos ciclados da amostra 11.....	155
Figura 5.37 – Volume de poros em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final tal qual – amostra 11.....	159
Figura 5.38 – Volume de poros em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final fração fina (<600#) – amostra 11.	159
Figura 5.39 – Diâmetro médio dos poros em função do grau de calcinação – amostra 11 concentrado remoído final tal qual e fração fina (<600#).	161
Figura 5.40 – Proporções de goethita e hematita em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final tal qual – amostra 11.....	162
Figura 5.41 – Proporções de goethita e hematita em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final fração fina (<600#) – amostra 11.....	163
Figura 5.42 – Potencial zeta para diferentes níveis de calcinação em função do pH. Finos de ciclonagem sem adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.....	167
Figura 5.43 – Potencial zeta em função do pH para os limites dos graus de calcinação estudados (não calcinado e calcinado para valor residual de PPC de 1,0%). Finos de ciclonagem sem adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.....	168

Figura 5.44 – Potencial zeta em função do pH. Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.....	169
Figura 5.45 – Diagrama de composições de espécies para a dissociação da cal em função do pH para concentração molar de 10^{-3} M.....	170
Figura 5.46 – Potencial zeta em função do pH. Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com cal – amostra 11.....	171
Figura 5.47 – Índices de dispersão em função do grau de calcinação para diferentes valores de pH. Concentrado tal qual – amostra 11.	174
Figura 5.48 – Índices de dispersão em função do grau de calcinação para diferentes valores de pH. Finos de ciclonagem – amostra 11.	175
Figura 5.49 – Índices de dispersão em função do pH para diferentes graus de calcinação. Concentrado tal qual – amostra 11.	176
Figura 5.50 – Índices de dispersão em função do pH para diferentes graus de calcinação. Finos de ciclonagem – amostra 11.....	176
Figura 5.51 – Efeito do pH na elevação do índice de dispersão das amostras calcinadas de concentrado e finos de ciclonagem. Incremento médio do índice de dispersão – amostra 11.....	177
Figura 5.52 – Caracterização da absorção de água em amostras de <i>pellet feed</i> sem e com calcinação.....	179
Figura 5.53 – Índices de compressão. Comparação entre amostras referência (não calcinadas) e amostras calcinadas – perfil térmico usina 3 da Samarco.....	189
Figura 5.54 – Índices de compressão. Comparação entre amostra referência (não calcinada) e amostra calcinada – perfil térmico usina 2 da Samarco.	192
Figura 5.55 – Índices de compressão. Comparação entre amostras referência (não calcinadas) e amostra da mistura grossos não calcinados e finos calcinados – perfil térmico usina 2 da Samarco.	194
Figura 5.56 – Índices de compressão. Comparação entre misturas com e sem açúcar. Amostra 11 (grossos não calcinados + finos calcinados) – perfil térmico usina 2 da Samarco.	195
Figura 5.57 – Resultados de FeO (%) e magnetita estimada (%) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação ($R^2=0,7275$).	198

Figura 5.58 – Resultados de FeO (%) e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação ($R^2=0,5461$).....	198
Figura 5.59 – Resultados de magnetita estimada(%) e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação ($R^2=0,5298$).....	199
Figura 5.60 – Resultados de magnetita estimada (%) e índice de tamboramento (%>6,3mm) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação.....	200
Figura 5.61 – Resultados de percentual da área superficial específica ocupada por vazios e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas selecionadas nos testes de calcinação.....	202
Figura 5.62 – Resultados de percentual da área superficial específica ocupada por vazios e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação com perfil térmico da usina 2 da Samarco.	203
Figura 5.63 – Resultados de percentual da área superficial específica ocupada por vazios e índice de tamboramento - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação com perfil térmico da usina 2 da Samarco.	204
Figura 5.64 – Imagem de pelota queimada – testes 93 e 95.	205
Figura 5.65 – Conjunto de imagens de pelotas queimadas – teste 93.	206
Figura 5.66 – Conjunto de imagens de pelotas queimadas – teste 95.	207

LISTA DE TABELAS

ITEM	PÁGINA
Tabela 3.1 – Propriedades gerais de óxidos de ferro.	8
Tabela 3.2 – Transformações entre óxidos de ferro.....	15
Tabela 3.3 – Condições de desidratação da goethita, perda em massa e grau de decomposição.....	23
Tabela 3.4 – Teores de Corte – Mina de Alegria Samarco.	32
Tabela 3.5 – Formação ferrífera considerada estéril na cava P3P em função da granulometria (+3/8” > 80%).....	33
Tabela 3.6 – Formação ferrífera friável (+3/8” < 80%) considerada estéril na cava P3P em função do valor de PPC acima ou igual a 3,5%.....	34
Tabela 3.7 – Resumo dos resultados de testes piloto de calcinação e pelotização de <i>pellet feed</i> de alto PPC.	51
Tabela 4.1 – Critérios de composição da amostra 11 e qualidade teórica estimada.....	59
Tabela 4.2 – Critérios de composição da amostra 12 e qualidade teórica estimada.....	60
Tabela 4.3 – Condições gerais dos testes de filtragem piloto a pressão.	67
Tabela 4.4 – Configurações de tempo/temperatura utilizadas na preparação das amostras a diferentes graus de calcinação (teor de PPC residual).	82
Tabela 5.1 – Características químicas, físicas e mineralógicas da amostra 10 – amostra referência para a condição de <i>pellet feed</i> atual.	89
Tabela 5.2 – Características químicas, físicas e mineralógicas da amostra 11 – alto valor de PPC no <i>pellet feed</i>	89
Tabela 5.3 – Características químicas, físicas e mineralógicas da amostra 12 – alto valor de PPC no <i>pellet feed</i>	90
Tabela 5.4 – Mineralogia parcial para minerais de ferro das amostras 10, 11 e 12 – microscópio óptico. Aumento 250X.....	93
Tabela 5.5 – Condições básicas de realização dos ensaios e resultados de umidade do <i>pellet feed</i> e da produtividade estimada na filtragem a partir dos ensaios de <i>leaf test</i> . ..	95
Tabela 5.6 – Condições de realização dos ensaios de prensagem – amostras 10, 11 e 12.	97

Tabela 5.7 – Resultados de granulometria e superfície específica do processo de prensagem – amostras 10, 11 e 12.	97
Tabela 5.8 – Análises químicas e físicas dos insumos utilizados no pelotamento das amostras 10, 11 e 12.	99
Tabela 5.9 – Resumos dos balanços de massas dos ensaios de pelotamento – etapa inicial.	100
Tabela 5.10 – Resultados dos ensaios de pelotamento – etapa inicial.....	100
Tabela 5.11 – Arranjo ortogonal utilizado e os níveis das variáveis empregadas no estudo da etapa inicial de queima.	103
Tabela 5.12 – Perfis térmicos utilizados nos testes de queima – etapa inicial.	104
Tabela 5.13 – Resultados dos ensaios de queima – etapa inicial.....	106
Tabela 5.14 – Resultados dos ensaios de queima – etapa confirmatória.....	108
Tabela 5.15 – Resumo dos principais resultados dos processos de pelotização para as amostras 10, 11 e 12, nas condições padrão e otimizada.....	111
Tabela 5.16 – Granulometria e análise química por faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.	115
Tabela 5.17 – Distribuições químicas simples por faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.	116
Tabela 5.18 – Distribuições químicas acumuladas (diretas e inversas) por faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.....	117
Tabela 5.19 – Razão entre as distribuições químicas acumuladas (diretas ou inversas) e as massas acumuladas nas diferentes faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.	119
Tabela 5.20 – Razão entre as distribuições mineralógicas acumuladas (diretas ou inversas) e as massas acumuladas nas diferentes faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.	120
Tabela 5.21 – Resumo das distribuições acumuladas de massa e razões de acumulação de PPC. Concentrado de etapa intermediária e concentrado remoído final – média das amostras 1 a 4 e 5 a 8.....	135
Tabela 5.22 – Resumo das distribuições acumuladas de massa e razões de acumulação de PPC dos concentrados de etapa intermediária e concentrado remoído final da amostra 11.....	138

Tabela 5.23 – Simulações da PPC global (finos calcinados + grossos) para diferentes cortes granulométricos e graus de calcinação de finos – amostra 11 de concentrado piloto remoído final.	139
Tabela 5.24 – PPC da amostra final (finos calcinados + grossos) em função do grau de calcinação dos finos. Concentrado piloto da amostra 11 com corte em ciclone e aplicação de correção de eficiência.	140
Tabela 5.25 – Resumos dos dados obtidos na filtragem à vácuo.	141
Tabela 5.26 – Resumo dos resultados de filtragem piloto à pressão.	143
Tabela 5.27 – Condições e resultados completos dos ensaios de filtragem piloto.	145
Tabela 5.28 – Características iniciais das amostras utilizadas nos testes piloto em calcinador <i>flash</i>	146
Tabela 5.29 – Resumo dos resultados das análises termogravimétricas.	150
Tabela 5.30 – Resumo dos resultados obtidos em testes de calcinação piloto tipo <i>flash</i>	156
Tabela 5.31 – Resultados de ensaios de porosidade. Concentrado remoído final tal qual – amostra 11.	158
Tabela 5.32 – Resultados de ensaios de porosidade. Concentrado remoído final. Finos (<600#) – amostra 11.	158
Tabela 5.33 – Difração de raios-X e d_{90} em granulômetro a <i>laser</i> em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final tal qual e fração fina (<600#) – amostra 11...	162
Tabela 5.34 – Resumo dos estudos de porosidade.	163
Tabela 5.35 – Resumo dos resultados de medição de potencial zeta. Finos de ciclonagem sem adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.	166
Tabela 5.36 – Resumo dos resultados de medição de potencial zeta. Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.	169
Tabela 5.37 – Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com cal – amostra 11.	171
Tabela 5.38 – Resultados de ensaios de dispersão em função do pH. Concentrado remoído final e finos de ciclonagem após calcinação a diferentes níveis de PPC – amostra 11.	173

Tabela 5.39 – Ensaio de pelotamento em pneu. Condições experimentais dos ensaios e resultados – amostras 13 e 11.	182
Tabela 5.40 – Significância dos termos do modelo de regressão para a CPCU, CPCS e resiliência considerando os melhores índices de regressão (R^2 ajustado).	183
Tabela 5.41 – Ensaio de pelotamento em pneu. Concentrado tal qual calcinado com valor de PPC residual de 2,5% e mistura de grossos não calcinados e finos calcinados com valor de PPC final na mistura de 2,5% – amostra 11.....	184
Tabela 5.42 – Resultados completos dos ensaios piloto de pelotamento e queima.....	185
Tabela 5.43 – Resultados de pelotamento e queima com amostra 11 calcinada para valores de PPC de 2,50% e resultados de ensaios de referência comparativa (perfis de queima da usina 3 da Samarco e do forno industrial de referência e produtividade de 30,5 t/m ² /dia – amostras 10 e 11).	187
Tabela 5.44 – Resultados de pelotamento e queima com perfil térmico e produtividades da usina 2 da Samarco. Amostra 11 tal qual calcinada para valores de PPC de 2,50%; mistura de grossos não calcinados e finos calcinados com valor final de PPC da mistura de 2,50% e referências comparativas (amostras 10 e 11 sem calcinação).....	191
Tabela 5.45 – Resultados de medições de suscetibilidade magnética – amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação.....	197
Tabela 5.46 – Resultados de análise de imagem em amostras de pelotas queimadas selecionadas nos testes de calcinação.	201

ANEXOS

ITEM	PÁGINA
I – Resultados dos Testes de Sedimentação de Caracterização	225
II – Análise de Variância para os Testes de Queima	227
III – Amostras de 1 a 4 – Concentrado Convencional Industrial - Tabelas de Análises Mineralógicas por Faixa	229
IV (A) – Amostras de 5 a 8 – Concentrado Remoído Industrial - Tabelas de Análises Granulométricas e Análises Químicas por Faixa.....	233
IV (B) – Amostras de 5 a 8 – Concentrado Remoído Industrial - Tabelas de Análises Mineralógicas por Faixa	238
V (A) – Amostra 9 – Concentrado Remoído de Bancada - Tabelas de Análises Granulométricas e Análises Químicas por Faixa.....	243
V (B) – Amostra 9 – Concentrado Remoído de Bancada - Figuras de Razão Direta e Inversa de P e PPC.....	246
VI – Amostra 11 – Concentrado Remoído Piloto (PPC 4,45%) - Tabelas de Análises Granulométricas e Análises Químicas por Faixa.....	248
VII (A) – Amostra 12 – Concentrado Remoído Piloto (PPC 3,83%) - Tabelas de Análises Granulométricas e Análises Químicas por Faixa.....	251
VII (B) – Amostra 12 – Concentrado Remoído Piloto (PPC 3,83%) - Figuras de Razão Direta e Inversa de P e PPC	254
VIII – Resultados dos Testes de Porosidade para a Amostra 11 – Fração >600# (Grossos).....	256

LISTA DE NOTAÇÕES

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{c}$ – Teor de alumina no concentrado

AM – Amostra

B2 – Basicidade binária

bcp – *body on centered cubic packing*

BET – Área superficial específica (Brunauer, Emmett e Teller)

BJH – Volume de mesoporos (Barrett, Joyner e Halenda)

ccp – *Cubic close packed*

CPCS – Compressão da pelota crua seca

CPCU – Compressão da pelota crua úmida

CRTA – *Constant rate thermal analysis*

d_{50} – Abertura da peneira correspondente a 50% passante em curvas de distribuições granulométricas

d_{90} – Abertura da peneira correspondente a 90% passante em curvas de distribuições granulométricas

DRX – Difração de raios-X

DTA – *Differential thermal analysis*

Eh-pH – Diagrama de Pourbaix

ETA – *Emanation thermal analysis*

G.B – Goethita botrioidal

G.T – Goethita terrosa

hcp – *Hexagonally close packed*

H.E – Hematita especular

H.P – Hematita porosa

HPGR – *High pressure grinding rolls*

ICP – Espectrômetro de emissão atômica a plasma

ICDD – *International centre of diffraction data*

ICSD – *Inorganic crystal structure database*

ID – Índice de dispersão

IPAT – Instituto de Pesquisas Ambientais e Tecnológicas

JORC – *Joint ore reserves committee*

M^{3+} – Cátion metálico
mv – Materiais voláteis
NC – Não calcinado
P3P – Projeto terceira pelotização
PACG – Porosimetria de Adsorção-Condensação
PAN-ICSD – *PANalytical inorganic crystal structure database*
Pc – Teor de fósforo no concentrado
PCI – Poder calorífico inferior
PIE – Potencial isoelétrico
PIM – Porosimetria de Intrusão de Mercúrio
PPC – Perda por calcinação
PPCc – Perda por calcinação no concentrado
RLC – Resistor, indutor e capacitor
ROM – *Run of mine*
rpm – Rotações por minuto
SEC – U.S. *Securities and exchange commission*
SFCA – Silicoferrita de cálcio e alumínio
TGA – *Thermogravimetric analysis*
 ρ – Densidade de polpa
– Abertura de peneira em mesh Tyler

1. INTRODUÇÃO

Apesar de importantes heranças deixadas pela recente crise econômica de 2008-2009, fatores estruturais de expansão da economia continuam suportando uma recuperação mundial global consistente, incluindo, de forma especial, o mercado de *commodities*. Nesse cenário, para a captura de oportunidades e fortalecimento de seu posicionamento estratégico sustentável de longo prazo, uma abordagem comum aos principais *players* do mercado de minério de ferro tem sido a busca pelo crescimento sustentável, com caracterização tecnológica detalhada dos minérios, melhoria contínua dos processos, redução de custos operacionais, manutenção da qualidade dos produtos finais e respeito ao meio ambiente.

No caso específico do mercado de pelotas, estima-se que, a partir de 2012, a utilização da capacidade da indústria estará acima de 90% e que, em longo prazo, haverá um balanço demanda/oferta apertado, principalmente devido a restrições ambientais, à escassez de granulados e à piora na qualidade dos finos.

Os recursos minerais do Complexo Alegria, na região de Mariana – Ouro Preto/MG, onde estão localizadas as jazidas da Samarco Mineração S.A. (Alegrias Norte, Centro e Sul), têm parte significativa de sua composição relacionada a itabiritos pobres em Fe (abaixo de 50%) e com altos valores de PPC (neste trabalho, o termo “alto valor de PPC” se refere a valores maiores que 3,5%). A busca por um maior aproveitamento desses materiais nos processos atuais tem indicado perdas de rendimento no beneficiamento e queda acentuada de produtividade na pelotização.

Desse modo, estudos de alternativas tecnológicas e/ou de rotas de processo, por exemplo, de utilização de calcinação como operação unitária complementar ao processo de pelotização tradicional, podem auxiliar na viabilização do processamento desses materiais com valores de PPC mais elevados e agregação de valor ao negócio.

2. OBJETIVOS E RELEVÂNCIA

O objetivo deste trabalho é estudar a utilização da calcinação como operação unitária complementar na pelletização de minérios de ferro de altos valores de PPC, visando viabilizar o aproveitamento de parte dos recursos minerais atualmente classificados como marginais e parte do estéril.

Uma caracterização tecnológica adequada das reservas minerais, associada a um desenvolvimento aplicado do conceito de geometalurgia e melhoria contínua nos processos atuais, tem conduzido a resultados significativos nas instalações de beneficiamento e pelletização. A Samarco Mineração S.A, mesmo estando entre as empresas do mundo com maior produtividade na pelletização de minérios de ferro não magnetíticos, ainda não tem uma definição precisa da viabilização técnico-econômica de todo o potencial de recursos minerais com valores de PPC mais altos que aqueles processados na média atual. Assim, ressalta-se a relevância do estudo de rotas alternativas de processo visando a um aproveitamento adequado desses materiais.

Verifica-se como tendência geral atual das jazidas relevantes de minério de ferro no Brasil: empobrecimento, elevação do grau de hidratação (frações ultrafinas e impurezas crescentes), frações grosseiras de menor moabilidade e problemas de liberação com o aprofundamento das cavas, queda da qualidade do sinter feed escassez de granulados naturais. Desse modo, a rota industrial de concentração, transporte por mineroduto e pelletização é promissora, apresentando como fator limitante em relação à tecnologia os valores de PPC e como fatores de risco em relação à tecnologia e capex os processos de moagem, deslamagem, filtragem e perfil de queima. Assim, esse trabalho ultrapassa o interesse da Samarco, sendo relevante para a indústria mineral em geral.

Com base em revisão bibliográfica, experiências industriais e testes exploratórios anteriores, os principais desafios e questões abordadas no presente estudo, relativas ao processamento de minérios de altos valores de PPC, foram: filtragem de *pellet feed*; caracterização da desidroxilação de goethita a baixas temperaturas; impacto da calcinação nas produtividades e qualidades do processo de pelletização.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Será apresentada uma revisão bibliográfica relacionada aos principais desafios e questões a serem abordadas neste trabalho: características dos minérios de ferro com altos valores de PPC, desenvolvimentos tecnológicos e de processo específicos realizados para os minérios do Complexo Alegria, características da calcinação desses materiais e sua influência na aglomeração, pelotamento, qualidade e produtividade da pelotização.

3.1 Óxidos de Ferro

A revisão bibliográfica referente aos óxidos de ferro teve como principal fonte de consulta Cornell e Schwertmann (2003), cujos conteúdos de maior interesse para o presente trabalho estão apresentados a seguir, complementados em pontos específicos com conteúdos de outros autores referenciados.

Óxidos de ferro são compostos comuns na natureza, podendo ser sintetizados em laboratório. Os autores indicam a existência de 16 óxidos de ferro, classificados como óxidos, hidróxidos ou oxi-hidróxidos. Dentre esses compostos, oito são identificados como minerais:

- goethita: α -FeOOH (oxi-hidróxido);
- lepidocrocita: γ -FeOOH (oxi-hidróxido);
- akaganeíta: β -FeOOH (oxi-hidróxido);
- schwertmannita: $\text{Fe}_{16}\text{O}_{16}(\text{OH})_y(\text{SO}_4)_z \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (oxi-hidróxido);
- bernalita: $\text{Fe}(\text{OH})_3$ (hidróxido);
- hematita: α - Fe_2O_3 (óxido);
- magnetita: Fe_3O_4 (óxido);
- maghemita: γ - Fe_2O_3 (óxido).

Os óxidos e oxi-hidróxidos são compostos de Fe ligado com O e/ou OH. Os oxi-hidróxidos podem perder suas hidroxilas transformando-se no seu óxido correspondente. Em parte, isso é possível pela similaridade entre as unidades estruturais

de ânions, as quais permitem que rearranjos dos cátions e perdas de OH sejam sempre aquelas requeridas para possibilitar a transformação. Uma breve descrição desses óxidos é apresentada a seguir:

- goethita: tem a estrutura do diásporo em empacotamento de ânions hexagonal denso (*hexagonally close packed – hcp*). É um dos óxidos mais estável termodinamicamente em temperatura ambiente, podendo ser tanto o primeiro a se formar, como o óxido final de muitas transformações. É um importante pigmento natural, sendo responsável pela cor ocre de rochas, solos e depósitos. Além da composição básica FeOOH , pode conter quantidades variadas de água adsorvida, bem como Al_2O_3 , CaO , BaO e SiO_2 . Características das goethitas da Mina de Alegria são apresentadas a seguir, de acordo com Rocha (2008). Juntamente com a hematita, é um dos minerais predominantes na jazida de Alegria. Nos itabiritos, afora os anfíbolíticos, a goethita substitui quartzo, magnetita e martita, e nos anfíbolíticos, a goethita substitui quartzo, magnetita e anfíbolios ferríferos da série cummingtonita/grunerita. Diferentes fases de goethita ocorrem, ainda, como veios, concreções, ou crostas secundárias, apresentando estruturas diversas (fibrorradiada, coloforme, maciça e criptocristalina) originadas pela precipitação de hidróxidos de ferro ao longo de discontinuidades, interstícios e espaços vazios, abertos por processos de dissolução e movimentações neotectônicas durante a evolução do relevo local. A geração principal de goethita e a nitidamente mais antiga, tem como característica a substituição de quartzo, óxidos e silicatos de ferro, aparentemente de forma mimética, sem alterar a estrutura original dos itabiritos. A substituição ocorre preferencialmente no centro dos cristais de magnetita, preservando lamelas de hematita (martita), resultando em uma textura esquelética, muito comum na jazida;
- lepidocrocita: os cristais normalmente apresentam forma plana (*lépidos* = placa fina) e cor laranja (*krokus* = laranja). Ocorre em rochas, solos, biota e metais oxidados, sendo, frequentemente, um produto da oxidação do Fe^{2+} . Tem a estrutura da boehmita ($\gamma\text{-AlOOH}$) baseada em empacotamento cúbico denso de ânions (*cubic close packed – ccp*);

- akaganeíta: raramente ocorre na natureza, sendo encontrada, principalmente, em ambientes marinhos ricos em cloro. Diferentemente de outros polimorfos de FeOOH , tem a estrutura baseada em empacotamento de ânions do tipo cúbico de corpo centrado (*body on centered cubic packing - bcp*) e contém baixos níveis de íons cloro e flúor. Sua coloração varia de marrom a amarelo brilhante;
- schwertmannita: apresenta a estrutura básica da akaganeíta, contendo íons sulfato em vez de cloro. Ocorre na natureza de forma frequente como um produto de oxidação da pirita, podendo ser sintetizado com facilidade;
- hematita: tem a estrutura do coríndon ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) baseada em empacotamento hexagonal denso de ânions. Assim como a goethita, é extremamente estável, sendo o maior constituinte das formações ferríferas bandadas. É um importante pigmento e mineral-minério de valor, apresentando cor vermelha-sangue (grego haima = sangue), se finamente dividida, e preta ou cinza, se em cristais de maiores dimensões. Características das hematitas da Mina de Alegria são apresentadas a seguir, de acordo com Rocha (2008). É um dos minerais de ferro predominantes na jazida de Alegria, ocorrendo em várias gerações e formas, como: cristais octaédricos pseudomórficos da magnetita (martita); cristais lamelares ou placóides (especularita); concreções e preenchimento de cavidades. A geração da martita, a partir da magnetita, pode ocorrer pela atuação de processos metamórficos e/ou supergênicos. A martita metamórfica ocorre nas porções onde os processos supergênicos tiveram pouca atuação e próximo às zonas de alta deformação, onde a migração de fluidos permitiu a difusão de átomos de oxigênio segundo planos do retículo cristalino da magnetita. A martita supergênica é o exemplar mineral mais abundante na jazida de Alegria, apresentando diferentes graus de alteração e, consequentemente, diferentes graus de porosidade. A specularita ocorre em duas gerações: a principal corresponde a cristais hipidiomórficos a idiomórficos de dimensões variando entre 0,02 e 0,3mm, orientados paralela ou subparalelamente ao plano da foliação principal, definindo uma trama lepidoblástica ou milonítica, associada a zonas de alta deformação. A segunda ocorrência de specularita possui cristais semelhantes aos da geração principal, porém de menor

expressividade na jazida. Essas especularitas foram formadas, em ambiente de menor temperatura e pressão, pela recristalização e reorientação ao longo de uma foliação S2, gerada durante o dobramento da foliação principal S1. Ocorre ainda geração de hematita com hábito coloforme, gerada pela dissolução e precipitação de óxidos de ferro no interior de cavidades, em processo superficial, antecedendo a goethitização e a laterização;

- magnetita: tem a estrutura do espinélio invertida. É um importante mineral-minério de ferro, alvo de grande interesse em diferentes áreas, sendo conhecido, por esse motivo, por diversos nomes. É ferrimagnético, contendo Fe^{2+} e Fe^{3+} , sendo que, nas formas de alta temperatura, o Fe^{2+} pode ser substituído por Mg, Mn, Zn, Ni, Ti, e o Fe^{3+} por Al, Ti, V, Cr. Características das magnetitas da Mina de Alegria são apresentadas a seguir, de acordo com Rocha (2008). É o óxido de ferro mais antigo presente nos minérios de Alegria e ocorre formando agregados com outros minerais de ferro, em níveis ou bandas que se intercalam com bandas quartzosas. Os cristais individuais são em sua maioria hipidiomórficos, variando de 0,05 a 5mm, geralmente martitizados e apresentando estrutura em treliça, típica do processo de martitização. Nas zonas de maior deformação, ocorre definindo a superfície “S” da foliação milonítica ou como porfiroblastos contornados por especularita.
- maghemita: mineral ferrimagnético, isoestrutural da magnetita, de cor vermelho-marrom, com sítios deficientes em cátions. Ocorre em solos, como produto do intemperismo da magnetita, ou como produto do aquecimento de outros óxidos, usualmente, na presença de matéria orgânica.

Algumas propriedades características dos óxidos, discutidas por Cornell e Schwertmann (2003) e de interesse para o presente trabalho, são apresentadas a seguir.

3.1.1 Estrutura cristalina

Quase todos os óxidos, hidróxidos e oxi-hidróxidos de ferro são cristalinos. O grau de ordem estrutural e tamanho de cristal, contudo, variam e dependem das condições sob as quais os cristais foram formados. Todos os óxidos de ferro demonstram uma variedade de cristalinidade, exceto a schwermannita, que é pobremente cristalina.

A Tabela 3.1 ilustra algumas características importantes dos óxidos de ferro.

A unidade estrutural básica para todos os óxidos e hidróxidos de ferro é um octaedro, no qual cada átomo de ferro está circundado quer por seis oxigênios, quer por ambos oxigênio e hidroxila. Os íons O^{2-} e OH^- formam camadas que estão ou empacotadas aproximadamente hexagonalmente (*hexagonally close packed – hcp*), por exemplo, na goethita e hematita, ou aproximadamente cúbicas (*cubic close packed – ccp*), como na lepidocrocita e maghemita (SCHWERTMANN, 1991 apud ROCHA, 2008). A unidade estrutural comum de ânions permite a ocorrência de alterações topológicas com relativa facilidade. Durante a desidroxilação da goethita para hematita, por exemplo, pares de moléculas de água ao longo do eixo-*a* do cristal de goethita são removidos enquanto a linha de ânions permanece intacta.

Neste trabalho, o termo desidroxilação sempre será utilizado com o significado de perda de hidroxilas por processos térmicos ou mecânicos. O termo desidratação seguirá o significado e o contexto utilizado pelos diferentes autores citados, podendo significar desidroxilação e/ou perda de água fisicamente ligada.

Tabela 3.1 – Propriedades gerais de óxidos de ferro.

Características	Goethita	Lepidocrocita	Akaganeíta	Schwertmannita	Bernalita	Hematita	Magnetita	Maghemita
sistema cristalográfico	ortorrômbico	ortorrômbico	monoclínico	tetragonal	ortorrômbico	romboédrico hexagonal	cúbico	cúbico ou tetragonal
tipo estrutural	diásporo	boehmita	hollandita	hollandita	coríndon	coríndon	espinelho inverso	espinelho inverso
densidade (g/cm ³)	4,26	4,09	-	3,8	3,32	5,26	5,18	4,87
dureza	5 - 5 ¹ / ₂	5	-	-	-	6 ¹ / ₂	5 ¹ / ₂	5
magnetismo ¹	antiferromagnético	antiferromagnético	antiferromagnético	antiferromagnético	-	ferromagnético antiferromagnético	ferrimagnético	ferrimagnético

¹ **Diamagnetismo:** propriedade básica de todas as substâncias e envolve uma fraca repulsão por um campo magnético. A suscetibilidade magnética é pequena, negativa e independente da temperatura. Óxidos de ferro desenvolvem outros tipos de magnetismo.

Paramagnetismo: substâncias são atraídas por um campo magnético. A suscetibilidade magnética é pequena e positiva e varia com a temperatura.

Ferromagnetismo e ferrimagnetismo: substâncias são fortemente atraídas por um campo magnético.

Antiferromagnetismo: substância tem momento magnético zero, permeabilidade magnética positiva e pequena suscetibilidade magnética

3.1.2 Substituição de Fe por outros cátions

Óxidos de ferro têm equivalentes isoestruturais nos quais cátions, diferentes do ferro, ocupam os interstícios da unidade estrutural do oxigênio. A estrutura tipo diásporo da goethita, por exemplo, é adotada pelo próprio diásporo (α -AlOOH) e por outros minerais, grouthita (α -MnOOH), bracewellita (α -CrOOH) e montroseíta (α -VOOH). Todos eles existem como minerais puros, embora sejam muito mais raros que a goethita. Os vários cátions não modificam a estrutura, mas afetam as dimensões da cela unitária. Uma série análoga de minerais existe para a hematita (α -Fe₂O₃) a qual é isoestrutural do coríndon (α -Al₂O₃), eskolaíta (α -Cr₂O₃) e karelianita (α -V₂O₃). A lepidocrocita (γ -FeOOH) é isoestrutural da boehmita (γ -AlOOH). Como fases isoestruturais da magnetita são citadas: Pb₃O₄, Co₃O₄ e Mn₃O₄.

A probabilidade da substituição catiônica depende da similaridade do raio iônico e da valência dos cátions. Para a substituição do Fe³⁺ podem ser tolerados raios cerca de 18% maior ou menor que o desse cátion, de maior spin e com número de coordenação seis, sendo a espécie M³⁺ a mais adequada.

Em goethita natural, é difícil encontrar informação sobre substituição por cátions diferentes do Al e por ânions. Em hematita natural, a substituição por Al é muito comum, especialmente em regiões tropicais. Diversos outros cátions podem substituir o Fe na estrutura da hematita sintética. Substituições por uma ampla variedade de cátions podem ser induzidas na magnetita e maghemita, devido às posições tetraédricas e octaédricas disponíveis. Maghemita natural, especialmente formada a partir de rochas ígneas básicas, apresenta substituição por Al.

Várias propriedades dos óxidos de ferro se alteram regularmente com o aumento da substituição, dentre elas são citadas: posição das bandas visíveis e de absorção infravermelha; propriedades magnéticas; temperatura de desidroxilação; taxa de dissolução; tamanho de cristal e aspecto.

Segundo Gilbert et al. (2007), em estudo de formação de agregados estáveis em suspensões aquosas de nano partículas de oxi-hidróxido de ferro, nano partículas de FeOOH são formadas em drenagens ácidas de minas e podem exibir altas afinidades por íons contaminantes dissolvidos.

3.1.3 Porosidade e área superficial específica

A área específica de um sólido é a área superficial específica de uma unidade de massa do material, usualmente expressa como m^2/g , existindo uma relação inversa entre essa e o tamanho de partículas. A área superficial específica é uma propriedade que pode variar de acordo com o método de medição. Áreas determinadas por adsorção gasosa dependem do tamanho e da natureza da molécula teste.

A superfície do óxido tem grupos estruturais e funcionais (sítios) que interagem com espécies gasosas e solúveis e também com superfícies de outros óxidos e células bacterianas. O número de sítios disponíveis por unidade de massa depende da natureza do óxido e de sua área superficial específica. A área superficial específica influencia, particularmente, sua dissolução e seu comportamento de desidroxilação, interação com sorbentes, transformações de fase e, também, estabilidade termodinâmica. Adicionalmente, a porosidade é fator crucial para determinação da atividade de óxidos catalisadores.

Porosidade se refere ao volume de poros no sólido, interferindo na área superficial específica “interna” da amostra e na cinética de adsorção. Poros variam na forma e no tamanho e podem ser classificados de acordo com suas larguras médias em: microporos (abaixo de 2nm); mesoporos (2-50nm); macroporos (acima de 50nm) (CORNELL; SCHWERTMANN, 2003).

Os poros podem se apresentar como feições estruturais, ou como resultado de agregação de partículas. Podem também ser resultado de desidroxilação parcial ou dissolução. Apesar das formas dos poros serem bastante variadas, algumas formas básicas são

definidas: *slit* (aberturas longas e estreitas, com paredes paralelas ou não); *ink bottle* (com todos os lados fechados, de onde um pescoço estreito se abre); cilíndrico.

Durante a desidroxilação, a área superficial específica da goethita aumenta com a progressiva formação de poros de forma *slit*, devido à expulsão de água. Dependendo da temperatura de aquecimento, a transformação de microporos em mesoporos, e a ocorrência de sinterização pode reduzir fortemente a área superficial específica.

A hematita, formada pela desidroxilação de oxi-hidróxidos a temperaturas menores que 500-600°C, é porosa. Estudos de desidroxilação da goethita em CRTA (*Constant rate thermal analysis*) indicaram que, para cada temperatura específica, a porosidade da hematita depende da taxa de desidroxilação e da pressão do vapor de água gerada, isto é, se a transformação ocorreu sob vácuo, em pressão atmosférica ou em recipiente fechado (PÉREZ-MAQUEDA et al., 1999).

A hematita e a maghemita, formadas pela oxidação da magnetita, são não porosas. A maghemita, formada pela desidroxilação da lepidocrocita, é mesoporosa.

3.1.4 Química de superfície

Óxidos de ferro, em granulometrias finas, têm uma relação de alta área superficial específica por unidade de volume. Reações na interface óxido/solução influenciam a cristalização e a dissolução desses compostos, sua estabilidade e reologia, e também suas interações, como a adsorção de espécies.

A carga superficial nos óxidos é estabelecida pela dissociação (ionização) de grupos hidroxila, podendo ser representada por duas equações:



onde: $\equiv$ representa a superfície.

A carga nos sólidos surge como resultado da ionização na superfície dos grupos hidroxila e é balanceada por uma camada de íons contrários de carga oposta localizada na fase líquida, compondo a dupla camada elétrica. Para cada óxido, existe um pH no qual a carga na superfície devida a todas as fontes é nula. Esse pH é referido como o ponto isoelétrico (PIE).

Grupos funcionais negativos, positivos e neutros podem coexistir na superfície do óxido. Para valores de pH abaixo do PIE, os grupos FeOH_2^+ predominam sobre os grupos FeO^- , ou seja, apesar de a superfície possuir uma carga líquida positiva, alguns grupos FeO^- se fazem presentes. No PIE, o número de grupos FeOH_2^+ se iguala ao número de grupos FeO^- e, com o aumento do pH, o número de grupos FeO^- aumenta.

Segundo Cornell e Schwertmann (2003), determinação de valores de PIE para óxidos de ferro foram realizadas por diferentes autores, apresentando variações em função da amostra, condições e métodos de medição: goethita de 7,5 a 9,5; lepidocrocita de 6,7 a 7,5; akaganeíta em 7,2; hematita de 7,5 a 9,5; magnetita de 6,4 a 7,1 e maghemita em 6,6.

Parks (1965) apresenta uma extensa lista de PIE's para óxidos, compilados de trabalhos de diferentes autores. Para minerais naturais, as seguintes faixas de valores são apresentadas: goethita de 6,2 a 6,9 e hematita de 5,4 a 6,8. Vários estudos demonstraram relação entre os valores de PIE e a história da amostra e concordaram com a observação de que a desidratação resulta em PIE's mais ácidos. A elevação do PIE, acompanhando a hidratação de Fe_2O_3 , é de cerca de duas unidades de pH. Exposição a elevadas temperaturas reduz a taxa de hidratação por quimissorção e reduz a solubilidade. Ação mecânica, como moagem, aumenta a solubilidade e hidratação superficial.

Adsorção de íons modifica as propriedades de superfície dos óxidos de ferro e a estabilidade de suspensões. Esse processo envolve interações entre as espécies adsorvidas com os grupos hidroxila da superfície dos óxidos. Cornell e Schwertmann (2003) apresentaram uma lista de estudos de adsorção de diferentes espécies em óxidos minerais: ânions inorgânicos, ácidos orgânicos, cátions, água, gases, dentre outras.

Sigg e Stumm (1981), em estudo da interação de ânions e ácidos fracos com a superfície da goethita, identificaram um PIE para o mineral em pH 7. Apresentam modelo de adsorção específica de cátions e ânions, descrito como uma reação superficial de coordenação, na qual cátions substituem H^+ nos grupos OH na superfície e ânions se ligam diretamente aos íons de metal da superfície do óxido por substituição do OH:



Desidroxilação da hematita e sinterização a altas temperaturas reduz o número de grupos hidroxila e induz uma alteração do PIE para valores mais ácidos (PARKS, 1965).

Exposição a altas temperaturas remove os grupos hidroxila da superfície, os quais podem ser regenerados pela exposição a vapor de água. Contudo, em hematitas com aquecimento acima de 800°C, a sinterização irreversível pode alterar o número de sítios hidroxila por unidade de área e, conseqüentemente, a proporção dos grupos hidroxila (ROCHESTER e TOPHAM, 1979).

Segundo Ding e Pacek (2008), em estudo do efeito do pH na aglomeração e reologia/morfologia de suspensões aquosas de goethita, com o aumento do pH de 3 para 12, o potencial zeta variou de +45 a -40mV, com um PIE no pH 9. Em pH 3, grupos ($FeOH_2^+$) predominam na superfície das partículas, fornecendo um alto valor positivo de potencial zeta. Com o aumento do pH de 3 para 9, o número desses grupos se reduz, o número de grupos neutros aumenta ($FeOH^0$) e, como consequência, o potencial zeta se reduz para zero em pH 9. Em pH 12, grupos neutros são substituídos por grupos negativamente carregados (FeO^-), fornecendo um grande potencial zeta negativo.

3.1.5 Magnetismo

Os principais parâmetros para caracterizar as propriedades magnéticas dos sólidos são a suscetibilidade, permeabilidade e momento magnético.

Quando uma substância é submetida a um campo magnético H , a intensidade de magnetização J (momento magnético da amostra por unidade de volume) é relacionada a H através da suscetibilidade magnética, κ , da substância:

$$J = \kappa H$$

O equipamento utilizado para medir a suscetibilidade magnética é denominado suscetibilímetro, que consiste em um sistema de indutância. Uma substância colocada nesse sistema apresenta uma relutância, equivalente magnético da resistência elétrica, que depende da suscetibilidade magnética do material/meio, correspondendo, no circuito, a uma variação na indutância, a qual é percebida através da variação de parâmetros elétricos. Existem diversos tipos de suscetibilímetros, os quais apresentam uma grande variedade de sensores, permitindo versatilidade na forma de análise.

A avaliação da suscetibilidade magnética é importante em diversas áreas do conhecimento geológico (petrologia, metalogênese e prospecção mineral). Na área de ciência de materiais, sua aplicação também é de grande relevância, haja visto a necessidade de produção de materiais com comportamento magnético controlado. Em tecnologia mineral, essa propriedade física tem sido aplicada de maneira relativamente restrita, especificamente em separação/concentração magnética.

Segundo Magalhães (2003), resultados apresentados por diferentes autores para estudos de sinterização piloto são muito sugestivos da potencialidade do emprego da suscetibilidade magnética como parâmetro de controle de qualidade de aglomerados siderúrgicos. Na avaliação da influência de diferentes tipos de minérios nos *sinters* produzidos, o comportamento magnético estabelecido através de medidas de suscetibilidade magnética foi extremamente revelador, destacando-se como uma ferramenta de controle de qualidade dos aglomerados de minérios de ferro. Os dados de suscetibilidade magnética foram empregados para quantificar de forma relativa o conteúdo de magnetita através de correlações específicas estabelecidas.

3.1.6 Transformações entre óxidos

Cornell e Schwertmann (2003) apresentaram os tipos de transformações que podem ocorrer entre óxidos, assim como os ambientes preferenciais. A Tabela 3.2 apresenta um resumo das transformações entre os óxidos minerais de interesse deste estudo.

Tabela 3.2 – Transformações entre óxidos de ferro.

Óxido precursor	Produto	Tipo de transformação	Ambiente de transformação
goethita	hematita	desidroxilação térmica ou mecânica	gás / vácuo
		desidroxilação hidrotermal	solução
	maghemita	desidroxilação térmica	ar + matéria orgânica
hematita	magnetita	redução	gás redutor
		redução-dissolução reprecipitação	solução alcalina com N_2H_4
magnetita	maghemita hematita	oxidação	ar
maghemita	hematita	conversão térmica	ar

As transformações que se processam sem ocorrência de alterações químicas são denominadas isoquímicas. Transformações que envolvem modificações químicas são a desidratação (perda de H_2O), desidroxilação (perda de OH) e oxidação/redução (troca de elétrons).

Estruturalmente, os processos de transformações são topotáticos ou reconstitutivos (CORNELL e SCHWERTMANN, 2003). A transformação topotática ocorre na fase sólida. Envolve rearranjos internos no cristal simples da fase inicial, sendo ele transformado em cristal da nova fase, isto é, existe correspondência nas três dimensões nas estruturas iniciais e finais. O hábito do cristal é conservado. Como as transformações no estado sólido a seco requerem mobilidade de átomos, ocorrem usualmente apenas a elevadas temperaturas. A transformação reconstitutiva envolve solução/reprecipitação. A fase original tem uma dissolução completa e a nova fase se

precipita da solução, não existindo relação estrutural entre o precursor e o produto. Essa transformação depende da solubilidade e taxa de dissolução do precursor, ocorrendo mesmo em condições ambiente.

3.1.6.1 Transformações térmicas e mecânicas

Os óxidos polimorfos de FeOOH podem ser desidratados aos seus correspondentes Fe₂O₃ a partir da influência de temperatura ou ação mecânica:



O produto direto da desidroxilação da goethita em fase pura original é sempre hematita, enquanto com a lepidocrocita e a maghemita pode ocorrer uma fase intermediária. Desidroxilação das diferentes formas de FeOOH ocorre em ampla faixa de temperaturas (140–500°C), dependendo da natureza do composto, sua cristalinidade, grau de substituição isomórfica e de impurezas químicas.

A conversão de goethita para hematita é facilitada pela rede de ânions compartilhada pelos dois minerais. Essa rede permanece mais ou menos intacta, enquanto a água é expulsa e os cátions rearranjados. Três celas unitárias de goethita formam uma cela unitária de hematita. Hematita obtida em baixas temperaturas mantém a morfologia acicular dos cristais precursores de goethita, mas a temperaturas maiores que 600°C um processo de sinterização conduz à formação de cristais irregulares de hematita.

Goethita e lepidocrocita, quando aquecidas a 600°C, na ausência de matéria orgânica, são convertidas à hematita. Contudo, se esses minerais se encontrarem finamente divididos e misturados com matéria orgânica e forem aquecidos por determinado tempo a 600°C, verifica-se a obtenção de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (maghemita). Transformação térmica de polimorfos de FeOOH, devido a incêndios naturais ou causados pelo homem, está dispersa pelo planeta.

Em estado seco e dependendo de sua origem (natural ou sintética) e conteúdo de íons estranhos a sua composição básica, maghemita se transforma em hematita na faixa de temperatura de 370 a 600°C.

Uma característica peculiar da maghemita é que essa forma assim obtida é mais estável que aquela obtida a partir de magnetita sintética, a qual pode ser facilmente convertida à hematita, se aquecida a 400°C. Pequenas quantidades de Na e Mn podem estabilizar a maghemita.

Magnetita natural é bastante estável, não sendo convertida à hematita abaixo de 800°C.

O perfil de difração de raios-X da maghemita parece similar ao da magnetita. Análise química pode distinguir as duas formas, já que a maghemita não tem Fe^{2+} e a magnetita tem cerca de 30% do seu conteúdo metálico nesta forma Fe^{2+} (VAN DER MAREL, 1951).

Estudos do comportamento de elementos traço na transformação térmica de óxidos (magnetita para maghemita e hematita) demonstraram diferentes comportamentos. Alguns elementos foram ejetados, formando uma camada superficial enriquecida; outros permaneceram retidos internamente nos cristais do óxido (CORNELL e SCHWERTMANN, 2003).

Um aspecto comum da desidroxilação de todos os oxi-hidróxidos de ferro é o desenvolvimento de microporosidade devido à expulsão de água. Esse desenvolvimento de microporosidade é seguido, a altas temperaturas, pela coalescência dos microporos para mesoporos. A formação dos poros é acompanhada pelo aumento da área superficial específica, sendo que, para temperaturas acima de 600°C, o produto sinteriza e a área superficial específica se reduz significativamente. Durante o processo de desidroxilação, ocorre substituição de hidroxi-ligações por oxi-ligações e compartilhamento de faces entre os octaedros, acarretando um aumento da densidade da estrutura (CORNELL e SCHWERTMANN, 2003).

Desidroxilação mecânica e mecanoquímica de FeOOH à temperatura ambiente pode ser obtida por moagem. Alterações estruturais induzidas por ação mecânica e reações conjuntas são relevantes no processamento de sólidos. A formação de áreas superficiais altamente ativas, assim como alterações no comportamento dos sólidos podem ser atribuídas a rearranjos na rede cristalina e alteração dos grãos durante a moagem (POURGHAMRAMANI et al., 2008).

O tratamento mecânico (moagem a seco) de amostra de goethita gera calor local que aumenta a temperatura pelo atrito entre a amostra e o meio cominuidor. A ação combinada de cisalhamento, compressão e o aumento da temperatura intensificam a mobilidade atômica e facilita transformações de fase, ou seja, a energia de cisalhamento, a energia térmica e a energia cinética transformam o sólido através de reações polimórficas (GONZÁLEZ et al., 2000).

Nos testes realizados por González et al. (2000) goethita foi moída a seco com um pilão acionado mecanicamente e esse processo foi estudado por períodos de 2 a 104h de moagem por difração de raios-X e microscopia eletrônica de transmissão.

Os resultados mostraram que a partir de 16h de moagem já se notava hematita no material e a conversão completa da goethita em hematita se deu com 104h de moagem.

Segundo González et al. (2000) o mecanismo de transformação durante a moagem consiste de uma combinação de vários processos: desidratação, fragmentação dos cristais e formação de cristais geminados. A desidratação é associada com a formação de vazios, que são dispostos em estrias dentro de partículas de goethita e estão relacionadas à formação de hematita.

3.1.6.1.1 Calcinação de goethita

Há longa data e em nível detalhado, diferentes áreas de conhecimento e ramos industriais, em que os óxidos de ferro são matérias-primas de grande importância, têm

realizado estudos fundamentais e aplicados sobre esses minerais e seus processos de calcinação.

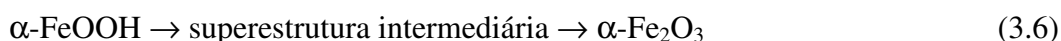
Dois aspectos principais foram responsáveis pela maioria dos estudos sobre calcinação de goethita: as aplicações industriais de alto valor agregado e relativamente de baixo custo e a necessidade de utilização de minérios de ferro com valores de PPC mais elevados, principalmente, em plantas de sinterização do Japão e China.

Diferentes aplicações de alto valor agregado incentivaram trabalhos de sínteses em laboratório, mecanismos de transformações, características dos produtos e métodos analíticos desenvolvidos por diferentes autores: Rochester e Topham (1979); Hibst (1988); Balek e Šubrt (1995); Diamandescu et al. (1997); Pérez-Maqueda et al. (1999); Walter et al. (2001); Mitov et al. (2002); O'Connor et al. (2006); Fan et al. (2006); Prasad et al. (2006); López et al. (2008); Landers (2009); Morozov e Vasil'ev (2010) e Zhang et al. (2010). Dentre essas aplicações, as seguintes foram citadas como relevantes: eletrônica (vídeo, áudio e gravação de dados), materiais magnéticos, catalisadores, ótica, sorbentes (mobilidade de elementos contaminantes traço), pigmentos (tintas, vernizes, esmaltes), trocadores de íons, ressonância magnética, solos (nutrientes e agregação), corrosão metálica, obtenção de níquel de fonte laterítica, arqueologia, sensores de umidade cerâmicos. Além da possibilidade de utilização nessas aplicações, a goethita possui ainda as vantagens de ser um mineral de grande estabilidade e baixo custo.

No mesmo sentido, vasta literatura se encontra disponível sobre a calcinação da goethita ligada a processos de sinterização. Aspectos específicos desses estudos, relacionados ao presente trabalho, serão discutidos como fonte de conceitos, metodologias e fatos experimentais correlacionáveis.

Segundo Prasad et al. (2006), a transformação de goethita para hematita por meio de desidratação topotática foi assunto de inúmeras investigações. Dois mecanismos de transformação são apontados:

- transformação com formação de uma fase “superestrutura intermitente”, também denominada proto-hematita ou hidrohematita, antes da formação final de hematita:



- transformação direta de goethita para hematita:



Entretanto, não existe concordância geral sobre o mecanismo dessa transformação térmica e estudos com amostras de goethita sintética e mineral puro continuam sendo realizados.

De modo particular, estudo detalhado da transformação com fase intermediária foi realizado por Lima de Faria (1963) e citado por diferentes autores como Watari et al. (1979a, 1979b, 1983), Rendon et al. (1983), Diamandescu et al. (1997) e Walter et al. (2001).

A primeira descrição do mecanismo foi realizada em estudo em que cristais de mineral natural foram desidratados por ação de calor, sob vácuo, até que poros fossem produzidos e investigados durante o decorrer do processo, por meio de difração de raios-X, microscopia eletrônica e termogravimetria. Uma superestrutura com período de 32Å foi encontrada. Ela é formada como um estado intermediário no qual a concentração de ferro muda periodicamente no espaço. No final do processo, a superestrutura desaparece, observando-se a formação de poros e hematita.

A segunda descrição de mecanismo foi estruturada por diferentes autores em estudos com amostras sintéticas de goethita, Watari et al. (1979a, 1979b, 1983), Naono et al. (1987), Balek e Šubrt (1995), Pérez-Maqueda et al. (1999) e/ou de mineral natural, Fan et al. (2006) e López et al. (2008), dentre outros. Apesar das diferenças entre os materiais estudados e condições experimentais utilizadas nos estudos, as considerações e conclusões sobre o mecanismo de transformação são similares e coerentes.

Watari et al. (1979a, 1979b, 1983) abordaram as transformações de desidratação da goethita utilizando microscopia eletrônica. Em síntese, o processo se desenvolve da seguinte forma:

- cada cristal de goethita se transforma em um mosaico de agregados de cristalitos de hematita (menores que $22\text{\AA}$), altamente orientados, separados por pares de microporos de forma *slit* ($15\text{\AA}$ de largura), gerados pela expulsão da água e desenvolvidos ao longo do eixo de maior elongação da agulha de goethita. Os cristalitos de hematita são geminados no plano (100);
- a nucleação (ponto de formação inicial do cristal) da hematita estará confinada a volumes muito pequenos da estrutura da goethita. Ela é induzida por um esforço estrutural proveniente do processo de desidroxilação, que tem que ser acomodado por algum rearranjo estrutural. Os núcleos se formam inicialmente na superfície do cristal, paralelo ao plano (001), em particular nas áreas onde a razão área superficial específica/volume é maior, como nas extremidades e fendas do cristal. Após a formação desses cristais de hematita, nenhum crescimento significativo dos mesmos é observado;
- com o tempo e com a contínua criação de unidades vazio-hematita, o progresso da transformação *bulk* se dá espacialmente, condicionado pela geração de vazios internos, que permitem a exposição de novas regiões de goethita, para transformação em hematita pela desidratação. Hematita é formada em ambos os lados dos vazios. O total da espessura de uma sequência hematita-vazio-hematita é de cerca de $65\text{\AA}$. A relação volume de vazios/volume total se mostra similar à relação da perda de oxigênio estimada para a reação de formação da hematita por desidratação da goethita. Uma vez formada a unidade básica, a dimensão dos vazios e das partículas de hematita permanecem aproximadamente as mesmas sob condições de temperatura constante. A transformação global (*bulk*) se desenvolve rapidamente com a criação de novas unidades vazio-hematita adjacentes às iniciais;
- com o aquecimento contínuo a $250\text{--}300^{\circ}\text{C}$, os cristalitos de hematita crescem por processos de difusão e coalescência superficial, resultando em cristais aciculares incompletamente ordenados e convertendo os microporos em mesoporos. A temperaturas maiores que 600°C , a ordenação é completada, gerando um material

totalmente cristalino, com o gradual desaparecimento dos poros e a sinterização dos cristais (adesão dos cristais com o aumento da temperatura, acompanhada de adensamento e progressivo fechamento dos vazios).

A Figura 3.1 ilustra um resumo dessa reação.

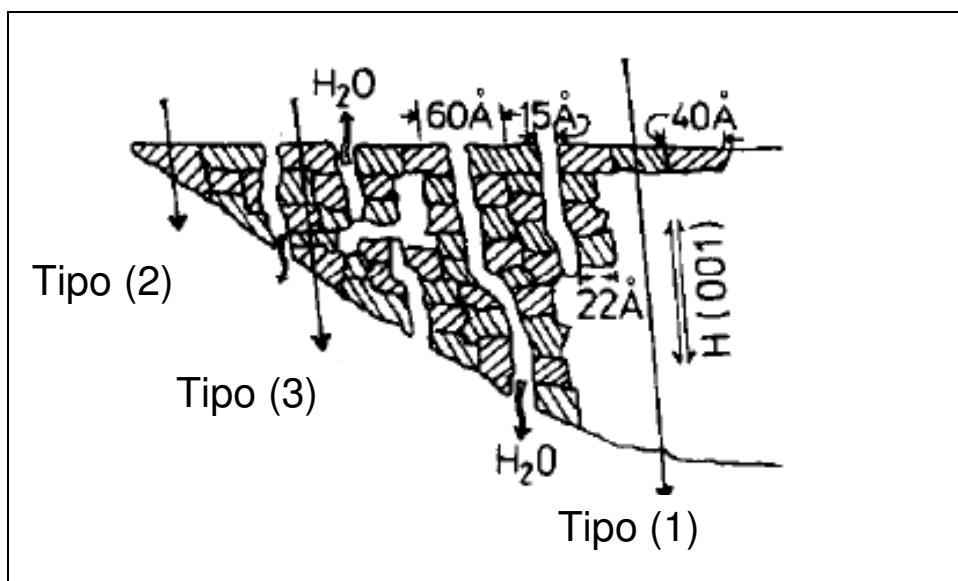


Figura 3.1 – Diagrama esquemático do mecanismo de transformação da goethita para hematita. Padrões analíticos identificados: cristal inicial da goethita (tipo 1), cristalito de hematita (tipo 2) e cristálicos geminados de hematita (tipo 3).

Na Figura 3.1, as áreas hachuradas em diferentes direções representam cristais geminados de hematita, e as áreas sem hachuras representam vazios. A parte à direita da figura representa a goethita em estado original não transformada. Três padrões analíticos foram identificados: cristal inicial da goethita (tipo 1), cristalito de hematita (tipo 2) e cristálicos geminados de hematita (tipo 3).

Naono et al. (1987), em estudo da decomposição térmica de amostra de goethita (mineral natural), apresentaram o grau de desidratação e decomposição em função da temperatura, conforme Tabela 3.3.

Um bloco mineral de 5cm foi moído, lavado com água destilada e em seguida seco a 80 °C no ar. Depois da goethita ter sido desgaseificada sob uma pressão reduzida de 10^{-3} Pa

a 25 °C por 4 h, foram realizados aquecimentos à vácuo em várias temperaturas entre 200 e 700 °C.

Tabela 3.3 – Condições de desidratação da goethita, perda em massa e grau de decomposição.

Condições			Perda de massa (%)	Grau de decomposição (%)
Teste	T (°C)	t (h)		
A	25	4	0,0	0
B	200	2	1,4	0
C	230	2	2,8	14
D	250	2	4,4	30
E	250	4	6,1	47
F	250	6	7,1	57
G	250	8	8,7	73
H	300	10	10,6	92
I	400	8	11,0	96
J	500	4	11,2	98
K	600	4	11,3	99
L	700	4	11,4	100

Balek e Šubrt (1995) apresentam uma discussão detalhada do mecanismo proposto. A Figura 3.2 ilustra os resultados de análises térmicas (TGA - *thermal gravimetric analysis*, DTA - *differential thermal analysis* e ETA - *emanation thermal analysis*) para a desidratação de goethita sintética.

A termogravimetria provê informação relacionada à perda de massa do óxido em função da temperatura. A análise termodiferencial envolve a diferença de temperatura entre um composto inerte e a da amostra em estudo. As diferenças são percebidas se reações ocorrem e liberam ou consomem energia, ou seja, se são exotérmicas ou endotérmicas, respectivamente. A análise de emissão térmica se baseia na medição da liberação de gases inertes (radioativos) previamente introduzidos nas amostras a serem estudadas. A liberação do gás inerte torna possível monitorar alterações na área superficial específica, morfologia e estrutura cristalina do sólido nas condições *in situ* do seu tratamento térmico. Resultados de ETA usualmente complementam resultados de TGA, DTA e DRX, dentre outros (BALEK et al., 2002).

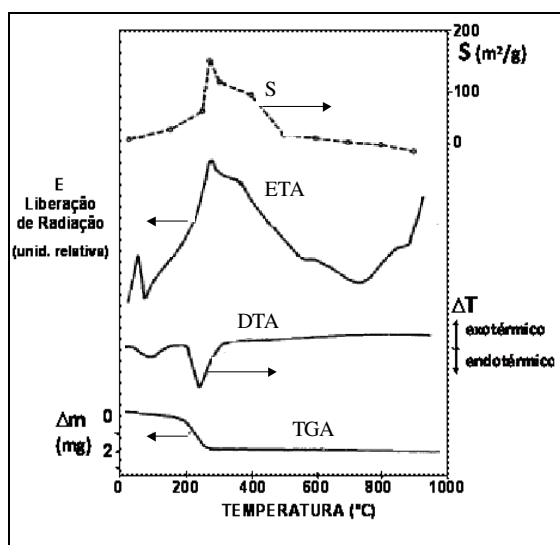


Figura 3.2 – Resultados de ETA, DTA, TGA e superfície específica durante aquecimento de goethita.

A Figura 3.3 apresentada por Pérez–Maqueda et al. (1999) ilustra um comportamento similar de goethita sintética durante desidratação de amostra previamente tratada a 110°C por uma hora para retirada de água fisicamente ligada.

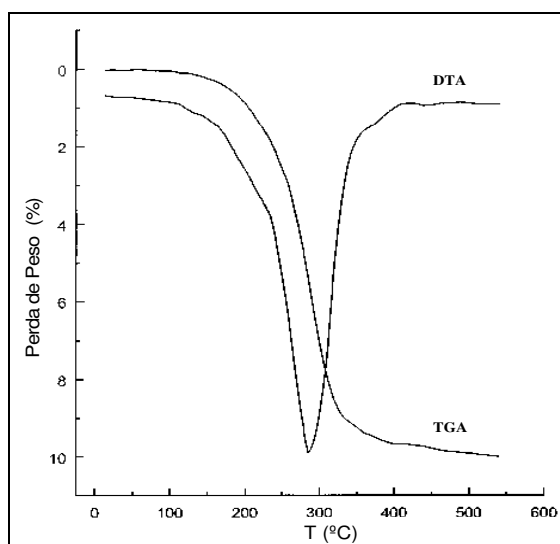


Figura 3.3 – Curva de termogravimetria de amostra de goethita previamente tratada a 110°C para remoção de água de hidratação.

As seguintes observações foram apontadas nesses estudos (BALEK e ŠUBRT, 1995; PÉREZ–MAQUEDA et al., 1999):

- nas curvas de TGA e DTA são observados somente os efeitos correspondentes as perdas de água fisicamente ligada e estruturalmente ligada, 130°C e 275°C, respectivamente;
- formação de microporos nas partículas desidratadas na faixa de 70-310°C (ETA);
- desaparecimento de microporos por acumulação em mesoporos em temperaturas acima de 350°C (ETA, área superficial específica);
- maior mobilidade dos átomos na rede cristalina, anisotropia na hematita e sinterização interpartículas, com decréscimo adicional da área superficial específica na faixa de 720-850°C;
- intensiva aglomeração e sinterização interpartículas, resultando em grandes partículas de hematita de forma irregular a partir de 850°C.

A Figura 3.4, apresentada por Balek e Šubrt (1995), ilustra as fases de aglomeração e sinterização durante a transformação térmica da goethita.

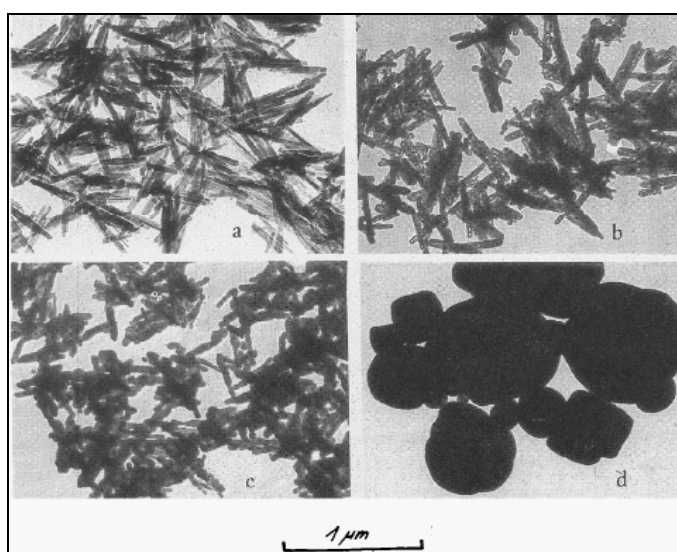


Figura 3.4 – Micrografias da transformação da goethita a diferentes temperaturas
(a) amostra original inicial; (b) 520°C; (c) 680°C e (d) 850°C.

Walter et al. (2001) discutiram o duplo pico verificado em estudo de desidratação de goethita sintética. Relataram não ter identificado evidências de fase intermediária durante o processo de transformação. Relacionaram o duplo pico com as dimensões do

cristal original, causando a desidroxilação em duas etapas, mas sem formação de fase intermediária específica.

Segundo Landers et al. (2009), hematitas formadas a partir da desidratação da goethita a baixas temperaturas (300-400°C) são desordenadas, ainda com conteúdo de água estrutural, enquanto as formadas a altas temperaturas (600-800°C) não contêm água na rede e são estruturalmente mais organizadas.

3.1.6.1.2 Goethita em processos de sinterização

Yang e Witchard (1998) e Yang et al. (2000), em estudos da sinterização de *blends* de concentrado magnetítico com minérios hematíticos e goethíticos, citaram a utilização pela maioria das siderúrgicas chinesas de concentrados de magnetita como carga base de *blends* com diferentes níveis de finos de hematita e goethita importados. A sinterização, deste modo, se tornou muito importante para o uso efetivo desses minérios importados. Buscaram identificar as causas da queda de desempenho na sinterização desses *blends*, assim como o desenvolvimento de condições apropriadas para utilização desses novos minérios.

Segundo os autores, para a maioria das sinterizações chinesas, os concentrados magnetíticos eram a principal fonte de minério de ferro. Apesar das grandes reservas internas, a demanda por minério era muito maior do que as minas podem produzir. Por isso, a importação se fez necessária em quantidades significativas. A maioria das siderúrgicas chinesas utilizava uma base de concentrados magnetíticos em *blends* com diferentes níveis de finos importados.

Os autores discutiram o processo de granulação como uma etapa crítica devido à sua influência na permeabilidade do leito e na produtividade. Estudaram diferentes tipos de aglomerantes (orgânicos/inorgânicos, cal, derivados de açúcar) e propuseram, ainda, a pré-aglomeração dos finos como forma de aumento da produtividade, sem deteriorar a resistência física do *sinter* e sem o aumento do consumo de coque.

Entre os aglomerantes estudados, destaca-se o açúcar (sacarose), devido ao seu efeito de fechamento de poros e redução na umidade do pelotamento.

Devido à porosidade da goethita, para a produção de granulados densos, resistentes e grosseiros identificou-se como essencial a utilização de tambores com grande diâmetro e comprimento, maior tempo de residência e maior adição de água.

A literatura indica claramente que, desde o início da década de 1980, a indústria siderúrgica japonesa despendeu atenção considerável ao desenvolvimento de tecnologia apropriada de sinterização para *blendings* com alta proporção de minérios goethíticos.

As características dos minérios de ferro utilizados no Japão se alteraram drasticamente desde a década de 80, devido, especialmente, ao aumento do uso de minérios australianos contendo grandes proporções de goethita. Tipicamente, triplicou a proporção de minérios pisolíticos (minérios goethíticos grosseiros). Posteriormente, os grandes depósitos de minérios de goethita fina denominados “Marra Mamba”, tiveram sua exploração e exportação iniciada. Como tais minérios afetaram não só a produtividade, como também as propriedades metalúrgicas dos *sinters* produzidos, um amplo e sistematizado projeto de pesquisas denominado “*Research Project for Porous Meso-Mosaic Texture Sinter*” foi desenvolvido no período de 2001-2004. Ele visou superar as dificuldades do uso de grandes quantidades de goethita na *sinterização* e ao mesmo tempo melhorar a qualidade do *sinter*. Kawaguchi e Usui (2005) apresentaram um resumo dos principais resultados desse projeto. Aizawa e Suwa (2005), Loo (2005), Machida et al. (2005), Okazaki e Higuchi (2005) e Otomo et al. (2005) apresentaram estudos específicos integrantes desse projeto.

Desde então, vários depósitos de minério goethítico, minérios pisolíticos e minérios Marra Mamba de alta PPC foram desenvolvidos de forma mais intensa.

Kawaguchi e Usui (2005) apresentaram a discussão dos estudos fundamentais e de aplicação, desenvolvidos para utilização de minérios com alta proporção de goethita. Minérios goethíticos têm na sua composição original água de cristalização e porosidade

elevada e quando sujeitos a processos térmicos resultam em materiais com trincas, microporos e muito reativos. Quando blendados em grandes quantidades para a produção de *sinter*, a reação de assimilação das partículas na fase fundida tem sua velocidade naturalmente aumentada, fazendo o processo ser mais receptivo à formação de poros e micro-poros interpartículas, os quais têm um forte efeito na resistência a frio do *sinter*. Em minérios goethíticos, a formação de poros, devido a processos térmicos, é regulada pelo conteúdo de água de cristalização e a assimilação pela fase fundida é regulada por essa porosidade.

Desse modo, diversos estudos para definição de *blends* adequados à utilização de minérios goethíticos foram conduzidos com base nas propriedades de porosidade após desidroxilação, velocidade de assimilação/ taxa de óxidos minerais na fase fundida e estrutura do leito. Os estudos demonstraram que para reduzir a formação de poros no *sinter* e obter uma massa sinterizada com vazios grosseiros e alta resistência, a velocidade de assimilação da fase fundida deveria ser reduzida, ao invés de simplesmente prolongar o tempo de residência em alta temperatura e culminaram com um conjunto de proposições:

- redução da velocidade de elevação da temperatura;
- granulação seletiva, permitindo um leito de indução com volume de vazios adequados para permeabilidade do leito e uma massa de pelotas curadas, produzidas com o material goethítico, com baixa velocidade de assimilação pela fase fundida.

A Figura 3.5 ilustra um diagrama esquemático do processo proposto.

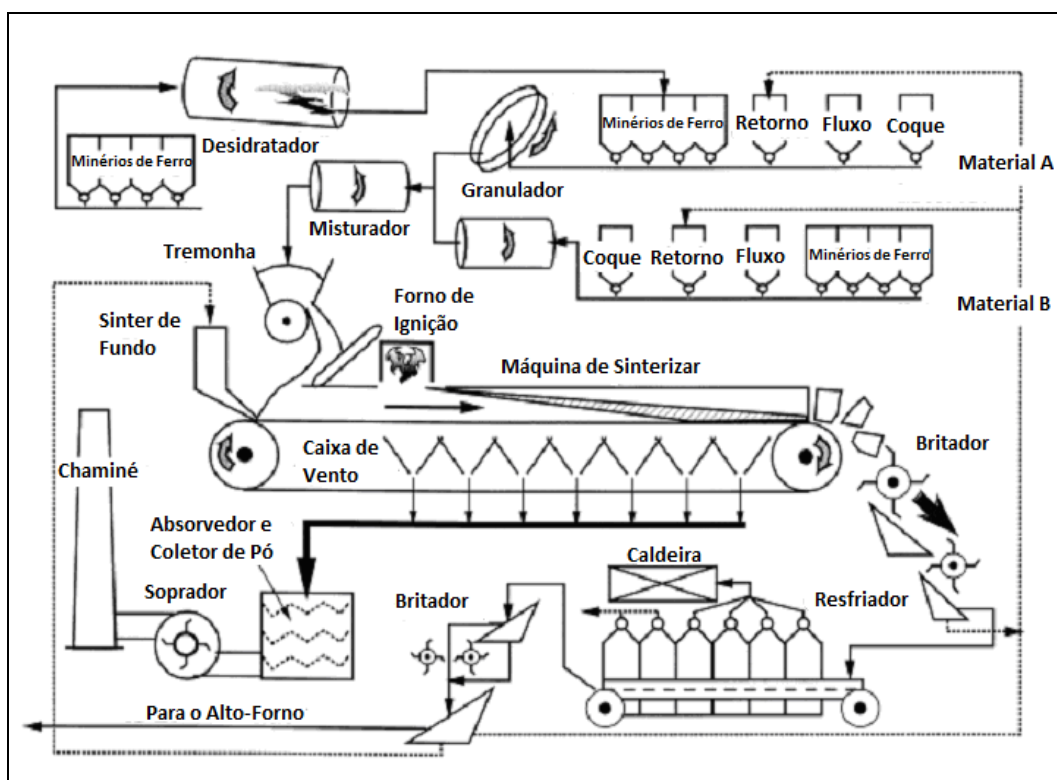


Figura 3.5 – Diagrama esquemático do processo de sinterização proposto para adequação e maior incorporação na utilização de minérios com valores de PPC mais elevados.

3.1.6.1.3 Suscetibilidade magnética em processos de sinterização

Os *sinters* de minério de ferro são constituídos por hematita, magnetita, silicoferrita de cálcio e alumínio (SFCA) e fases de composição silicática.

Magalhães (2003), em estudo sobre mineralogia, microestruturas, química mineral, comportamento magnético e controle de qualidade de minérios de ferro do quadrilátero ferrífero e *sinters* industriais, apresentou discussão sobre alguns aspectos de interesse para o presente estudo.

A sinterização gera uma fase cristalina totalmente nova, a silicoferrita de cálcio e alumínio (SFCA), que ocorre em dois tipos de trama: cristais associados à magnetita e cristais intercrescidos a fases silicáticas.

Quando associada à magnetita, a SFCA corresponde a uma fase formada às expensas desse mineral, fato evidenciado pelo pseudomorfismo de SFCA sobre magnetita e pelas bordas corroídas desse mineral no contato entre fases. A SFCA intercrescida a fases silicáticas compreende, em geral, cristais nas formas tubulares finas e aciculares, com limites corroídos, caracterizando o resfriamento relativamente abrupto da mistura.

Além desses dois tipos de trama, observa-se a associação de silicoferrita com hematita, na qual há o crescimento de SFCA sobre a borda de agregados de hematita ou o seu desenvolvimento intergranularmente aos cristais desse mineral.

A formação de silicoferritas ocorre em função das reações dos óxidos de ferro com os fundentes presentes na carga a sinterizar. Sua formação é consequência da desestabilização de calcioferritas na zona de combustão, na qual, concomitantemente, há a incorporação de Al_2O_3 e SiO_2 em sua estrutura cristalina. Condições relativamente moderadas de fugacidade de O_2 e temperaturas na faixa de 1255 a 1345°C favorecem sua formação.

Com relação às tramas e morfologias das fases silicáticas verifica-se: as mesmas podem distribuir-se intergranularmente à hematita ou magnetita; intergranularmente à magnetita e/ou hematita e com SFCA intercrescida; podem corresponder a núcleos arredondados envoltos por cristais de magnetita. As fases silicáticas correspondem deste modo, tanto a material neoformado, ou seja, fundentes misturados à parte dos minérios e à ganga, que sofreram fusão parcial devido às elevadas temperaturas de sinterização, bem como a material utilizado como fundente parcialmente preservado.

Os seguintes comportamentos relativos a correlações com a suscetibilidade magnética foram observados nos estudos de Magalhães (2003): tendência inversa com SFCA, o que é bem apropriado, pois a formação dessa fase deve implicar em desequilíbrio de magnetita no sistema; uma tendência positiva com a porosidade, ou seja, sugere que a formação de vesículas durante a sinterização permite a mobilização de gases na mistura a sinterizar, provocando microambientes mais redutores, favorecendo a formação de magnetita.

Segundo Magalhães (2003), acredita-se que existam pelo menos três formas de cavidades na microestrutura dos *sinters*: poros herdados da trama original dos minérios; cavidades geradas durante a sinterização devido à liberação de voláteis (O_2 , CO e CO_2), correspondendo a microrregiões que funcionam como ambiente favorável a reações na carga; empacotamento das partículas de *sinter feed*.

A afinidade da magnetita com SFCA é destacável, sendo desenvolvida uma associação típica do processo de sinterização, magnetita mais SFCA, inclusive, com formação de pseudomorfos de SFCA a partir da magnetita.

3.2 Estudos para aproveitamento de recursos minerais com altos valores de PPC no Complexo Alegria

Desde 1977, a Samarco realiza a lavra e o beneficiamento de minério de ferro itabirítico, localizado nos municípios de Mariana e Ouro Preto (MG), e a pelotização do concentrado obtido, no município de Anchieta (ES). Atualmente, a empresa lavra minérios de duas minas do Complexo Alegria, conhecidas como Alegria Norte e Alegria Sul. O planejamento de lavra futura prevê a utilização da área denominada Alegria Centro, localizada entre as duas primeiras.

Recentemente, os recursos minerais e reservas foram atualizados com base em volumes e qualidades, ocorrendo uma certificação de reserva com volume de 2,1 bilhões de toneladas, a partir de auditoria externa, segundo padrões internacionais e considerando exigências JORC e SEC.

A definição dos teores de corte foi realizada por meio de estudos de otimização de cava, com avaliação de diferentes cenários, contemplando simulações de diferentes teores de corte, preço de produto e especificação de qualidade final de ROM.

A Tabela 3.4 ilustra os teores de corte considerados para as diferentes áreas de lavra.

Tabela 3.4 – Teores de Corte – Mina de Alegria Samarco.

Teores de corte (%)			
Critérios	Alegria sul	Alegria centro	Alegria norte
Fe $\geq$	34,5	34,0	34,0
PPC <	4,5	6,0	5,5
+3/8" $\leq$	80,0	80,0	80,0

Com os teores de corte definidos, a seguinte classificação foi elaborada e adicionada ao modelo de blocos:

- minério: todo minério de ferro indicado + blocos medidos que foram designados como minério no modelo de recursos e que atendam às condições de teor de corte da Tabela 3.4;
- material de teor marginal: todo minério de ferro indicado + blocos medidos que não atendam às condições de teor de corte da Tabela 3.4, mas que foram previamente designados como minério no modelo de recursos;
- estéril: todo o material restante no modelo de recursos (incluindo os blocos inferidos designados como minério no modelo de recursos).

O presente trabalho, iniciado em 2008, antes dessa recente certificação, utilizou como referência a cava otimizada, considerada no estudo de viabilidade do Projeto Terceira Pelotização. A definição das formações ferríferas estudadas teve como base o modelo de blocos utilizado na ocasião para as diferentes áreas do Complexo Alegria. A partir dos teores de corte para Fe, PPC e 3/8", foram estimados os volumes e as qualidades dos materiais esterilizados ou classificados como marginais, em função de suas granulometrias e graus de hidratação.

A Tabela 3.5 ilustra a estimativa média de volumes e qualidades dos materiais esterilizados dentro da cava otimizada em função da granulometria – materiais compactos com fração acima de 3/8" maior do que 80%.

Tabela 3.5 – Formação ferrífera considerada estéril na cava P3P em função da granulometria (+3/8" > 80%).

Classes de PPC	Massa (t)	Teores (%)					+3/8"	+100#	- 325#
		PPC	P	Fe	Al ₂ O ₃	HE			
Alegria norte									
≥0,0 e <3,5	57.211.285	2,52	0,033	39,98	0,43	29,53	86,68	94,05	1,85
≥3,5 e <8,0	32.693.559	4,76	0,050	38,99	0,53	17,76	86,96	94,58	1,88
≥8,0	863.492	8,71	0,074	43,76	1,00	8,62	88,12	96,01	1,55
Total	90.768.336	3,39	0,039	39,66	0,47	25,09	86,79	94,26	1,86
Alegria centro									
≥0,0 e <3,5	12.432.750	2,64	0,053	40,88	0,33	19,64	86,54	94,99	1,75
≥3,5 e <8,0	5.659.500	5,02	0,071	40,10	0,45	12,89	85,12	94,22	2,57
≥8,0	2.389.750	8,89	0,149	44,24	0,68	8,86	92,50	97,60	1,43
Total	20.482.000	4,02	0,069	41,05	0,40	16,52	86,95	95,09	1,94
Alegria sul									
≥0,0 e <3,5	11.571.788	2,07	0,034	38,23	0,38	32,63	82,89	93,04	2,54
≥3,5 e <8,0	1.161.523	4,11	0,052	38,05	0,64	22,19	82,50	93,25	2,32
≥8,0	48.520	8,74	0,066	37,64	2,00	14,89	80,52	91,83	2,33
Total	12.781.831	2,28	0,035	38,21	0,41	31,61	82,85	93,05	2,52
Total (Alegria norte - centro - sul)									
≥0,0 e <3,5	81.215.823	2,47	0,036	39,87	0,41	28,46	86,12	94,05	1,93
≥3,5 e <8,0	39.514.582	4,78	0,053	39,12	0,52	17,19	86,57	94,49	1,99
≥8,0	3.301.762	8,84	0,128	44,02	0,78	8,89	91,18	97,10	1,47
Sub-Total ¹	120.730.405	3,23	0,042	39,62	0,44	24,77	86,26	94,19	1,95
Total	124.032.167	3,38	0,044	39,74	0,45	24,35	86,41	94,27	1,94

¹Sub-total considerando classes de PPC ≥0,0 e <3,5 e ≥3,5 e <8,0

A Tabela 3.6 ilustra a estimativa média de volumes e qualidades dos materiais esterilizados dentro da cava, otimizada em função da PPC – friáveis com valor de PPC acima ou igual a 3,5% e abaixo de 8,0%.

Tabela 3.6 – Formação ferrífera friável (+3/8" < 80%) considerada estéril na cava P3P em função do valor de PPC acima ou igual a 3,5%.

Classes de PPC	Massa (t)	Teores (%)					+3/8"	+100#	- 325#
		PPC	P	Fe	Al ₂ O ₃	HE			
Alegria Norte									
≥0,0 e <3,5	583.053.503	2,41	0,035	42,18	0,60	34,82	45,58	70,21	11,33
≥3,5 e <8,0	489.449.057	5,04	0,064	45,35	0,81	22,32	43,77	72,26	11,20
≥8,0	62.524.642	9,17	0,112	51,55	0,99	9,83	37,73	74,02	10,73
Total	1.135.027.202	3,92	0,052	44,06	0,71	28,05	44,37	71,31	11,24
Alegria Centro									
≥0,0 e <3,5	133.240.253	2,49	0,041	43,15	0,56	23,28	54,30	78,38	7,54
≥3,5 e <8,0	119.281.253	4,88	0,064	45,02	0,74	14,37	54,55	79,12	8,49
≥8,0	3.341.250	8,43	0,132	48,90	0,87	7,69	58,53	80,49	10,66
Total	255.862.756	3,68	0,053	44,10	0,65	18,93	54,47	78,75	8,02
Alegria Sul									
≥0,0 e <3,5	652.444.844	2,22	0,036	38,27	0,58	31,33	49,19	72,88	10,01
≥3,5 e <8,0	180.886.183	4,61	0,053	39,21	0,87	20,37	45,70	73,51	11,16
≥8,0	7.518.385	8,75	0,069	44,36	2,15	18,47	29,98	66,05	14,80
Total	840.849.412	2,79	0,040	38,52	0,66	28,86	48,27	72,95	10,30
Total (Alegria Norte - Centro - Sul)									
≥0,0 e <3,5	1.368.738.600	2,33	0,036	40,41	0,59	32,03	48,15	72,28	10,33
≥3,5 e <8,0	789.616.493	4,92	0,061	43,89	0,81	20,67	45,84	73,58	10,78
≥8,0	73.384.277	9,09	0,109	50,69	1,10	10,62	37,88	73,50	11,14
Sub-Total ¹	863.000.770	5,27	0,065	44,47	0,84	19,82	45,16	73,58	10,81
Total	2.231.739.370	3,47	0,048	41,98	0,68	27,31	47,00	72,78	10,52

¹Sub-total considerando classes de PPC ≥3,5 e <8,0

Desse modo, foram considerados como materiais potenciais para o presente estudo aqueles com valor de PPC acima ou igual a 3,5% e abaixo de 8,0%, totalizando cerca de 800 milhões de toneladas. Como parte desse material já está sendo incorporado nos *blendings* atuais, estima-se que cerca de 500 milhões de toneladas seja o potencial a ser viabilizado com desenvolvimento de novas rotas tecnológicas.

A influência negativa dos concentrados com elevados valores de PPC na produtividade e na qualidade do processo de pelletização é conhecida. Portanto, o objetivo deste trabalho foi o estudo da possibilidade de sua minimização por meio de calcinação.

Apresentam-se, a seguir, os principais estudos realizados com minérios de altos valores de PPC, relacionados diretamente à evolução da base de conhecimento e desenvolvimento de rotas alternativas para o seu aproveitamento.

3.2.1 Tipologia dos minérios de ferro da Mina de Alegria

A Samarco iniciou suas atividades lavrando e beneficiando um corpo de minério muito homogêneo (Mina do Germano) quanto às suas características químicas, físicas e mineralógicas (minério essencialmente especularítico). Até 1992, a lavra era realizada apenas nessa mina e o desenvolvimento tecnológico ocorrido nesse período levou a empresa a atingir patamares ótimos de produção e de qualidade. O modelo geológico-tipológico existente para essa jazida era relativamente simples e a divisão dos tipos de minério era baseada em variáveis físicas, químicas e testes de processo de concentração. Esses minérios apresentavam, no geral, grande facilidade de flotação, pequena geração de lama e boa recuperação metálica global.

Com a exaustão da Mina de Germano, a Samarco passou a lavar uma de suas áreas localizada no Complexo de Alegria denominada Alegria 3/4/5. As dificuldades de processamento dos minérios cresceram enormemente devido à grande diversidade entre os tipos de itabiritos, relativamente às suas características físicas e principalmente com relação à composição mineralógica. Dificuldades de cominuição do minério e grande geração de lama, em função de uma maior hidratação dos itabiritos, afetaram drasticamente o desempenho do processo de flotação. Da mesma forma, houve necessidade de ajuste das variáveis dos processos de filtragem, mistura, pelotamento e queima das pelotas, de modo a garantir produtividade e qualidade física, química e metalúrgica do produto final (ROCHA, 2008).

A partir desse momento, estudos sistemáticos passaram a ser desenvolvidos tanto para o estabelecimento de modelo geológico-tipológico, como para a caracterização tecnológica de áreas específicas. Rocha (2008) apresentou a descrição geral dos tipos de itabiritos presentes no Complexo Alegria.

Essas informações, em conjunto com o conhecimento da localização espacial dos diversos tipos de minério nas jazidas (por meio das seções verticais e horizontais), auxiliam o planejamento de lavra e controle de qualidade na geração de *blends* de minério adequados a produzirem concentrados e pelotas de qualidade. As bases de dados são atualizadas continuamente com o avanço das sondagens de pesquisa e apoio ao planejamento de lavra.

Estudos de caracterização tecnológica de diferentes minérios do Complexo Alegria, incluindo reservas da Samarco, foram conduzidos em vários estudos, contemplando diferentes aspectos, como características na redução de fósforo, aproveitamento de minérios goethíticos-limoníticos e anfibolíticos, caracterização tecnológica de áreas específicas, caracterização mineralógica, de textura e de anisotropia, tipos e variedades morfológicas de goethita, sendo citados: Feitosa et al. (1993), Rabelo (1994), Souza Junior (1994), Casquet (1996), Rosière et al (1996), Rocha (1997, 2008), Veríssimo (1999), Santos e Brandão (2003), Costa (2005) e Magalhães et al (2007).

Feitosa et al. (1993) realizaram determinações mineralógicas no minério Alegria e definiram seus principais constituintes:

- a hematita porosa (hematita martítica) é o constituinte mais abundante da jazida de Alegria, que é de formação secundária, fruto de martitização das magnetitas primárias, em função das alterações ambientais, principalmente Eh-pH;
- especularita (hematita especular), constituinte menos abundante que o anterior, está associada aos minérios mais “limpos”, ou seja, menos aluminosos e fosforosos;
- goethita, que pode estar dentro de grãos de hematita porosa, sendo produto da martitização das magnetitas ou pode ter hábito botrioidal e ser produto de intemperismo;
- magnetitas residuais, presentes em pequena proporção;
- quartzo, que é o principal mineral de ganga.

Rosiére et al. (1996) estudaram as características mineralógicas, de textura e anisotropia dos minérios de ferro do Quadrilátero Ferrífero, incluindo áreas da Mina de Alegria,

como parâmetros geometalúrgicos. Demonstraram a importância da mineralogia e do arranjo dos cristais no minério de ferro na geração de finos e em suas propriedades metalúrgicas.

Santos e Brandão (2003) estudaram a caracterização mineralógica e microestrutural de minérios de ferro do Complexo Alegria por meio da utilização de várias técnicas analíticas integradas. Foi verificada a ocorrência abundante de goethita com variedades morfológicas, de textura e de composição. A grande ocorrência desse mineral, principalmente goethita terrosa, gera uma grande quantidade de finos e de material poroso durante o processamento, aumentando a superfície específica e influenciando de forma importante a pelotização desses concentrados.

Segundo Magalhães et al. (2007), apesar de o entendimento sobre o comportamento da goethita ser muito importante na mineração e no processamento de minérios de ferro, a maior parte dos estudos sobre esse mineral está relacionada a pesquisas de solos, saprólitos e lateritas. Nesse mesmo trabalho, descreve os tipos de goethita encontrados no quadrilátero ferrífero a partir de três diferentes *blends* de minérios e as implicações no processo de sinterização. As seguintes morfologias de goethita foram identificadas:

- coloforme: corresponde a porções de goethita com crescimento concêntrico, que são identificados por diferentes nuances de cores. A microporosidade é claramente observada. Alguns autores usam o termo botrioidal para descrever esse tipo de goethita de minérios de ferro do Quadrilátero Ferrífero;
- maciça: o termo se refere ao crescimento aparentemente contínuo, sendo a microporosidade menos acentuada nesse tipo;
- granular e lamelar/fibrosa: porosidade intergranular muito significativa é observada;
- aspecto terroso: aspecto terroso, de cor ocre e superfície rugosa. A microporosidade é a característica deste tipo.

Do ponto de vista de composição química, algumas diferenças foram identificadas: goethitas portadoras de Si-Al-P: tipo comum; ricas em Al_2O_3 (acima de 5% em peso), tendo Si e P como outras impurezas; portadoras de MnO (acima de 1% em peso), tendo

Si, Al e P como impurezas presentes. A relação entre microporosidade, área superficial específica e quantidade de impurezas está muito clara para esse mineral.

Segundo Netto (2001), os processos geológicos e geoquímicos, que controlam a dispersão dos elementos químicos na superfície da terra e nas regiões próximas das superfícies, são de grande interesse e preocupação ao homem. Dentre esses processos, o intemperismo das rochas e a consequente formação de novas fases minerais são governados por reações químicas que se iniciam nas interfaces entre sólidos, líquidos e gases e, em sua maioria, ocorrem na escala de tempo geológico, de difícil observação. Em solos lateríticos, a goethita apresenta-se como uma das fases minerais mais abundantes, devido à acumulação relativa em ferro e alumínio, assim como, nas formações residuais geradas a partir da alteração superficial sobre rochas mineralizadas em sulfetos de metais base, tais como chapéus de ferro. A goethita também é encontrada no meio aquático, sendo um constituinte comum dos sedimentos em suspensão e de fundo, associando-se de forma complexa com outros argilominerais, matéria orgânica e inclusive microorganismos.

Rocha (2008) afirmou que o itabirito anfíbolítico é um tipo abundante nas diversas áreas de Alegria e é reconhecido pela presença de anfíbolios alterados à goethita e, menos frequentemente, a quartzo, além da sua coloração castanha (ocre) acinzentada. A goethita (pseudomorfa + botrioidal + terrosa) e a martita são os minerais essenciais dessa rocha. Ora a goethita é o mineral predominante, ora a martita o é. Especularita e magnetita estão presentes em pequenas proporções. O principal mineral de ganga é o quartzo, que se apresenta liberado em todas as faixas granulométricas inferiores a 0,149mm. Normalmente, os itabiritos anfíbolíticos apresentam altos teores de P e Al. Por terem a goethita como um dos principais minerais, apresentam também um alto grau de PPC. Uma vez que até o momento não foram identificados minerais portadores de fósforo, a presença de P está associada principalmente aos minerais hidratados de ferro (goethita). Isso foi determinado por Rabelo (1994), que estudou a localização desse elemento nos minérios de Alegria 3/4/5 e posteriormente comprovado por Souza Junior (1994) em seus estudos nos itabiritos anfíbolíticos de Alegria. O mesmo pode ser

dito do alumínio, quando não observados minerais portadores deste elemento (caulinita e mica).

3.2.2 Beneficiamento de minérios com altos valores de PPC

Souza Junior (1994), realizando a caracterização tecnológica de minério de ferro anfíbolítico da mina de Alegria, concluía, já naquela ocasião, que o fósforo e a quantidade de lamas eram os fatores limitantes para a utilização direta desses minérios em larga escala. O seu uso poderia ser viabilizado por meio de *blends* com outros tipos de minério.

Em estudo interno na Samarco foi apresentada uma ampla e detalhada discussão sobre a evolução do processo de beneficiamento dos minérios do Complexo Alegria – Samarco, culminando na definição das rotas e premissas otimizadas aplicadas recentemente nos projetos de novos concentradores. É ressaltada a busca pela manutenção e pelo aprimoramento da filosofia fundamental do concentrador original na mina de Germano no Complexo Alegria: garantia de fluxo de minério por meio da simplicidade do circuito, em vez de se introduzirem etapas que, apesar de possibilitar determinados ganhos de processo, poderiam dificultar a operacionalidade, perdendo a garantia de fluxo e não materializando os ganhos estimados. Cominuição para liberação adequada e deslamagem eficiente são fatores essenciais. O grande desafio superado foi a exaustão da mina de Germano (minério especularítico com baixíssimo conteúdo de lamas) e o início de alimentação das instalações com minérios das minas de Alegria, minério mais grosseiro e mais duro na moagem primária, conteúdo de lamas significativamente mais elevado, exigências de maior tempo de flotação e maior produtividade na moagem secundária (SAMARCO MINERAÇÃO S.A, Relatório Interno, 2005).

Resende (2009), estudando a influência da PPC na sedimentação de um concentrado de minério de ferro da Samarco, ressaltou alguns aspectos relevantes relativos ao beneficiamento de minérios com altos valores de PPC:

- a goethita é o principal responsável pelos teores de PPC nos minérios de Alegria;

- a presença de goethita mostra alta correlação com os teores de PPC e densidade específica dos sólidos;
- com a elevação dos teores de PPC, verifica-se queda na produtividade das instalações de concentração, elevação no consumo de reagentes (amido e soda) e na superfície específica dos concentrados;
- a goethita é responsável pelo aprisionamento de conteúdos importantes de fósforo nos minérios.

Esse trabalho confirmou estudos anteriores que apontaram alta correlação entre valores de PPC e percentuais de goethita. Dados dos *batches* de bombeamentos de concentrados remóidos entre os anos de 2000 a 2003 indicaram coeficientes de correlação, variando de 0,9129 a 0,9876.

3.2.2.1 Cominuição

Os processos convencionais de britagem são muito bem conhecidos e com prática industrial otimizada, incluindo-se britadores cônicos, britadores de impacto e peneiras de grandes dimensões de última geração.

Na Samarco, até o presente momento, os materiais mais compactos (+3/8" > 80%) são normalmente considerados como estéril, tanto pelo seu custo de processamento, como pelas performances das operações unitárias para sua concentração. Eventualmente, esses materiais também apresentam altos teores de PPC.

A britagem atual consiste de um circuito a seco muito simples. O peneiramento primário é realizado em peneiras banana em dois *decks*. O *undersize* do segundo *deck* é produto final. O *oversize* do primeiro *deck* alimenta uma britagem cônica e o do segundo *deck* alimenta uma britagem de impacto. Os produtos das britagens retornam como carga circulante para as peneiras. Dimensionamentos cuidadosos dos equipamentos e da pilha para o produto final garantem a eficácia da solução adotada.

O maior aproveitamento de materiais compactos é o desafio relacionado à cominuição. Nesse caso, é muito importante a adequação das etapas de redução de tamanho, buscando otimização de custos de investimento, operacionais e capacidade das instalações de britagem e moagem.

A aplicação de prensa de rolos tem sido bastante estudada, verificando-se aplicações em plantas de pelotização de minério de ferro, para um afinamento adicional do *pellet feed* e consequente aumento de produtividade das etapas de aglomeração e queima. Algumas tentativas de utilização na britagem de minérios de ferro pouco compactos, incluindo na Samarco, foram realizadas, mas ainda sem confirmação de ganhos que justificassem a opção. Testes recentes confirmaram, de forma preliminar, que esses equipamentos só teriam alguma vantagem competitiva se utilizados em materiais grosseiros e compactos. Não se verificaram vantagens na aplicação em materiais similares aos atuais, se comparada com britagem convencional e moagem de bolas.

Atenção especial tem sido dada à otimização do uso de todo o potencial de geração de finos dos britadores de impacto.

Com os processos de moagem de bolas em elevado nível de eficiência, citando-se contribuições efetivas de Donda (1998) e (2003) para o seu entendimento, otimização e controle, estudos de aplicabilidade de tecnologias alternativas têm sido conduzidos com resultados promissores.

Estudos internos desenvolvidos com moinhos verticais, Isamill® e SAG, apresentaram resultados indicando significativo potencial para aplicação (SAMARCO MINERAÇÃO S.A, Relatório Interno, 2008).

3.2.2.2 Deslamagem e flotação

A diminuição dos teores de Fe dos itabiritos e a consequente elevação do conteúdo de lamas, relativo a diferenças na composição mineralógica dos materiais, tem levado a um grande esforço para a adequação das etapas de deslamagem e flotação. Adequação de

condições operacionais e de processo, modificações e desenvolvimento de equipamentos e estudos de novos circuitos têm sido práticas usuais.

Silva (1994), em estudo sobre o estado de agregação de suspensões de minério de ferro, forneceu as principais bases para o início da melhoria efetiva da eficiência no beneficiamento de materiais com valor de PPC mais elevado e maior conteúdo de lamas. A demonstração da importância da dispersão foi apresentada com a investigação da influência do pH, eletrólitos inorgânicos, polímeros e suas concentrações e de misturas de reagentes.

Estudos de aspectos, como a otimização da dispersão, geometria de ciclones, diferentes circuitos de deslamagem, aplicação de separação magnética e elutriação têm potencialidade para melhorar o desempenho dessa operação unitária no beneficiamento de minérios com alto valor de PPC.

Testes industriais recentes realizados com teores de PPC mais altos (11% acima da média usual) indicaram queda na recuperação em massa da deslamagem em cerca de 1,5%. Estima-se que a incorporação dos minérios marginais aos *blends* futuros possa acarretar teores de PPC no ROM cerca de 50% maiores que os atuais, potencializando significativamente a perda na etapa de deslamagem.

Com relação à etapa de flotação, estudos para aplicação mais intensiva de colunas e etapas de pré-concentração poderão ajudar na viabilização do aproveitamento de materiais com menores teores de ferro e maiores teores de PPC. Além de melhorar o desempenho dos processos atuais, pode ser alternativa para a redução de custos de investimento, se comparada com a rota convencional atual. Algumas tecnologias alternativas de flotação estão sendo estudadas.

Estima-se que os concentrados de flotação com valor de PPC mais alto irão conduzir a uma elevação da relação entre a superfície específica e a granulometria (%-200#). Melhoria expressiva foi obtida em relação a esse aspecto, com otimização dos circuitos de remoagem, com dupla classificação (SAMARCO MINERAÇÃO S.A, Relatório

Interno, 2005). Para atendimento aos requisitos do mineroduto com determinado grau de remoagem (5% + 200#), a experiência industrial indica que os minérios com PPC mais elevado apresentarão área superficial específica significativamente maior, interferindo diretamente nos processos posteriores de pelotização, principalmente filtragem e pelotamento.

3.2.3 Pelotização

3.2.3.1 Separação sólido – líquido

É amplamente reconhecida a influência da elevação do teor de PPC na eficiência dos processos de separação sólido/líquido, como espessamento e filtragem.

Estudos sistematizados de otimização das operações de espessamento e filtragem na Samarco iniciaram-se com Goulart (1997). Esse trabalho, desenvolvido por metodologia estatística, confirmou que os efeitos mais significativos para a produtividade da filtragem, teor de umidade do *pellet feed* e para a velocidade de sedimentação foram o pH e a porcentagem de sólidos da alimentação. Nesse estudo o PPC não se apresentou como variável significativa para o desempenho do processo, provavelmente pelos limites esproporcionais das variáveis e alta área superficial específica dos minérios estudados.

Resende (2009) estudou a sedimentação de concentrados de minérios de ferro com 1,5, 2,5 e 3,5% PPC, com os resultados demonstrando que o teor de PPC tem influência sobre a velocidade de sedimentação das partículas, sobre a clarificação do sobrenadante e sobre a porcentagem de sólidos do sedimentado. Estudou diferentes tipos de reagentes verificando seus desempenhos.

Em geral, o desenvolvimento de equipamentos e reagentes tem sido amplamente utilizado como forma de melhorar as eficiências das operações unitárias de espessamento. Espessadores *high-rate* e *high-capacity* estão sendo rapidamente difundidos nas instalações industriais por apresentarem resultados diferenciados.

No caso da filtração, novas tecnologias têm sido testadas como alternativa aos filtros a vácuo, e, ainda que de forma incipiente, sua utilização em minérios de ferro tem ganhado força com a oferta de equipamentos mais confiáveis, de mais baixo custo operacional e alta eficiência na obtenção de umidades mais baixas. Tecnologia de filtros a pressão e com discos filtrantes de cerâmica, utilizando efeito de capilaridade, têm sido testadas em minérios de ferro, já se identificando algumas operações industriais em início de operação. Testes exaustivos com essas tecnologias têm sido realizados na Samarco, na busca de viabilização do processamento de minérios com altos teores de PPC.

Fonseca (2004) comentou a aplicação de prensas de rolos nas pelotizações. A sua instalação para remoagem de *pellet feed* filtrado permitiu que processos de remoagem anteriores à filtração, em moinhos de bolas, pudessem ser realizados com menores áreas superficiais específicas. A produtividade da filtração aumenta e a umidade diminui, acarretando uma melhoria geral no processo global, com redução de custos, aumento de produtividade e melhoria de qualidade.

3.2.3.2 Porosidade em concentrados

Toríbio (2001) desenvolveu trabalho específico tratando do entendimento de algumas características intrínsecas de concentrados de minério de ferro, como: área superficial específica, porosidade, macro e microestruturas e atributos de textura.

Avaliação do efeito térmico no tamanho, na distribuição, no volume e na área superficial específica dos poros e nas mudanças estruturais foi realizada, assim como quantificação dos minerais presentes antes e após o tratamento térmico, comparação de técnicas de análise e definição de morfologias.

Verificou que a goethita se transforma em hematita a partir de 300°C e que o mineral magnetita inicia sua transformação para hematita a 600°C, a qual se completa a 900°C.

Minérios contendo altos teores de goethita requerem temperaturas mais altas ou tempos de aquecimento mais longos para a obtenção de hematita com melhor cristalinidade.

Costa (2005) realizou trabalho visando caracterizar os parâmetros de porosidade e de superfície específica nos concentrados remoídos referentes às principais categorias tipológicas de itabiritos das jazidas do Complexo de Alegria – Samarco.

Foram realizados estudos referentes à tipologia dos minérios, diferenças nas características de porosidade, eficiência nos processos de beneficiamento e à habilidade na geração de superfície específica. Foram observadas grandes diferenças de porosidade entre diferentes tipos de minério de uma mesma área e mesmo padrão de similaridade com relação à distribuição do tamanho de poros para diferentes áreas (30 a 800Å).

Mangabeira (2009) buscou verificar a existência de correlação entre a porosidade dos minérios que alimentam o processo de beneficiamento e o comportamento deles nas diferentes operações unitárias.

Foi realizada a caracterização dos parâmetros intrínsecos de porosidade do produto da moagem, *overflow* e *underflow* da deslamagem, concentrado e rejeito da flotação com diferentes amostras, assim como comparação de métodos de determinação de porosidade (PIM - Porosimetria de Intrusão de Mercúrio e PACG - Porosimetria de Adsorção-Condensação Gasosa).

Concluiu-se que a porosidade não é um parâmetro intrínseco adequado para prever o comportamento dos minérios nas diferentes etapas do beneficiamento mineral.

Esses estudos sobre porosidade consolidaram uma base teórica de conhecimento e de metodologias analíticas sobre o tema. Alguns dos aspectos abordados nesses estudos foram de utilidade na análise da molhabilidade e aglomerabilidade de materiais calcinados.

3.2.3.3 Pelotamento e queima

Os grandes desafios na utilização de *pellet feed* gerados a partir de concentrados obtidos do processamento de minérios com altos teores de PPC e baixos conteúdos de hematita especular se relacionam principalmente com:

- impacto nas produtividades e umidades na filtração a vácuo, comumente usada nesse processo;
- impacto na produtividade do pelotamento e qualidade das pelotas cruas;
- impacto na produtividade da queima e nas qualidades físicas e metalúrgicas das pelotas queimadas.

Estudos desses aspectos têm sido amplamente realizados e divulgados, contemplando diferentes abordagens e resultados. No Brasil, as pelotizações de minério de ferro utilizam exclusivamente a tecnologia *Straight-Grate*, também denominada *Travelling-Grate*, para a qual os estudos de adequação a diferentes características de *pellet feed* têm sido orientados na sua quase totalidade.

Aspectos mais diretamente relacionados com o presente trabalho, incluindo características intrínsecas dos concentrados (porosidade e altos valores de PPC), distribuição granulométrica e composição mineralógica do *pellet feed*, condições operacionais e de processo da filtração, pelotamento e secagem, assim como as influências e os impactos na qualidade, foram estudados especificamente para o processo da Samarco e relatados nos trabalhos realizados por Toríbio (2001), Fonseca (2003), Fonseca (2004), Silva (2006), Matos (2007), Costa (2008) e Rocha (2008).

Esses trabalhos de pesquisa, aliados às práticas sistemáticas de melhoria dos processos industriais, têm conduzindo a resultados expressivos de desempenho das novas plantas de pelotização, superando índices mundialmente reconhecidos, mesmo com a elevação gradual dos valores de PPC.

Os principais fatores de sucesso considerados como melhorias, em comparação às instalações mais antigas, dentre outros, são comentados a seguir:

- redução da relação área superficial específica/distribuição granulométrica dos concentrados remoídos;
- adequação de instalações de filtragem para processamento de materiais com área superficial específica mais elevada. O processamento em filtros a vácuo não deverá possibilitar a utilização, no mesmo nível de produtividade e qualidade atual, de materiais com valores de PPC acima de 3,0%, exigindo o desenvolvimento de aplicação de tecnologias alternativas, como filtragem à pressão;
- dimensionamento adequado das instalações de pelotamento;
- adequação dos perfis térmicos do processo de endurecimento, alterando os tempos relativos de secagem descendente, secagem ascendente, pré-queima, queima, pós-queima e resfriamentos;
- redução das alturas de queda de pelotas cruas e queimadas, por meio de cuidadoso trabalho de engenharia para arranjos mecânicos (durante todas as etapas de manuseio).

Fonseca (2004) estudou a influência da distribuição granulométrica e do percentual de hematita especular nas etapas de formação das pelotas cruas e queima. As principais conclusões de seu estudo são apresentadas a seguir:

- o aumento da superfície específica exerce grande influência na etapa de aglomeração: aumento da resistência à compressão das pelotas cruas, aumento da resistência à queda, redução do diâmetro das pelotas cruas para condições operacionais fixas e aumento da densidade aparente;
- para maiores valores de hematita especular e superfície específica, a quantidade de água necessária ao processo de pelotamento é menor;
- elevados teores de umidade associados a elevados valores de superfície específica conduzem à formação de aglomerados com comportamento visco-elástico e de formas instáveis;
- o aumento da densidade aparente favoreceu a formação de trincas de resiliência (ou resistência a queda) devido ao molhamento excessivo das camadas superiores do leito;

- o aumento da superfície específica exerce grande influência na etapa de queima: aumento do índice de tamboramento, redução do índice de abrasão, aumento da densidade, redução da porosidade e redução da resistência à compressão utilizando-se o mesmo perfil térmico;
- a queda da compressão está diretamente ligada à formação de trincas. Menores taxas de secagem favorecem a formação de trincas devido a choque térmico entre a secagem e pré-queima;
- a utilização de perfis de queima mais suaves minimiza a formação de trincas e maximiza a resistência à compressão;
- é observada a tendência de melhoria de todas as variáveis de resposta estudadas quando é utilizada uma maior proporção de hematita especular.

Matos (2007) estudou os efeitos no processo de secagem da temperatura, pressão, produção e granulometria da pelota seca, assim como o impacto da sua otimização no processo produtivo da Samarco. O estudo apontou que a utilização de minérios com valores mais baixos de hematita especular requerem pressões e temperaturas baixas, assim como redução de produção, para que sejam alcançados níveis de umidade e qualidade física satisfatória no processo de secagem.

Costa (2008) estudou, utilizando o método de Taguchi (engenharia robusta) o efeito de seis fatores (granulometria dos insumos calcário e carvão, teor de carbono na pelota crua, teor de CaO e MgO da pelota queimada, perfil térmico e ritmo de produção do forno de endurecimento nos resultados de resistência à compressão a frio, índice de tamboramento e grau de metalização). As principais conclusões de seu estudo, dentro dos limites de variáveis estudados, são apresentadas a seguir:

- a elevação do teor de CaO promoveu aumento da resistência à compressão da pelota queimada, possivelmente devido à maior formação de silicato de cálcio responsável pelo preenchimento de poros;
- para as variáveis estudadas, a granulometria de insumos (carvão e calcário) foi a única a afetar o grau de metalização. A granulometria está diretamente relacionada com o número de poros resultantes da queima e com o tamanho deles. Quanto menor a granulometria, menor será o tamanho dos poros e a estrutura das

- pelotas será mais uniforme em termos do tamanho e da dispersão da porosidade, favorecendo o grau de metalização;
- a elevação do conteúdo de carbono causou redução da resistência à compressão. Os efeitos sobre a compressão se relacionam com a formação de poros devido à queima do carvão, que favorece, também, a formação de magnetita;
 - o índice de tamboramento foi maximizado em faixa intermediária para o conteúdo de carbono;
 - a elevação do teor de MgO reduziu a resistência à compressão das pelotas queimadas, possivelmente devido ao aumento da temperatura de formação da primeira fase líquida, prejudicando o preenchimento de poros e a coesão intergranular da pelota queimada;
 - a suavização do perfil térmico promoveu o aumento dos resultados de resistência à compressão e do índice de tamboramento, enquanto o aumento do ritmo de produção acarretou queda em ambas as características. A utilização de perfis térmicos mais suaves deve ter permitido uma retirada mais adequada das águas de hidratação e cristalização, reduzindo o efeito do choque térmico responsável pela fragilização das pelotas quando utilizadas taxas (gradientes) muito elevadas de temperaturas nas zonas de secagem e pré-queima. A suavização do perfil deve ter permitido, também, condições favoráveis para a remoção dos gases gerados pelas reações de combustão do carvão e decomposição do calcário e magnesita;
 - discutiu os mecanismos de desenvolvimento da resistência física das pelotas, abordando a retração das partículas e formação de pólos durante a sinterização e a ocorrência de trincas e formação de estrutura *duplex* na pelota queimada.

Rocha (2008) estudou cinco amostras de itabiritos anfíbolíticos com a proposta de caracterização mineralógica deles. As amostras apresentaram valores de PPC no concentrado remóido, variando na faixa de 4,04 a 8,59%. Em condições padrão de teste em *pot grate*, somente uma das amostras permitiu concluir os experimentos planejados e, embora as eficiências das queimas tenham sido baixas, suas pelotas queimadas puderam ser avaliadas em qualidade. Os resultados de resistência à compressão e ao tamboramento ficaram bem inferiores ao de especificação da Samarco. Testes de queimas com parâmetros modificados mostraram que, com algumas modificações

simples, tais como diferentes ritmos de produção, *blend* com *pellet feed* padrão, utilização de perfil de queima mais suave e uso de aglomerante orgânico em substituição à bentonita, levaram a melhores queimas e pelotas queimadas com parâmetros dentro da especificação.

Análises termogravimétricas nos concentrados estudados determinaram as temperaturas nas quais ocorreram as maiores perdas de hidroxilas: 311 a 315°C com perdas de massas de 5,1 a 6,8%.

Com relação ao processo de endurecimento, a tecnologia *grate-kiln* é uma alternativa para outros estudos em minérios hematíticos com altos teores de PPC. O número de aplicações recentes fora do Brasil, principalmente para minérios magnetíticos, tem crescido significativamente. A avaliação de sua utilização nos aspectos inéditos de custos operacionais, na qualidade das pelotas e na capacidade dos sistemas para minérios hematíticos da Samarco está sendo realizada em estudo específico em andamento.

3.2.3.4 Calcinação de *pellet feed*

Escassa literatura específica sobre calcinação aplicada a pelletização de minérios de ferro foi identificada, incluindo pesquisa em banco de patentes.

A influência do valor de PPC é marcante na formação de trincas durante o processo de queima e na queda de produtividade do processo de pelletização, conforme mencionado anteriormente.

Estudo anterior de calcinação de *pellet feed*, em forno rotativo piloto na Samarco, com reduções de PPC a diferentes valores, registrou dificuldades de pelotamento e resistências físicas, de pelotas queimadas, abaixo do padrão usual. Mesmo oriundos de ensaios exploratórios preliminares, os resultados sugeriram a importância de verificação cuidadosa do processo de pelotamento e do grau de calcinação (redução do valor de PPC), aspectos esses considerados no escopo do presente trabalho. Após calcinação

(temperatura de 700°C na região do queimador e 500°C na descarga), a qualidade das pelotas cruas apresentou piora. Reduções adicionais nos valores de PPC com calcinação também indicaram tendência de queda na qualidade física das pelotas queimadas.

A Tabela 3.7 apresenta um resumo das condições de realização dos testes e dos resultados obtidos.

Tabela 3.7 – Resumo dos resultados de testes piloto de calcinação e pelletização de *pellet feed* de alto PPC.

Pellet feed			Calcinação	Pelotização		
Padrão	PPC (%)	Superfície Específica (cm ² /g)	PPC calcinação (%)	Compressão (kgf/pel)	Tamboramento (% >6,3 mm)	Condições dos testes
padrão	2,3	1500	-	352	95,7	- bentonita - perfil queima padrão
alto PPC	3,8	2500	-	289	94,2	- bentonita - perfil queima padrão
alto PPC	3,8	2800	2,6	289	93,1	- bentonita - perfil queima padrão - dificuldade no pelotamento - pelota crua com baixa qualidade
alto PPC	3,8	2500	1,6	271	91,7	- aglomerante orgânico - perfil queima padrão - repolpamento após calcinação - pelota crua com baixa qualidade
alto PPC	3,8	2800	0,3	276	91,4	- bentonita - perfil queima padrão - dificuldade no pelotamento - pelota crua com baixa qualidade
alto PPC	3,8	2800	2,6	299	94,2	- bentonita - perfil queima padrão suave

A Figura 3.6 ilustra o forno de calcinação piloto no qual os ensaios foram realizados.



Figura 3.6 – Forno de calcinação piloto – Samarco.

3.2.4 Estudos dos minérios da Samarco no processo de redução direta

Otaviano (2003) fez uma ampla investigação dos diversos fenômenos que interagem durante a deposição de carbono em ferros-esponja, através de uma metodologia para simulação da redução e carburação de pelotas de minério de ferro em laboratório. O estudo foi desenvolvido com o intuito de adequar o conteúdo de carbono em pré-reduzidos obtidos nos processos industriais de redução direta através de pelotas de minério de ferro com misturas mineralógicas e conteúdo em gangas diferentes.

No estudo, verificou-se que as pelotas obtidas das misturas de minérios com menores conteúdos em hematitas compactas mostraram-se mais favoráveis à obtenção de pré-reduzidos com maiores teores de carbono.

Lopes (2004) estudou a ocorrência de *sticking* ou *clustering* (colagem) na redução direta da carga ferrífera (pelotas ou minérios de ferro), que afeta o desempenho operacional dos reatores de redução direta devido à redução da produtividade em função da impermeabilização do leito de carga. Foram estudados os efeitos da presença de elementos Al, Si e Ca, temperatura de redução, basicidade, formação de ferro fibroso e difusão de ferro na fase sólida.

4. METODOLOGIA

Neste capítulo, é apresentada a metodologia seguida, abrangendo o conceito geral de abordagem do problema estudado e descrevendo as amostras utilizadas e ensaios tecnológicos e analíticos empregados.

4.1 Conceito geral de abordagem do problema

A Figura 4.1 e a Figura 4.2 ilustram o contexto geral no qual está considerada a inclusão da operação de calcinação como etapa adicional no processo de pelotização.

Na Figura 4.1, o diagrama apresentado representa o macro fluxo do processo produtivo, com as principais operações unitárias envolvidas e projeções de evolução de parâmetros e desafios previstos.

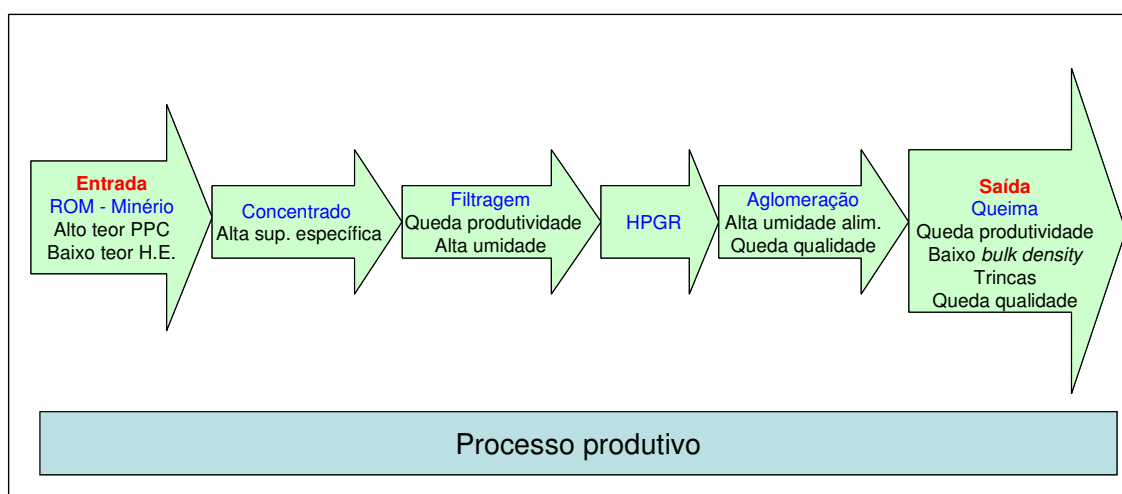


Figura 4.1 – Macro fluxo do processo produtivo e estimativa de parâmetros e desafios.

Considerando-se a utilização de *pellet feeds* com altos valores de PPC, a experiência industrial recente e estudos realizados demonstram que, para uma instalação de pelotização de grelha móvel em condições de operação e processo padrão, uma sequência de eventos e resultados pode ser prevista:

- *blend* de ROM com maiores proporções de goethita e valores de PPC mais elevados;

- *pellet-feed* remoído com área superficial específica mais elevada;
- queda de produtividade na filtragem e elevação de umidade na torta;
- alta geração de área superficial específica na prensa de rolos, mesmo operando a pressões reduzidas;
- aglomeração e pelotamento com queda na qualidade das pelotas cruas (elevação da umidade e plasticidade);
- queda de produtividade da grelha móvel (redução do *bulk density* da carga de pelotas alimentadas e dificuldades de manutenção da qualidade física das pelotas queimadas).

Nesse cenário e buscando endereçar os problemas e desafios mencionados anteriormente, a calcinação se apresentou como uma rota alternativa a ser estudada. O presente trabalho teve como objetivo caracterizar a desidroxilação a baixas temperaturas de goethita dos concentrados remoídos das minas de Alegria, visando estudar a aplicabilidade de calcinação para redução dos valores de PPC para cerca de 2,5% (valor de referência no qual as instalações industriais atuais operam com desempenho superior) em duas situações distintas:

- calcinação de todo o concentrado remoído tal qual, isto é, com as características estimadas para seu recebimento na pelotização;
- separação granulométrica e calcinação exclusiva da respectiva fração fina, em nível residual de PPC que permitisse uma mistura final com a fração grosseira não calcinada, e um valor final de PPC estabelecido.

A Figura 4.2 ilustra o conceito proposto para a rota de aplicação da calcinação exclusiva nos finos.

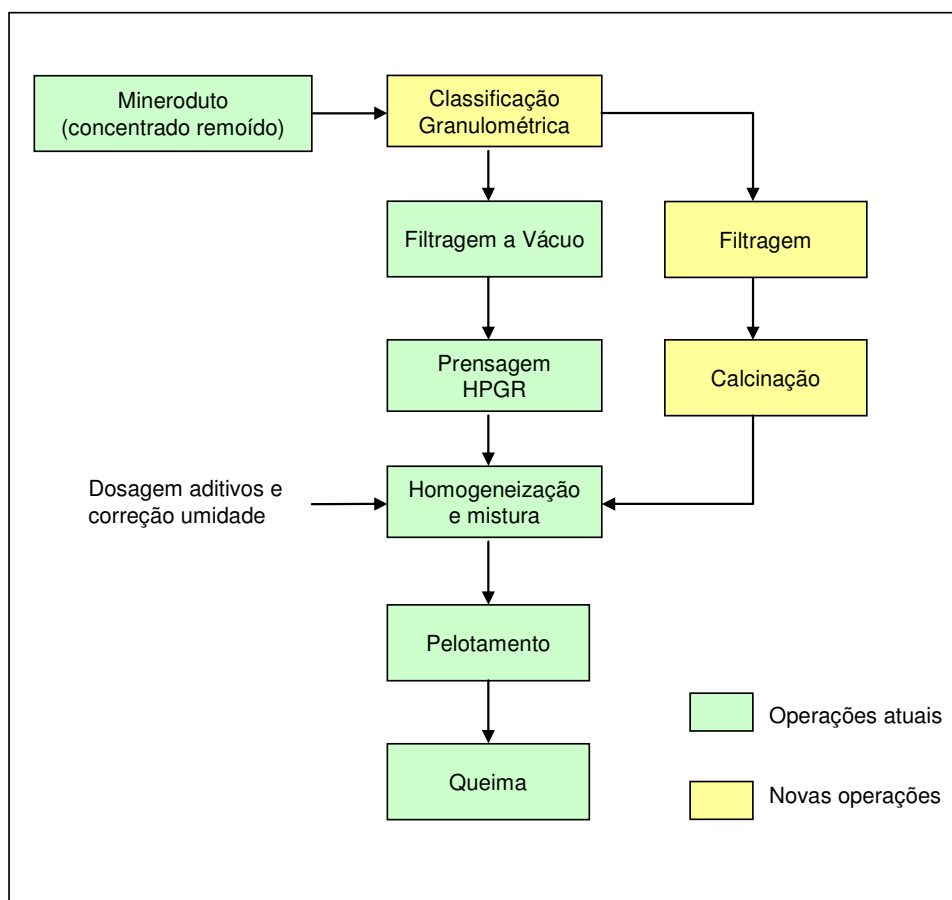


Figura 4.2 – Rota de aplicação da calcinação exclusiva nos finos.

O estudo dessa rota de processo teve como premissas:

- confirmação da possibilidade de concentração de conteúdo de PPC (em frações finas e/ou grossas) a partir de classificação granulométrica;
- redução da massa a ser calcinada e filtragem adequada pelo processamento individualizado das frações fina e grossa da classificação granulométrica;
- aplicação de grau de calcinação adequado de acordo com as partições em massa e valores de PPC obtidos na classificação granulométrica;
- calcinação da menor massa e a um menor grau de redução de PPC possível, visando minimizar as interferências negativas no processo de aglomeração e pelotamento e redução de custos de investimentos e operacionais.

4.2 Amostras utilizadas

Desde 1997, a Samarco produz pelotas de concentrados de minérios de ferro, cujos processos industriais têm sido continuamente aprimorados, compreendendo desde o conhecimento geológico de seus recursos minerais e reservas até a pelotização final.

Um importante trabalho, realizado em diversas etapas, foi o desenvolvimento de modelos geológico-tipológicos tridimensionais para as diferentes jazidas, com caracterização tecnológica de todos os tipos de minérios classificados, com base em suas associações mineralógicas (ensaios de concentração e pelotização).

Essas informações, em conjunto com o conhecimento da localização espacial dos diversos tipos de minério, auxiliam o planejamento de lavra e controle de qualidade na geração de *blends* de minérios adequados à produção de concentrados e pelotas de qualidade. Esses bancos de dados e metodologias foram aplicados no presente trabalho em apoio à definição e à composição de amostras estudadas. As amostras utilizadas e identificadas de acordo com numeração contínua são em sua totalidade oriundas das minas e instalações industriais de Germano e Ubu da Samarco (beneficiamento e pelotização), conforme descritas a seguir:

4.2.1 Amostras para estudos de caracterização de condição padrão sem calcinação

4.2.1.1 Amostras 1 a 4: concentrado industrial de etapa intermediária de flotação

Amostras de concentrados intermediários de etapa de flotação mecânica industrial, não remoídos, compostas nos período de 24 horas nos dias 07/02/2010, 08/02/2010, 17/02/2010 e 18/02/2009, a partir de alíquotas de amostragem automática. Representam concentrado obtido em condições operacionais usuais do concentrador II, a partir de ROM com valor de PPC acima da média atual.

Essas amostras foram utilizadas para estudo de distribuição química por faixa de tamanho e avaliação da indicação de corte granulométrico antes da calcinação.

4.2.1.2 Amostras 5 a 8: concentrado industrial remoído final

Amostras de concentrados remoídos finais de etapa de flotação em colunas industrial, compostas no período de 24 horas nos dias 12/09/2009, 16/09/2009, 25/09/2009 e 25/10/2009, respectivamente, a partir de alíquotas de amostragem automática, representam concentrados remoídos finais obtidos em condições operacionais usuais do concentrador II, a partir de ROM com valores de PPC acima da média atual.

Essas amostras foram utilizadas para estudo de distribuição química por faixa de tamanho e avaliação da indicação de corte granulométrico antes da calcinação.

4.2.1.3 Amostra 9: concentrado de bancada remoído final

Amostra de concentrado remoído final obtida através do processamento em bancada de composição de alíquotas de testemunhos de furos de sonda, representativa de materiais classificados como marginais friáveis contidos na cava projetada para o estudo de viabilidade do projeto Terceira Pelotização ($+3/8'' < 80\%$ e valor de PPC entre 3,5 e 8,0%).

Para composição dessa amostra, foram selecionados os intervalos de testemunhos de furos de sonda respeitando, como limites inferiores, os teores de corte de PPC no concentrado das diferentes áreas (Norte: 5,50%; Centro: 6,0% e Sul: 4,5%) e, como limite máximo, o valor de PPC de 8,0%. A composição da amostra foi realizada a partir de ponderação, utilizando a massa real de cada intervalo de testemunho considerado, obtendo-se uma amostra final com massa de 1.907 kg.

A geração dessa amostra de concentrado remoído, em escala de bancada, contemplou as seguintes etapas: homogeneização da amostra composta tal qual, britagem em 9,53 mm e 3,36 mm; moagem; deslamagem; flotação em 1º estágio; remoagem e flotação em 2º estágio. Os procedimentos utilizados seguiram padrões Samarco para ensaios de bancada.

As seguintes determinações analíticas foram realizadas para controle da geração e caracterização da amostra: granulometria; química; densidade; difração de raios-X; mineralogia; grau de liberação e área superficial específica.

Essa amostra foi utilizada para estudo de distribuição química por faixa de tamanho e avaliação da indicação de corte granulométrico antes da calcinação.

4.2.1.4 Amostra 10: *pellet feed* industrial

Amostra de *pellet feed* (*cake* de filtragem industrial) com valor de PPC de 2,89%, coletada industrialmente na Usina 3 de pelletização no dia 22/02/2010, correspondendo a um *pellet feed* não prensado, representativa de *blend* atual de PPC normal, próximo do que hoje seria a condição industrial.

Amostra utilizada para ensaios de referência (em branco) para avaliação das etapas de pelletização em condições de PPC normal e sem calcinação.

4.2.2 Amostras para caracterização da condição de alto valor de PPC e com calcinação

4.2.2.1 Amostras 11 e 12: concentrado piloto remoído final

Concentrado final remoído, com valores de PPC de 4,45 e 3,83%, respectivamente, obtido pelo processamento em planta piloto de amostras de minério de ferro compostas a partir de frentes de lavra. A amostra 11, com valor de PPC de 4,45%, buscou representar uma simulação de condição extrema de *blend*, com incorporação de materiais não considerados na média atual da reserva Samarco. A amostra 12, com valor de PCC de 3,83%, buscou representar uma situação futura da média da reserva Samarco.

A preparação dessas amostras foi dividida em duas etapas:

- preparação das amostras de ROM e cálculo estimativo teórico das especificações do concentrado final remoído;
- processamento das amostras de ROM em planta piloto, geração de concentrado final remoído e secagem para obtenção do *pellet feed*.

Para tal, foram coletadas amostras de ROM em frentes de lavras das jazidas de Alegria Sul e Alegria Norte e definidos *blends* para composição das amostras finais.

Na Tabela 4.1 e Tabela 4.2 são apresentadas as participações das minas de Alegria Norte e Alegria Sul e suas respectivas frentes de lavra utilizadas nas composições das amostras 11 e 12.

Tabela 4.1 – Critérios de composição da amostra 11 e qualidade teórica estimada.

Participação por mina (%)		Amostras	Frentes	Participação (concha)	Massa estimada (t)	Teores (%)							
						Fe	Al ₂ O ₃	P	PPC	Al ₂ O ₃ c	Pc	PPCc	HE
35	alegria sul	1	25	0,0	0,0	41,6	0,15	0,016	1,02	0,20	0,025	1,38	51,0
		2	29	2,0	13,0	36,7	0,59	0,024	1,70	0,40	0,035	2,36	7,4
		3	29E	2,5	16,3	38,5	0,63	0,042	2,63	0,41	0,058	3,56	2,6
		4	20	0,0	0,0	43,7	0,35	0,022	0,87	0,26	0,032	1,21	48,4
		5	30	2,5	16,3	49,2	0,47	0,055	3,95	0,29	0,064	4,28	45,4
65	alegria norte	6	14	2,5	16,3	44,9	0,32	0,058	4,35	0,24	0,069	5,10	0,0
		7	13	0,0	0,0	50,1	0,63	0,036	2,37	0,34	0,038	2,40	2,3
		8	19A	1,5	9,8	48,2	0,28	0,032	3,29	0,21	0,037	3,60	12,4
		9	19B	1,5	9,8	47,7	0,61	0,037	3,82	0,34	0,042	4,20	4,7
		10	16	0,0	0,0	49,3	0,57	0,030	2,10	0,32	0,035	2,30	14,5
		11	16E1	0,0	0,0	59,4	1,00	0,145	7,19	0,58	0,121	6,30	0,0
		12	16E2	1,5	9,8	56,8	0,71	0,115	9,58	0,42	0,096	8,60	0,2
		13	15	0,0	0,0	51,3	0,82	0,059	2,72	0,41	0,059	2,70	32,4
		14	3	3,5	22,8	34,5	0,81	0,051	2,39	0,47	0,069	3,20	34,0
		15	1	2,5	16,3	31,6	0,69	0,045	1,92	0,43	0,061	2,60	28,3

Tabela 4.2 – Critérios de composição da amostra 12 e qualidade teórica estimada.

Participação por mina (%)		Amostras	Frentes	Participação (concha)	Massa estimada (t)	Teores (%)							
						Fe	Al ₂ O ₃	P	PPC	Al ₂ O ₃ c	Pc	PPCc	HE
19	alegria sul	1	25	1,5	9,8	41,6	0,15	0,016	1,02	0,20	0,025	1,38	51,0
		4	20	2,0	13,0	43,7	0,35	0,022	0,87	0,26	0,032	1,21	48,4
81	alegria norte	7	13	0,0	0,0	50,1	0,63	0,036	2,37	0,34	0,038	2,37	2,3
		8	19A	1,5	9,8	48,2	0,28	0,032	3,29	0,21	0,037	3,63	12,4
		9	19B	2,0	13,0	47,7	0,61	0,037	3,82	0,34	0,042	4,20	4,7
		10	16	0,0	0,0	49,3	0,57	0,030	2,10	0,32	0,035	2,30	14,5
		11	16E1	0,5	3,3	59,4	1,00	0,145	7,19	0,58	0,121	6,30	0,0
		12	16E2	0,0	0,0	56,8	0,71	0,115	9,58	0,42	0,096	8,60	0,2
		13	15	0,0	0,0	51,3	0,82	0,059	2,72	0,41	0,059	2,70	32,4
		15	1	2,0	13,0	31,6	0,69	0,045	1,92	0,43	0,061	2,60	28,3
		26	2	3,0	19,5	38,6	0,20	0,039	2,53	0,25	0,054	3,30	N.D.
		17	6	3,0	19,5	35,1	1,40	0,070	3,93	0,68	0,092	5,10	N.D.
		18	12	2,5	16,3	51,0	0,69	0,048	4,09	0,38	0,048	4,20	3,0

Para composição da amostra 11, a participação das minas de Alegria Sul e Norte foi de 35% e 65%, respectivamente. A amostra 12 foi constituída por 19% de frentes de lavra de Alegria Sul e 81% de Alegria Norte. A quantidade preparada total de ROM para produção de concentrado final remóido ou *pellet feed* foi de 130 e 117 toneladas, respectivamente.

A Figura 4.3 apresenta diagrama ilustrativo dos materiais utilizados na composição das amostras 11 e 12.

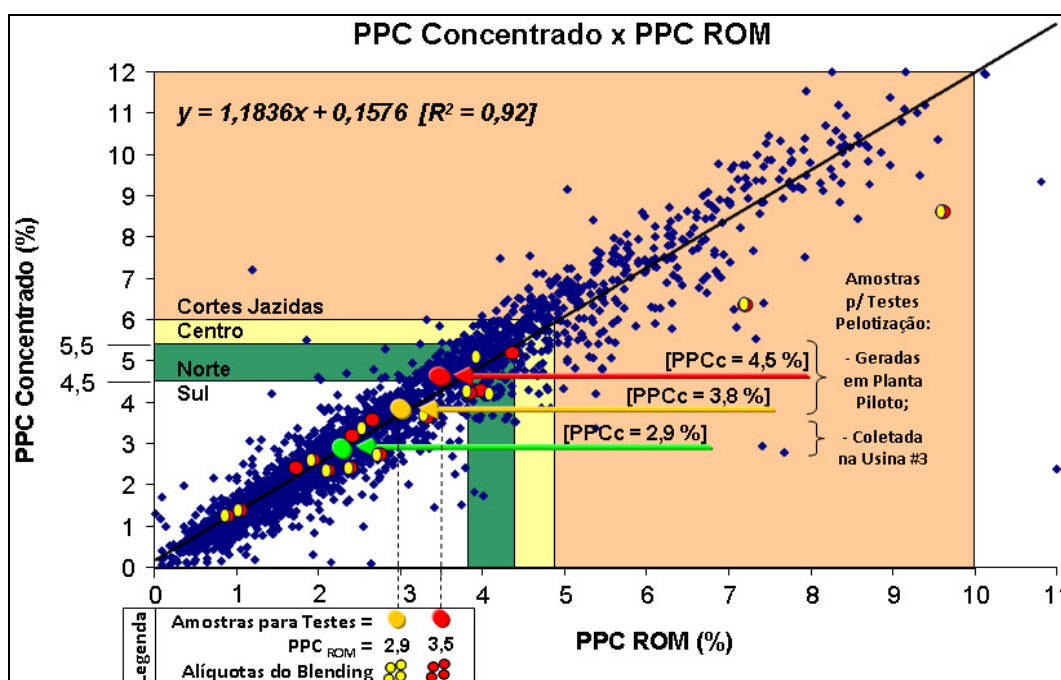


Figura 4.3 – Diagrama ilustrativo dos materiais utilizados na composição das amostras 11 e 12 para ensaios piloto de beneficiamento e pelotização.

A nuvem de pontos azuis representa o banco de dados de sondagem das áreas de Alegria Norte e Sul. Os pontos em amarelo representam as qualidades das pilhas de ROM obtidas a partir de diferentes frentes de lavras utilizadas na composição de pilha que, após processamento, resultou em um concentrado com valor de PPC de 3,83%. Os pontos em vermelho representam as qualidades das pilhas de ROM obtidas a partir de diferentes frentes de lavras utilizadas na composição de pilha que, após processamento, resultou em um concentrado com valor de PPC de 4,45%. As diferenças verificadas com relação às amostras teóricas se relacionam com a previsão intrínseca do processo de amostragem utilizada e análise das frentes consideradas.

Essa figura ilustra ainda os teores de corte das áreas Alegria Norte, Centro e Sul e a forte correlação entre teores de PPC no ROM e no concentrado.

A Figura 4.4 apresenta uma ilustração de três das dezoito pilhas de amostras de frentes de lavra utilizadas nos *blendings* e a logística de transporte da mina de Alegria para a empresa PCM - Processamento e Caracterização Mineral LTDA., localizada em

Antônio Pereira/MG, responsável pela geração das amostras de concentrado remoído final em planta piloto.



Figura 4.4 – Pilhas de frentes de lavra utilizadas na composição das amostras 11 e 12 de ROM e logística de transporte.

A Figura 4.5 ilustra o fluxograma, pontos de amostragem e análises de controle da planta piloto, com capacidade de alimentação de 300kg/h, utilizada para geração das amostras de concentrado remoído.

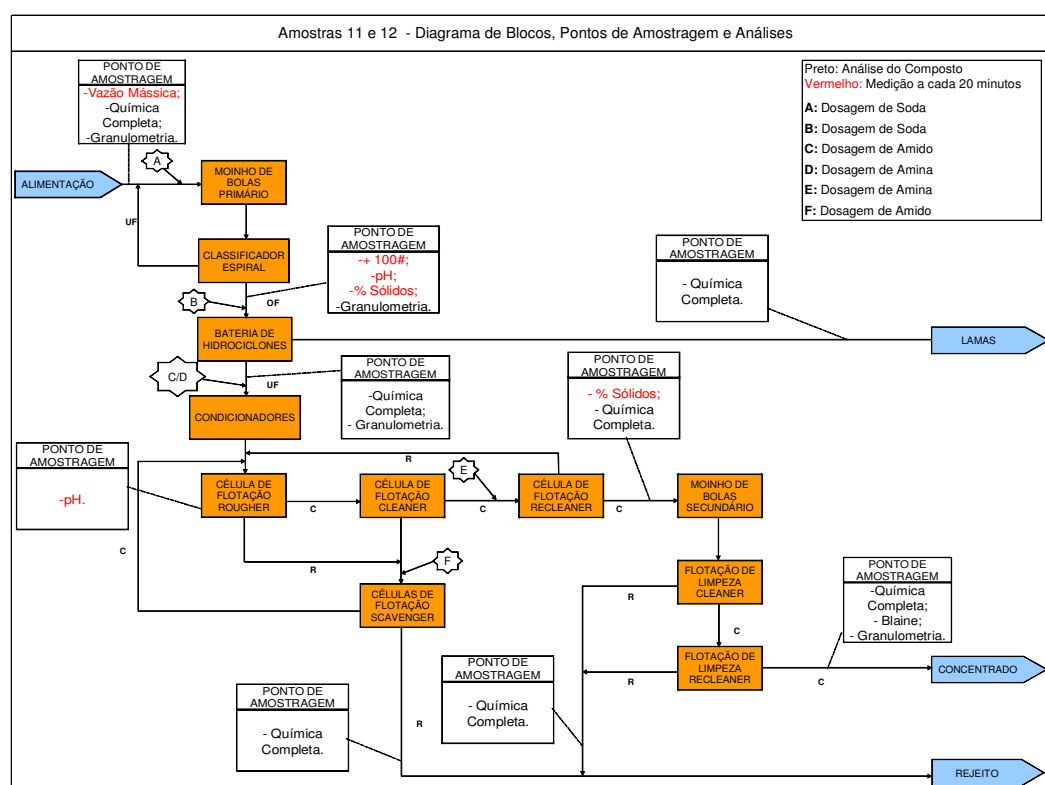


Figura 4.5 – Fluxograma padrão utilizado para a geração em planta piloto das amostras 11 e 12.

4.2.2.2 Amostra 13: concentrado piloto remoldado final

Amostra de concentrado com valor de PCC original de 3,8%, calcinada em forno rotativo, em estudos anteriores, para valor de PPC de 1,6%. Essa amostra foi utilizada em estudos exploratórios de pelotamento, visando preservar a amostra 11 para ensaios definitivos em disco e *pot grate*.

4.3 Ensaios tecnológicos e analíticos

Serão descritas, a seguir, as principais metodologias utilizadas nos ensaios tecnológicos e analíticos empregados neste estudo.

A Figura 4.6 e a Figura 4.7 ilustram de forma esquemática os ensaios tecnológicos e as principais técnicas analíticas utilizadas.

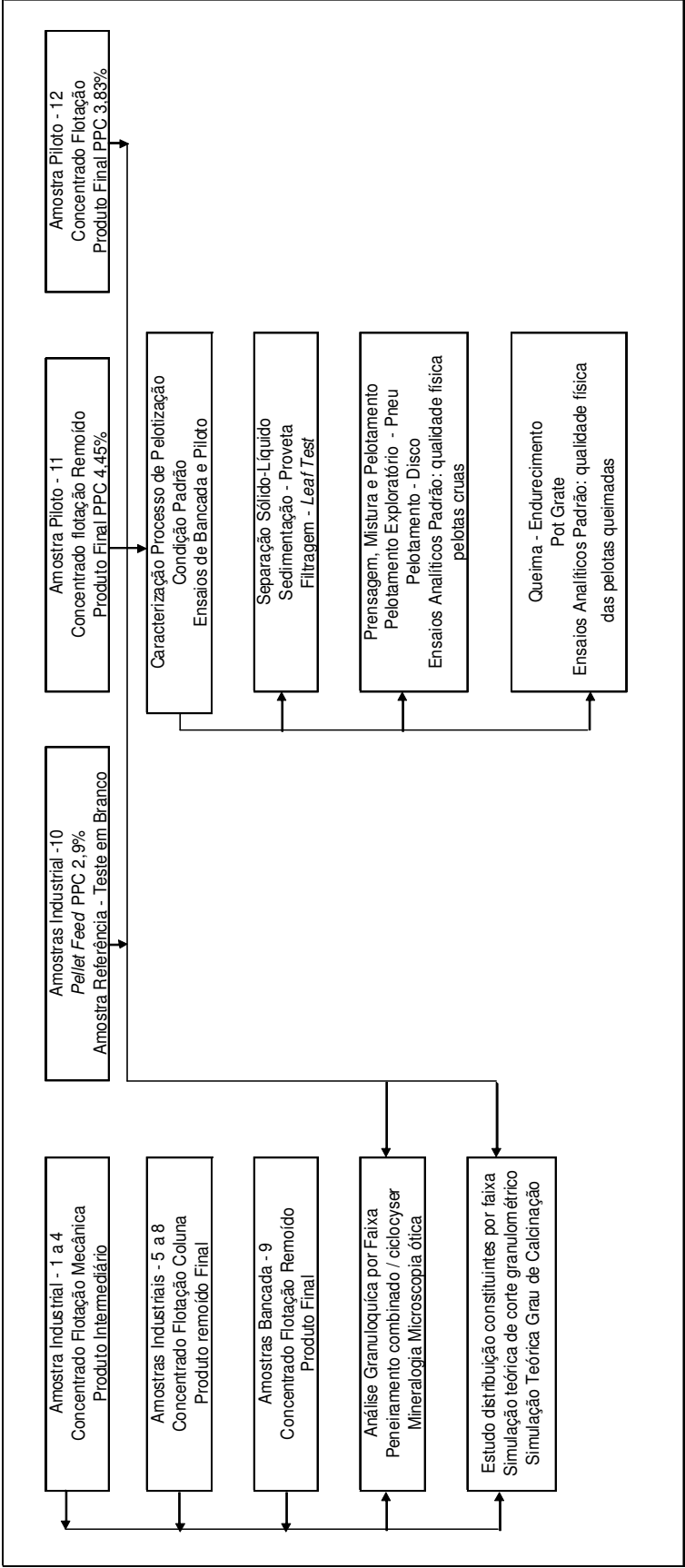


Figura 4.6 – Diagrama esquemático dos ensaios tecnológicos de caracterização de condição padrão sem calcinação.

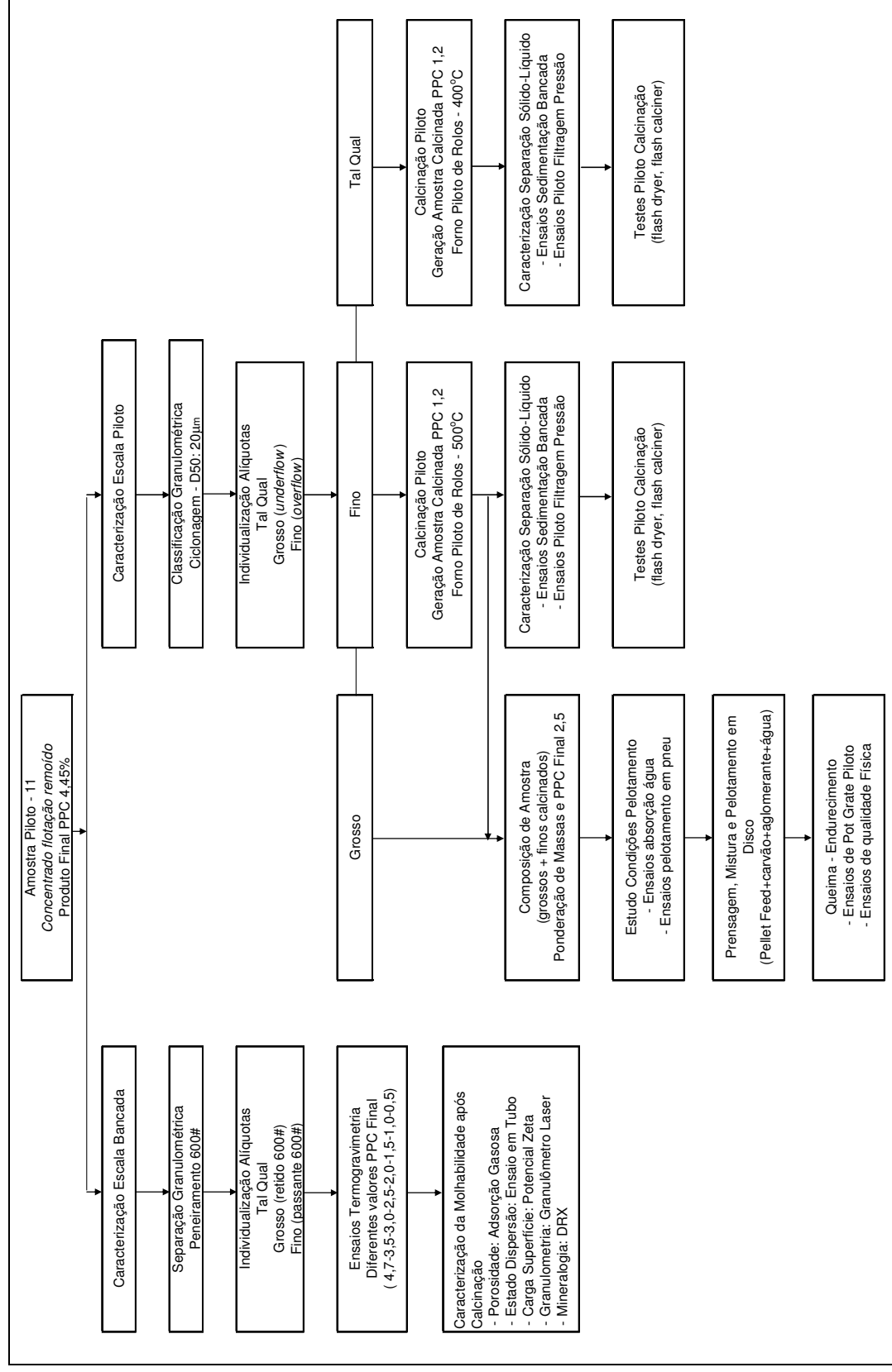


Figura 4.7 – Diagrama esquemático dos ensaios tecnológicos de caracterização de condição com alto PPC e com calcinação.

4.3.1 Ensaios tecnológicos

4.3.1.1 Separação sólido-líquido

Para a caracterização das etapas de separação sólido-líquido das amostras estudadas, foram utilizados os laboratórios da Samarco, nas instalações de Ubu e do fornecedor DIEMME, em Lugo/Itália.

4.3.1.1.1 Sedimentação em provetas

Os testes foram realizados visando estimar o comportamento dos materiais estudados frente à operação unitária de espessamento.

As seguintes condições gerais foram utilizadas: adição de floculante em dosagens típicas de 1, 2 e 3ppm (Magnafloc 3045) e ajustes de pH em 7,0 e 11,5, com a adição de HCl, NaOH e cal, simulando condições dos processos de concentração e mineroduto.

Como resultado principal dos ensaios, foi realizado a estimativa de diâmetro do espessamento para a condição específica estudada.

4.3.1.1.2 Filtragem – *leaf test*

O teste de folha, *leaf test*, é o método de filtragem em escala de laboratório empregado universalmente para o dimensionamento de filtros contínuos industriais a vácuo e para avaliação de desempenho deles. Os testes foram realizados visando estimar o comportamento dos materiais estudados (frações tal qual e grossa) frente à operação unitária de filtragem a vácuo, tecnologia empregada atualmente na pelotização da Samarco.

Como condições específicas do padrão Samarco, foram realizados ensaios de filtragem com área de filtragem de 94cm², pH polpa em 7,0 ou 11,5 (ajuste com HCl, NaOH e cal, simulando condições dos processos de concentração e mineroduto), ciclo de

filtragem de 100s (formação de 15s -15% do ciclo de filtragem e secagem de 35s - 35% ciclo de filtragem), pressão à vácuo de 700mmHg, vazão de ar de 48NL/min, pressão de água de alimentação da bomba de vácuo de 0,5kgf/cm² e tecido de *nylon*.

Como resultados principais dos ensaios, foram calculadas as estimativas da produtividade da filtragem a vácuo e da umidade da torta.

4.3.1.1.3 Filtragem piloto a pressão

Testes piloto de filtragem por filtro prensa membrana foram realizados nos laboratórios da DIEMME, R&D Division, em Lugo-Itália (SAMARCO MINERAÇÃO S.A, Relatório Interno, 2011a).

As seguintes amostras foram testadas:

- amostra 11: concentrado remoído final tal qual;
- amostra 12: concentrado remoído final tal qual;
- amostra 11: concentrado remoído final – finos de ciclonagem piloto (*overflow*);
- amostra 11: concentrado remoído final – grossos de ciclonagem piloto (*underflow*).

A Tabela 4.3 apresenta as condições gerais utilizadas nos testes de filtragem piloto a pressão.

Tabela 4.3 – Condições gerais dos testes de filtragem piloto a pressão.

Parâmetro	Amostra 11 Concentrado Remoído final	Amostra 12 Concentrado Remoído final	Amostra 11 <i>overflow</i> ciclonagem	Amostra 11 <i>overflow</i> ciclonagem	Amostra 11 <i>underflow</i> ciclonagem
PPC (%)	4,80	3,90	5,20	5,20	4,60
d50µm	23,14	20,40	11,76	11,76	40,64
d90µm	61,38	60,92	34,09	34,09	81,72
T(°C)	ambiente	ambiente	ambiente	ambiente	ambiente
pH	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5
Peso específico suspensão (kg/dm ³)	2,1	2,13	1,05	1,36	2,09
Conc. Sólidos Volume (g/l)	1367	1395	44,1	514	1354
Conc. Sólidos peso (%)	65,1	65,5	4,2	37,8	64,8

O filtro piloto de bancada utilizado é composto de dois reservatórios de 3 litros cada, onde em um foi colocado o produto a ser filtrado e no outro a água de lavagem das tortas. O produto a filtrar foi colocado na parte superior do reservatório e, para simular o bombeamento de alimentação, o ar comprimido ou gás inerte foi injetado quando necessário. A pressão foi regulada e ajustada por meio de uma válvula redutora de pressão instalada no painel de controle.

A câmara de filtração foi ajustada de forma a permitir que os testes fossem realizados com distintas espessuras de torta. Nessas câmaras, foram utilizadas as telas filtrantes pré-selecionadas. A suspensão foi introduzida na parte superior do reservatório, enquanto o filtrado saiu por dois orifícios localizados na extremidade inferior da câmara de filtração. Os testes foram realizados com sistema de membranas que permitiram pressurização adicional.

O filtro piloto, por meio de válvulas redutoras de pressão, permitiu o controle da alimentação do produto, da lavagem das tortas (quando aplicável) e da secagem adicional das tortas com ar comprimido por meio de fluxo ascendente ou descendente, conforme requisitado pelo processo.

4.3.1.2 Calcinação piloto

4.3.1.2.1 Forno de rolos

A calcinação de amostras para os ensaios piloto de pelotamento e *pot grate* (concentrado remoído final e finos de ciclonagem da amostra 11) foi realizada em forno de rolos no Instituto de Pesquisas Ambientais e Tecnológicas – IPAT, da Universidade do Extremo Sul Catarinense – UNESC.

A Figura 4.8 e a Figura 4.9 apresentam fotos ilustrativas do forno utilizado.



Figura 4.8 – Forno de rolos – vista lateral do forno (deslocamento no sentido da direita para esquerda).



Figura 4.9 – Forno de rolos – vista frontal (saída da bandeja com o produto calcinado).

O procedimento experimental para preparação das amostras está descrito a seguir:

- preenchimento de bandejas de corderita com a amostra a ser calcinada;
- ajuste do tempo de residência no forno;
- ajuste de temperatura;
- queima no forno;
- análise de PPC;
- determinação de teor de PPC do material calcinado em função da temperatura;

- definição da temperatura recomendada para o grau de calcinação requerido (calibração do sistema);
- calcinação contínua da amostra no tempo e na temperatura estabelecidos.

Para a calibração do sistema, as bandejas de corderita foram preenchidas com aproximadamente 2,5kg de minério de ferro e levadas ao forno rotativo. O tempo de residência foi fixado em duas horas com variação na temperatura de queima para os valores de 385, 400, 410 e 420°C, considerando o primeiro lote de amostra de concentrado remoído final – amostra 11.

A curva de calibração para o primeiro lote está apresentada na Figura 4.10.

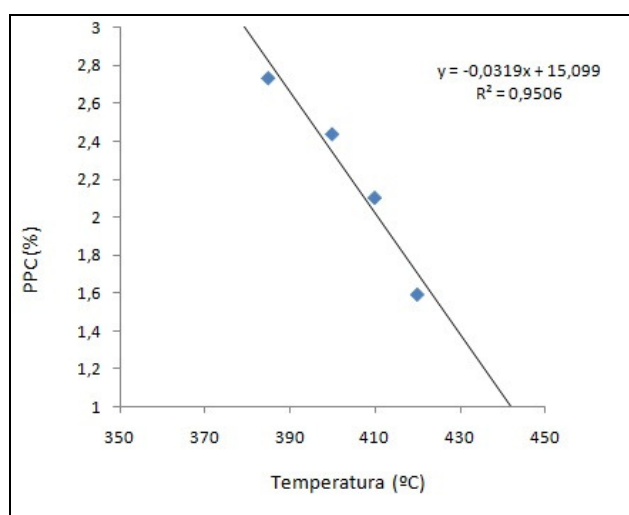


Figura 4.10 – Curva de calibração para o primeiro lote de amostras.

O objetivo estabelecido para a calcinação foi atingir um produto final com cerca de 2,5% PPC. A temperatura definida para a calcinação foi de 405°C, tendo sido produzidos 450kg de material calcinado.

Para o segundo lote, amostra de finos ciclados – amostra 11, a calibração foi realizada com o mesmo procedimento anterior, no entanto a temperatura inicial de 500°C foi considerada satisfatória para o atendimento do objetivo da calcinação dessa amostra para valor de PPC residual final de 1,2%. Foram calcinados cerca de 350kg de finos ciclados.

4.3.1.2.2 Calcinador *flash*

Um programa de testes foi elaborado e executado para demonstrar a viabilidade técnica de secar e calcinar um concentrado fino de minério de ferro em um sistema de processamento tipo *flash* de suspensão a gás. Os testes foram realizados nos laboratórios e planta piloto de pirometalurgia da FLSmidth Inc. em Allentown, PA, USA (SAMARCO MINERAÇÃO S.A, Relatório Interno, 2011b).

Três diferentes materiais foram estudados: concentrados remoídos finais (amostras 11 e 12) e finos de ciclonagem (amostra 11).

Um diagrama esquemático do circuito piloto de processamento *flash* com 150mm de diâmetro é apresentado na Figura 4.11, que ilustra, ainda, os pontos de aquisição de dados e amostragem. Os componentes principais do sistema são: fonte de aquecimento de gás, coluna de processamento *flash*, alimentador de parafuso, ciclone coletor, filtro de mangas e ventilador.

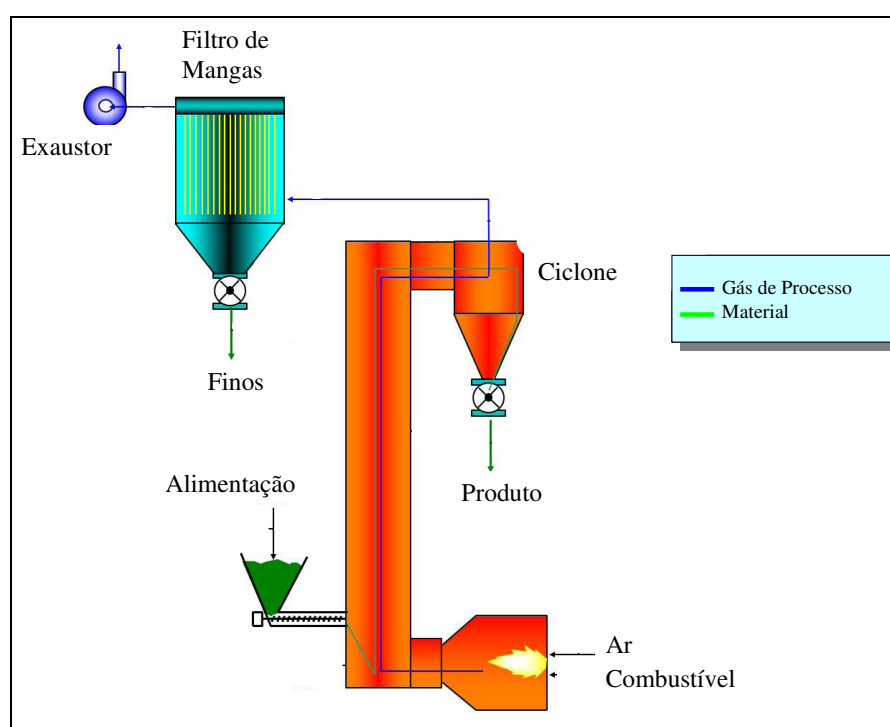


Figura 4.11 – Diagrama esquemático de circuito piloto de processamento *flash*.

O gás quente requerido para a operação do secador/calcinador *flash* foi gerado usando um queimador de gás natural. O fluxo de gás natural foi controlado manualmente e medido em um rotâmetro calibrado. O ar primário requerido para a operação do queimador foi suprido por um soprador de deslocamento positivo e um tubo de *pitot* foi utilizado para determinar a vazão volumétrica do gás.

O concentrado de minério de ferro alimentou a coluna de processamento *flash* de 4,6m de altura por meio de um alimentador de parafuso calibrado de velocidade variável. O material sólido entrou em contato com o gás de processo e foi transportado para o ciclone coletor. O material secado/calcinado, descarregado no *underflow* do ciclone, passou por uma válvula rotativa e foi coletado em tambor.

O fluxo de gás de processo que sai pelo *overflow* do ciclone coletor é puxado por uma unidade de filtro de mangas pulsante para coleta do particulado. Um ventilador posicionado após o filtro foi utilizado para controlar a pressão na coluna de processamento *flash*. Os sólidos liberados durante os pulsos de descarga do filtro de mangas passaram por uma válvula rotativa e foram coletados em tambor.

Termopares indicam a temperatura de processo em cinco diferentes locais do sistema, com as informações obtidas sendo gravadas manualmente em planilha e continuamente por um sistema automático de aquisição de dados. Bocais para medição de pressão localizados na alimentação da coluna *flash*, alimentação e *overflow* do ciclone coletor, alimentação e saída do filtro de mangas foram conectados a manômetros de tubo tipo U, e os dados foram arquivados periodicamente em planilha eletrônica.

Duas operações independentes foram executadas na coluna de processamento flash: secagem do concentrado remóido úmido e calcinação ao nível de PPC desejado. Um resumo das condições operacionais iniciais é apresentado a seguir:

Secagem:

Combustível do queimador: gás natural

Vazão total de ar: 115cfm

Velocidade de saída do gás no secador: acima de 4mps

Taxa de alimentação: 300 – 500lbs/h

Temperatura do gás na alimentação do ciclone coletor: 125°C

Umidade de alimentação: 7 a 7,9% em peso

Umidade do produto: 0,5 a 2% em peso

Calcinação concentrado remoído final – Amostra 11

Combustível do queimador: gás natural

Vazão total de ar: 79cfm

Velocidade de saída do gás no secador: acima de 4mps

Taxa de alimentação: 50lbs/h

Temperatura do gás na alimentação do ciclone coletor: 300 a 350°C

PPC alimentação: 4,7%

PPC produto calcinado: 2,5%

A temperatura inicial mínima foi selecionada a partir de resultados de ensaios de termogravimetria – TGA e Análise termodiferencial – DTA. Temperaturas mais elevadas foram utilizadas para calibração do ponto de operação para alcançar o valor de PPC desejado no produto.

Calcinação concentrado remoído final – Amostra 10

Combustível do queimador: gás natural

Vazão total de ar: 79cfm

Velocidade de saída do gás no secador: acima de 4mps

Taxa de alimentação: 50lbs/h

Temperatura do gás na alimentação do ciclone coletor: 300 a 350°C

PPC alimentação: 3,8%

PPC produto calcinado: 2,5%

Calcinação finos de ciclone - concentrado remoído final Amostra 11

Combustível do queimador: gás natural

Vazão total de ar: 79cfm

Velocidade de saída do gás no secador: acima de 4mps

Taxa de alimentação: 50lbs/h

Temperatura do gás na alimentação do ciclone coletor: 300 a 500°C

PPC alimentação: 5,59%

PPC produto calcinado: 1,6%

A partir de amostragens pontuais da alimentação e produtos, foram realizadas análises de umidade, distribuição de tamanhos em granulômetro a *laser*, perda ao fogo e análises termogravimétricas. A partição em massa no ciclone coletor foi determinada pela massa total final de ambos os produtos, *underflow e overflow* do ciclone coletor.

4.3.1.3 Pelotização piloto

4.3.1.3.1 Pelotamento – pneu

Ensaio exploratório piloto de pelotamento em pneu foram realizados visando verificar ajustes preliminares a serem utilizados com materiais calcinados. Esses ensaios tiveram por objetivo assegurar um menor consumo de amostra nos ensaios definitivos em disco de pelotamento.

Os seguintes materiais e equipamentos foram utilizados:

- Pneu: 40cm de diâmetro, com abertura frontal de 26cm e rotação de 15rpm;
- Misturador Eirich R-08W;
- Insumos para pelotamento: carvão, aglomerante, calcário e NaOH;
- Cronômetro;
- Balança de precisão;
- Pulverizador de água;
- pH-metro;
- Peneiras de 6,3mm, 10,0mm, 12,5mm e 16,0mm.

O seguinte procedimento experimental foi utilizado:

- pesar 20kg de *pellet feed* e transferir para o misturador. Misturar durante 15 segundos e retirar amostras para teste de umidade e para determinação do pH;

- determinação de umidade e pH do *pellet feed*;
- ajustar umidade para o valor inicial desejado, por meio da adição de água de processo ou minério seco;
- pesar os insumos de pelotamento (carvão, aglomerante, calcário e soda cáustica) conforme as proporções estabelecidas para cada classe de pelota;
- adicionar os insumos ao *pellet feed* no próprio misturador. Misturar por 15 segundos e coletar todo o material e colocá-lo em baldes. Para os ensaios com materiais calcinados, a soda cáustica foi adicionada em água e alimentou o misturador;
- coletar amostra para determinação do pH da mistura de pelotamento;
- determinar o pH da mistura de pelotamento;
- ligar o motor de acionamento do pneu de pelotamento e umedecer levemente o fundo dele para facilitar a formação de camada de fundo;
- alimentar a mistura de pelotamento aos poucos com auxílio de uma concha. Se necessário, adicionar uma pequena quantidade de água em forma de *spray*;
- após 2 minutos de teste, retirar todas as pelotas e classificá-las nas peneiras de 6,3mm, 10,0mm e 12,5mm;
- descartar as pelotas acima de 12,5mm, já que, neste momento, essas pelotas estão com baixa resiliência e baixa compressão;
- alimentar o pneu com as pelotas acima de 6,3mm e abaixo de 12,5mm e voltar a alimentar aos poucos a mistura, fazendo com que ela caia em cima das pelotas, para continuação do crescimento e, se necessário, adicionar mais água;
- retirar todas as pelotas e fazer a classificação nas peneiras 6,3mm, 10,0mm, 12,5mm e 16,0mm. Separar as pelotas na faixa entre 12,5 e 16,0mm. Descartar aquelas acima de 16,0mm;
- repetir as etapas de pelotamento e classificação até conseguir 1kg de pelotas na faixa de 12,5mm a 16,0mm;
- realizar testes físicos de qualidade com as pelotas cruas.

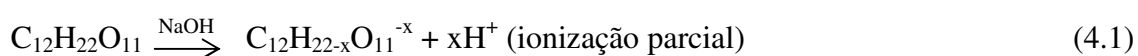
4.3.1.3.2 Pelotamento – disco

Os ensaios de pelotamento foram executados na planta piloto da Samarco em Ubu. Inicialmente, a amostra foi homogeneizada e prensada em prensa de rolos visando aumentar sua superfície específica. Nessa etapa, foi utilizada prensa piloto de fabricação Polysius, modelo Polycom com rolos de 25cm de diâmetro e 10cm de comprimento.

Após caracterização dos insumos necessários (calcário, carvão e aglomerante), misturas foram preparadas em misturador Eirich modelo R-08W. Ensaios exploratórios em pneu foram realizados, conforme prática usual e segundo procedimento anteriormente descrito, para confirmação de umidade recomendada no pelotamento.

Nos testes de pelotamento foi utilizado para estudo de fechamento de poros açúcar comercial do tipo mascavo, com adição de soda cáustica para elevar o pH da solução. A sacarose é um dissacarídeo formado a partir de uma molécula de glicose e uma de frutose, que são monossacarídeos. A fórmula química da sacarose é $C_{12}H_{22}O_{11}$ e o composto apresenta os grupos funcionais álcool (R-OH) e éter (R-O-R'). Em meio básico, a sacarose ioniza parcialmente segundo a equação 4.1, formando um tampão (HARRIS, 2001).

A equação de ionização da sacarose é representada abaixo:



onde: x representa o número de íons H^{+} que são produzidos na ionização do grupo álcool.

Dessa forma, com a adição de sacarose e soda cáustica na mistura, parte da sacarose fica na forma molecular e parte na forma dissociada.

Os testes piloto de pelotamento foram realizados em disco com panela de 1m de diâmetro, com raspadores fixos, correia de alimentação e silo de mistura. O

procedimento para os testes consiste, basicamente, em alimentar a mistura continuamente no disco até a formação das pelotas cruas. Nos 10 minutos iniciais são coletadas amostras a cada minuto para avaliação do acabamento superficial e ajuste de umidade se necessário. As pelotas produzidas são classificadas em peneiras para obtenção de duas faixas granulométricas distintas, 12,5 a 16,0mm e 9,0 a 12,5mm, em proporções iguais, para atendimento do padrão de alimentação do ensaio de *pot grate*.

Ensaio de qualidade física para pelotas cruas

Resistência à compressão

Para determinação da resistência à compressão das pelotas cruas, foi utilizada uma prensa da marca Kratos. As pelotas foram individualmente submetidas à ação de uma força compressiva uniaxial. O ensaio consiste em colocar uma pelota entre duas placas paralelas e comprimi-las até que a ruptura dela ocorra, sendo os resultados expressos em kgf/pel.

Esse ensaio em pelotas úmidas é denominado de resistência à compressão de pelotas cruas úmidas (CPCU). Em pelotas secas, após secagem em estufa durante duas horas, o ensaio é denominado resistência à compressão de pelotas cruas secas (CPCS).

Resiliência ou teste de resistência a quedas (*drop test*)

O ensaio consiste em submeter um lote de 20 pelotas previamente selecionadas, diâmetro entre 16,0 e 12,5mm e sem trincas, a um teste de quedas sucessivas. Cada pelota é submetida a quedas de 45cm de altura até que apresente alguma trinca. O número de quedas que a pelota suporta sem apresentar trincas é considerado como o valor da resiliência, sendo reportado o valor médio obtido como resultado final.

Umidade

Para determinação da umidade de pelotas cruas, segundo padrão ISO3087, 100g de pelotas são colocadas em estufa a 100°C por duas horas. O cálculo da umidade é realizado por meio da relação percentual entre as massas seca e úmida.

4.3.1.3.3 Queima/endurecimento – *pot grate*

Para realização dos testes de queima-endurecimento foi utilizado o forno tipo *pot grate*, ilustrado na Figura 4.12, que simula todas as etapas principais do processo de queima: secagem ascendente, secagem descendente, pré-queima, pós-queima e resfriamento. As condições específicas de realização dos ensaios serão apresentadas em conjunto com os resultados obtidos, no capítulo específico.



Figura 4.12 – Instalações do forno de queima (*pot grate*) – Planta piloto Samarco.

Ensaio de qualidade física para pelotas queimadas

Resistência à compressão

Para a determinação da resistência à compressão de pelotas a frio, utilizou-se o padrão ISO4700, em que 100 pelotas entre 12,5 e 16,0mm são individualmente submetidas à ação de força compressiva uniaxial, a velocidade específica de 10 a 20mm/min, até a ruptura dela. O valor médio é reportado como resultado final, apontando-se, também, o desvio padrão e os valores mínimos e máximos.

Resistência à abrasão

O ensaio de tamboramento é universalmente utilizado para simular e avaliar a resistência das pelotas ao atrito durante operações de transporte, manuseio e carga nos reatores.

Para determinação do índice de tamboramento e abrasão, utilizou-se o padrão ISO3271. O ensaio consiste em alimentar uma massa de 15kg de pelotas, entre 6,3 e 19,0mm, em tambor de dimensões padronizadas e submetê-las a 200 rotações em velocidade de 25rpm. O índice de tamboramento é expresso como o percentual retido na peneira de 6,3mm e o índice de abrasão é o percentual passante na peneira de 0,5mm.

4.3.2 Ensaios analíticos

4.3.2.1 Análise granulométrica

4.3.2.1.1 Distribuição granulométrica em peneiras

Todas as amostras analisadas seguiram a metodologia de análise granulométrica padrão da Samarco, consistindo de peneiramentos combinado (seco/úmido) em série de peneiras Abrozinox nas malhas definidas.

4.3.2.1.2 Distribuição granulométrica em granulômetro a laser

Foi utilizado equipamento Malvern Instruments Ltd., modelo Mastersizer 2000 – Ver. 5.54, nas instalações do Laboratório de Caracterização Tecnológica – Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP.

4.3.2.2 Análises químicas

As determinações de Fe total e FeO foram realizadas por via úmida. As determinações de Al₂O₃, CaO, MgO, MnO₂, P, e SiO₂ foram realizadas em espectrômetro de emissão

atômica a plasma (ICP), modelo Cirus da Spectro Instruments. As determinações de enxofre, carbono e PCI do carvão foram realizadas via espectrometria infravermelha (LECO). As determinações de PPC foram realizadas com utilização de metodologia padronizada específica.

A grande maioria das análises foi realizada nos laboratórios da Samarco. Análises em laboratórios de contratadas, principalmente para controle de ensaios tecnológicos, tiveram seus procedimentos verificados e calibrados contra amostras padrão.

4.3.2.3 Densidade aparente

Os testes para determinar a densidade aparente de insumos e produtos da Samarco foram feitos seguindo padrão interno Samarco baseado na Norma ISO 3852.

4.3.2.4 Termogravimetria

Ensaios de termogravimetria foram realizados no laboratório da Samarco em Ubu (aparelho Navas Instruments TGA-2000).

Análises simultâneas de termogravimetria e análise térmica diferencial foram realizadas nos laboratórios da FLSmidth/Minerals Technologies -Analytical Services Group, Allentown, PA, USA, em equipamento Netzsch 409 CD STA Analyzer.

A análise termogravimétrica (TGA) é uma técnica na qual a massa de uma substância é medida em função da temperatura ou tempo em que ela é submetida a um programa de temperatura controlada em atmosfera especificada. A análise térmica diferencial (DTA) é uma técnica na qual a diferença de temperatura entre a substância em estudo e uma referência é medida em função da temperatura, enquanto ambas são submetidas a um programa de temperatura controlada. As siglas STA e CD designam a realização das análises de TGA e DTA, simultaneamente, e compensação digital, respectivamente.

O equipamento da Samarco foi também utilizado para geração de amostras de goethita desidroxilizadas, em diferentes níveis de PPC final, visando à geração de pequenas

quantidades de produtos calcinados para caracterizações do impacto na porosidade, grau de dispersão e carga de superfície.

A calcinação das amostras foi realizada de acordo com o seguinte procedimento:

- separação e homogeneização de alíquotas de 200g;
- secagem das amostras em estufa por duas horas a 105°C;
- resfriamento em dessecador até temperatura ambiente;
- separação de alíquotas de 10g a serem calcinadas em dezenove cadinhos refratários (balança do TGA);
- aquecimento a partir da temperatura ambiente até 105°C, a uma taxa de 10°C por minuto e permanência nesta temperatura por 60 minutos;
- aquecimento da amostra de 105°C até 300°C a uma taxa de 30°C por minuto;
- calcinação nessa temperatura (300°C) durante dois tempos distintos (um curto e outro mais longo);
- resfriamento das amostras até temperatura ambiente;
- recomposição e homogeneização das amostras calcinadas;
- determinação do teor de PPC pelo método convencional via mufla, segundo procedimento interno Samarco, para cada tempo de exposição determinado;
- construção da curva inicial de PPC residual em função do tempo de calcinação;
- exposição das amostras por tempos definidos a partir da curva inicial, a fim de atingir teores de PPC residual de 4%, 3,5%, 3%, 2,5%, 2%, 1,5%, 1% e 0,5%;
- determinação do teor de PPC pelo método convencional via mufla para cada período testado;
- para a produção das amostras com teor de PPC residual de 1% para a amostra *pellet feed* abaixo de 600# e 0,5% para essa e as demais, foi necessário aumentar a temperatura para valores superiores a 300°C.

As configurações de tempo/temperatura utilizadas para a preparação das amostras estão apresentadas na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Configurações de tempo/temperatura utilizadas na preparação das amostras a diferentes graus de calcinação (teor de PPC residual).

Amostra	Temp. °C	Tempo (min)	PPC Residual (%)			
			Repetições			Média
Amostra 11 >600#	300	0	4,19	4,19	4,22	4,20
		17	3,95	3,98	3,94	3,96
		30	3,38	3,42	3,43	3,41
		39	2,94	2,97	2,98	2,96
		50	2,53	2,55	2,55	2,54
		60	2,08	2,09	2,11	2,09
		75	1,58	1,62	1,62	1,61
		80	1,48	1,50	1,51	1,50
		90	1,16	1,14	1,13	1,14
		95	1,13	1,15	1,12	1,13
	290	1,00	0,97	0,98	0,98	0,98
	300	95	0,82	0,79	0,84	0,82
	400	60				
	300	95	0,61	0,58	0,61	0,60
	400	60				
	500	60				
	500	60				
Amostra 11 Tal Qual	300	0	4,59	4,57	4,57	4,58
		10	4,35	4,37	4,37	4,36
		19	4,01	4,01	4,01	4,01
		30	3,53	3,50	3,48	3,50
		42	2,91	2,93	2,94	2,93
		53	2,54	2,48	2,46	2,49
		60	2,22	2,18	2,21	2,20
		65	1,97	2,02	1,99	1,99
		85	1,44	1,43	1,46	1,44
		100	1,25	1,28	1,30	1,28
	300	1,03	1,02	1,01	1,02	1,02
	500	180	0,61	0,60	0,58	0,60
Amostra 11 <600#	300	0	4,69	4,68	4,71	4,69
		23	4,03	4,01	3,97	4,00
		26	3,85	3,83	3,84	3,84
		34	3,43	3,46	3,48	3,46
		45	2,94	2,96	2,93	2,94
		56	2,45	2,50	2,44	2,46
		68	1,94	1,93	1,92	1,93
		85	1,46	1,50	1,50	1,49
	300	1,28	1,25	1,26	1,26	1,26
	500	240	0,66	0,64	0,67	0,66
	500	240	0,53	0,51	0,53	0,52
	600	60				
	300	300	0,98	1,04	1,03	1,02
	400	60				

4.3.2.5 Características de superfície

4.3.2.5.1 Porosidade

Análises de porosidade de adsorção/dessorção gasosa de N₂ em amostras de *pellet feed* foram realizadas no laboratório do Departamento de Engenharia Metalúrgica – Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, utilizando o equipamento Quantachrome NOVA 1200.

As amostras foram previamente desgaseificadas à temperatura de 180°C, com purga ou vácuo, durante 3 horas e transferidas para o porta-amostra, previamente tarado, até atingir o preenchimento de 50-70% do volume do bulbo. Em seguida, a amostra e o porta-amostra foram pesados. Para a determinação da porosidade de amostras, foi utilizada a porosimetria de adsorção-condensação de nitrogênio (BJH e de Boer) com determinação das isotermas completas de adsorção e dessorção (mínimo de 15 pontos). A área superficial específica foi medida na formação da monocamada completa.

Análises de porosidade e rugosidade em superfícies de pelotas (cruas e queimadas) foram realizadas através de análise de imagens utilizando sistema constituído de câmera digital e *software* específico de processamento de imagens.

4.3.2.5.2 Estado de dispersão

A técnica utilizada neste trabalho para medir o nível de estabilidade termodinâmica das suspensões foi a de tubo de sedimentação. Os ensaios foram realizados no laboratório de interfaces do Departamento de Engenharia de Minas – Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG.

Essa técnica utilizou tubo de vidro de 4,0cm de diâmetro interno e 18,5cm de altura, com uma saída de 0,8cm de diâmetro a 2,0cm do fundo para retirada do sobrenadante. O tubo foi instalado sobre um agitador mecânico, que realizou a agitação da polpa com uma haste adaptada.

A Figura 4.13 ilustra detalhes do tubo de dispersão e sistema de agitação da amostra em análise.

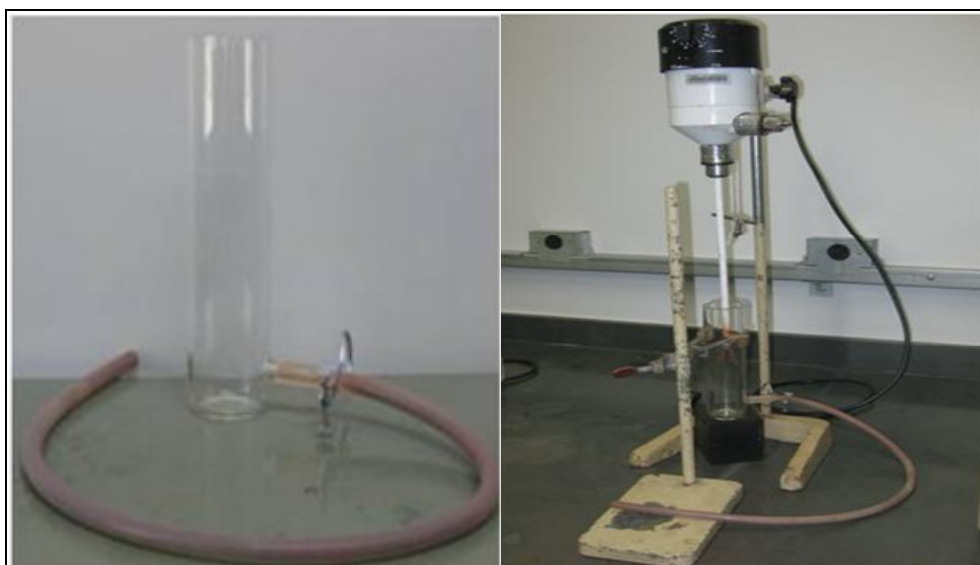


Figura 4.13 – Detalhes do tubo de sedimentação e montagem completa com agitador.

Massa de 1g de cada amostra de concentrado analisada foi adicionada ao tubo de sedimentação e o volume completado para 180ml, com soluções de pH previamente ajustado. A mistura foi agitada durante 5min no tubo de sedimentação a uma rotação de 750rpm. Terminado o período de agitação e após 1 minuto de repouso, foram coletadas, separadamente, as frações dispersa e afundada, posteriormente, filtradas, secadas em estufa e pesadas.

4.3.2.5.3 Carga de superfície

Medidas de potencial zeta foram realizadas no laboratório de interfaces do Departamento de Engenharia de Minas – Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, em medidor modelo ZM3-D-G, Zeta Meter systems 3.0+.

A Figura 4.14 e a Figura 4.15 ilustram o equipamento utilizado e detalhes da tela de medição.

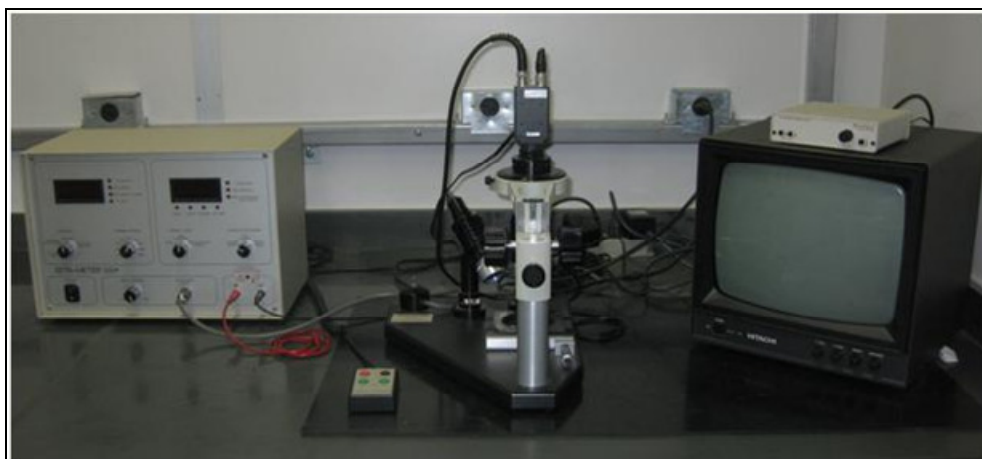


Figura 4.14 – Aparelho Zeta Meter 3.0+. Ilustração da montagem geral do sistema de medição.

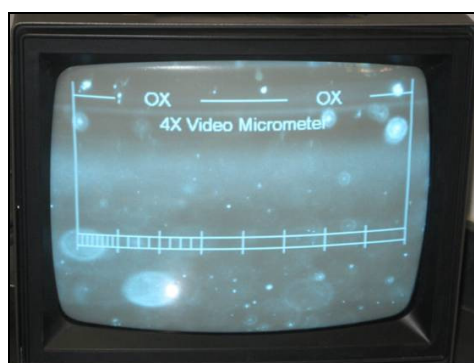


Figura 4.15 – Aparelho Zeta Meter 3.0+. Ilustração de detalhe da tela de medição.

Para a realização das medidas, cerca de 30mg de cada amostra analisada foi adicionada em 200ml de solução com eletrólito indiferente - nitrato de sódio (NaNO_3), na concentração de $1 \times 10^{-3} \text{ mol/l}$ e o pH ajustado para o valor desejado com NaOH ou HCl. Para garantia de granulometria adequada ($< 5 \mu\text{m}$), a amostra foi deixada em repouso para sedimentação das partículas mais grosseiras por período de, aproximadamente, 1,5h, determinado teoricamente pela lei de Stokes.

A célula do equipamento foi ambientada e preenchida com a solução preparada anteriormente e acoplada aos eletrodos.

O teste consistiu na determinação do tempo que uma partícula leva para percorrer uma determinada distância na presença de um campo elétrico. O aparelho foi ajustado para

que a faixa graduada na parte inferior da tela ficasse no plano estacionário. Foram observadas, em média, 20 partículas e, próximo ao ponto isoelétrico, um mínimo de 10 partículas. O aparelho determina diretamente a média dos valores de potencial zeta e o desvio padrão no marcador do equipamento.

4.3.2.5.4 Absorção de água

Essa metodologia analítica teve por objetivo construir diagramas para caracterizar o comportamento do peso específico aparente em função da umidade de amostras de *pellet feed*, identificando intervalos de umidade onde predominam água livre, água capilar e água adsorvida.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Fenômenos de Transporte e Química de Interfaces do Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP.

Os materiais utilizados no método foram: estufa para secagem, bacia de alumínio, balança de precisão, copo de 110ml, água destilada e Becker.

O procedimento adotado está descrito a seguir:

- homogeneização de 10kg de cada amostra estudada;
- quarteamento da amostra e separação em alíquotas de 500g em bacias;
- secagem em estufa a 105°C;
- resfriamento da amostra até a temperatura ambiente;
- quarteamento dos 500g e separação em duas alíquotas de 250g;
- cálculo da massa de água a ser adicionada aos 250g de *pellet feed* para atingir 1% de umidade;
- pesagem de água em *becker* para o valor determinado;
- adição de água à amostra;
- homogeneização da mistura na bacia;
- determinação da massa do copo vazio;

- colocação da amostra com 1% de umidade no copo de 110ml, sem compactação, de tal forma a evitar possíveis espaços vazios e raspar o excesso, de maneira que o nível da carga estivesse alinhado com a borda superior do copo;
- pesagem do copo cheio;
- repetir o procedimento por duas vezes;
- calcular a média dos valores obtidos;
- determinar o peso específico aparente em g/cm^3 ;
- repetir o procedimento completo para valores de 2% a 30% de umidade.

4.3.2.6 Suscetibilidade magnética

Foi utilizado um sistema de medição de variação de indutância, específico para a quantificação de materiais de alta suscetibilidade magnética. A montagem básica do sistema consistiu de bobina, ponte de medida RLC e balança de precisão. Os ensaios foram realizados nas instalações da Samarco – Ubu.

Como resultado da medida encontra-se a razão entre a variação de indutância e a massa da amostra (mH/g). O sistema foi calibrado para a quantificação do percentual de magnetita na amostra, através da utilização de espécies de mineral com alto conteúdo de magnetita.

4.3.2.7 Caracterização mineralógica

4.3.2.7.1 Microscopia óptica

Para análise microscópica da mineralogia das amostras de concentrado e *pellet feed*, as seções polidas elaboradas foram analisadas qualitativa e quantitativamente, com o auxílio de microscópio óptico, luz refletida e transmitida. As amostras foram analisadas por meio da estimativa da porcentagem volumétrica dos tipos de minerais presentes nas partículas observadas, com a conversão para peso, utilizando as densidades teóricas de cada fase.

Foram utilizados os laboratórios da Samarco (microscópio Leica, modelo: LEITZ Laborlux 12 POL S e *software* para análise de imagem: Leica QWIN 550) e da PCM - Processamento e Caracterização Mineral LTDA (microscópio Leica, modelo DM LP).

4.3.2.7.2 Difratometria de raios-X

As amostras foram analisadas em difratômetro de raios-X para amostras de pó, mediante o emprego do equipamento marca PANalytical, modelo X`PERT PRO com detector X`Celerator, nas instalações do Laboratório de Caracterização Tecnológica – Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP.

A identificação das fases cristalinas foi obtida por comparação do difratograma da amostra com os bancos de dados PDF2 do *ICDD – International Centre of Diffraction Data (2003)* e *PAN-ICSD – PANalytical Inorganic Crystal Structure Database (2007)*.

A quantificação das fases foi feita pelo método de Rietveld, utilizando estruturas cristalinas do banco de dados do *ICSD – Inorganic Crystal Structure Database (2007)*.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Estudo de amostras com altos valores de PPC em condições de pelotização padrão

Visando o estabelecimento de referências específicas para o estudo do efeito da calcinação na qualidade e na produtividade da pelotização, durante o processamento de minérios com altos valores de PPC, foram realizados testes piloto em condições representativas da prática industrial atual da usina 3 da Samarco Mineração S.A com as amostras 10, 11 e 12, descritas anteriormente. Testes buscando uma adequação dos processos para materiais de alto PPC também foram realizados.

5.1.1 Características gerais químicas, físicas e mineralógicas

A Tabela 5.1, a Tabela 5.2 e a Tabela 5.3 ilustram as características químicas, físicas e mineralógicas dessas amostras.

Tabela 5.1 – Características químicas, físicas e mineralógicas da amostra 10 – amostra referência para a condição de *pellet feed* atual.

Amostra	Teores (%)								Análise física			Análise mineralógica (%)			
	Fe	FeO	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	P	PPC	Peso Esp. (g/cm ³)	< 325 # (%)	Blaine (cm ² /g)	H.E.	H.P.	Goethita	Magnetita
amostra 10 PPC 2,89%	66,69	1,09	1,17	0,09	0,03	0,36	0,040	2,89	4,95	87,4	1520	31,4	43,1	22,8	1,2

Tabela 5.2 – Características químicas, físicas e mineralógicas da amostra 11 – alto valor de PPC no *pellet feed*.

Amostra	Teores (%)								Análise física			Análise mineralógica (%)			
	Fe	FeO	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	P	PPC	Peso Esp. (g/cm ³)	< 325 # (%)	Blaine (cm ² /g)	H.E.	H.P.	Goethita	Magnetita
amostra 11 PPC 4,45%	65,54	1,52	1,34	0,03	0,03	0,35	0,056	4,45	4,70	88,4	2080	18,6	35,3	40,4	4,3

Tabela 5.3 – Características químicas, físicas e mineralógicas da amostra 12 – alto valor de PPC no *pellet feed*.

Amostra	Teores (%)								Análise física			Análise mineralógica (%)			
	Fe	FeO	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	P	PPC	Peso Esp. (g/cm ³)	< 325 # (%)	Blaine (cm ² /g)	H.E.	H.P.	Goethita	Magnetita
amostra 12 PPC 3,83%	65,99	0,81	1,12	0,11	0,03	0,40	0,048	3,83	4,78	91,6	1874	22,4	38,7	37,8	1,4

A amostra 10, *pellet feed* não prensado, coletada na instalação industrial, buscou representar a alimentação atual das usinas de pelletização. As amostras 11 e 12 simularam as condições de alto valor de PPC e baixa hematita especular.

De forma geral, em comparação à amostra referência, as amostras com valores de PPC mais elevados apresentaram as seguintes características: teores de P mais elevados; menor peso específico; granulometria mais fina; maior superfície específica; menores proporções de hematita especular e maiores proporções de fases porosas (hematita porosa e goethita).

A Figura 5.1 apresenta as curvas granulométricas, obtidas em granulômetro a *laser*, para as amostras 10, 11 e 12.

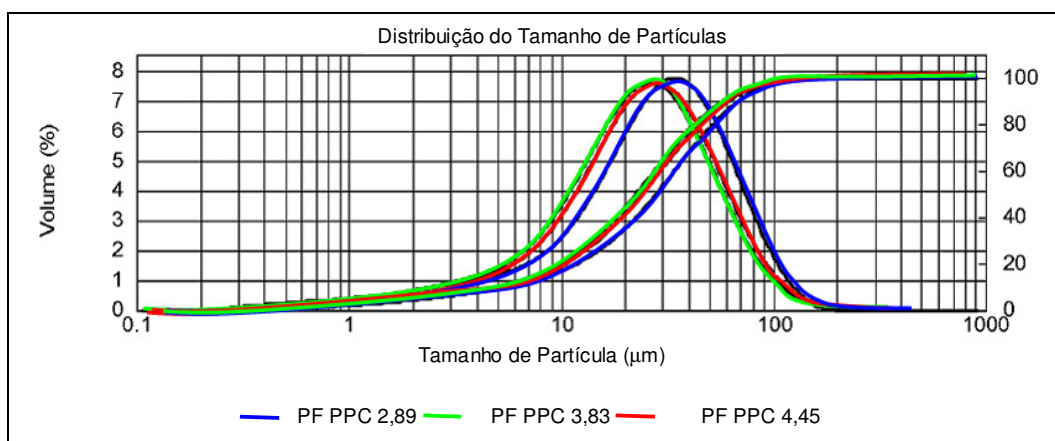


Figura 5.1 – Distribuições granulométricas obtidas em granulômetro a *laser* – amostras 10, 11 e 12.

A amostra 10 apresentou-se como a mais grosseira e a amostra 12 foi a mais fina, com distribuição granulométrica similar à da amostra 11.

A Figura 5.2 apresenta os resultados de área superficial específica e peso específico das amostras 10, 11 e 12.

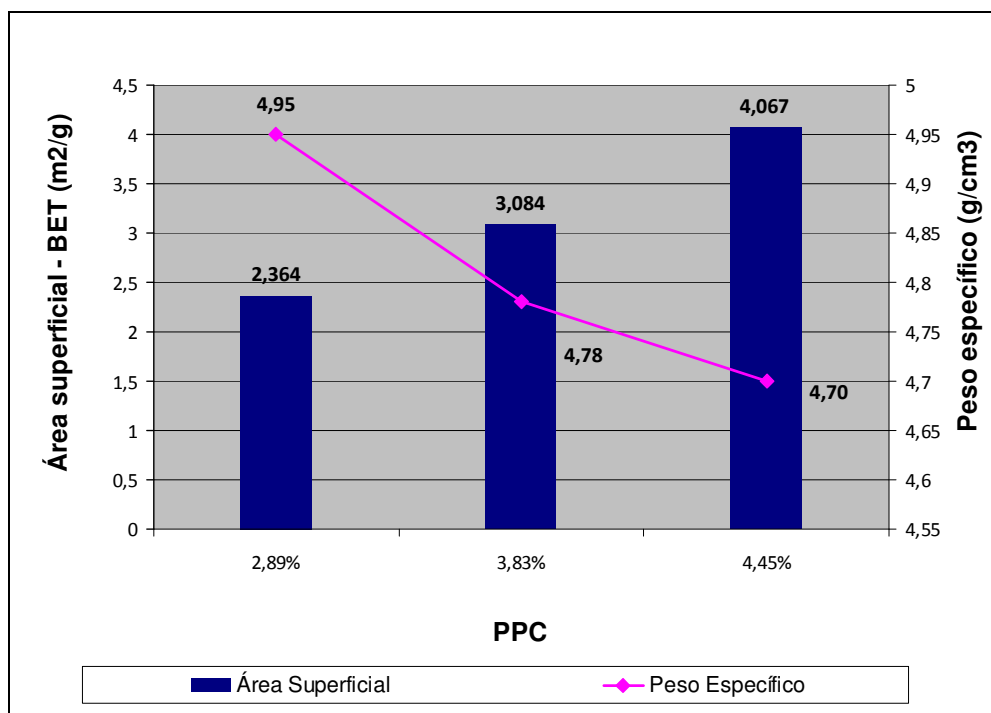


Figura 5.2 – Área superficial específica e peso específico das amostras 10, 11 e 12.

Verifica-se uma relação direta nítida do aumento da PPC com o aumento da área superficial específica e redução do peso específico. A maior área superficial específica está associada ao aumento das proporções de goethita e hematita porosa (martita), conforme confirmado em análises mineralógicas realizadas.

A Figura 5.3 ilustra algumas das fases minerais identificadas nas amostras estudadas.

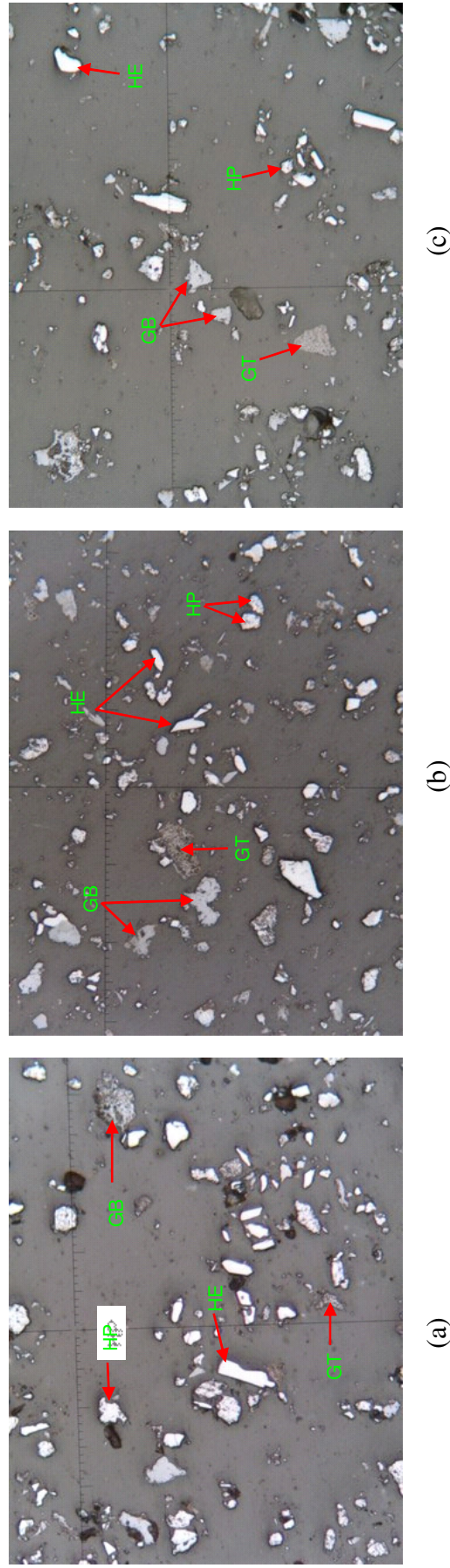


Figura 5.3 – Fotomicrografias ilustrando algumas mineralogias típicas das amostras 10 (a), 11 (b) e 12 (c). HE-Hematita Especular, HP-Hematita Porosa, GB-Goethita Botrioidal e GT-Goethita Terrosa. Aumento 250X.

A Tabela 5.4 apresenta a mineralogia parcial para minerais de ferro das amostras 10, 11 e 12, em microscópio óptico com aumento de 250X.

Tabela 5.4 – Mineralogia parcial para minerais de ferro das amostras 10, 11 e 12 – microscópio óptico. Aumento 250X.

Amostra	Mineralogia (%)						
	Hematita Especular	Hematita Porosa	Goethita Botrioidal	Goethita Maciça	Goethita Terrosa	Goethita Anfibolítica	Magnetita
amostra 10 - PPC 2,89% concentrado remóido final	32,9	43,1	14,4	1,7	6,1	0,6	1,2
amostra 11 - PPC 4,45% concentrado remóido final	14,8	38,9	29,6	4,2	9,3	1,4	1,8
amostra 12 - PPC 3,83% concentrado remóido final	22,4	38,7	24,2	2,2	10,1	1,1	1,4

Verificou-se que a hematita porosa e a goethita botrioidal foram as fases mineralógicas predominantes nos concentrados de altos valores de PPC e aumento nas proporções dos outros tipos de goethita também foram verificados, com consequente redução nas proporções de hematita especular.

5.1.2 Caracterização das etapas de pelotização – separação sólido/líquido, pelotamento e queima

5.1.2.1 Separação sólido/líquido

Ensaio expedito de separação sólido/líquido foram realizados nesta fase do estudo visando confirmar os impactos gerais dos concentrados com altos valores de PPC nas operações unitárias de espessamento e filtração (desempenhos e capacidades). Nenhum enfoque de adequação de condições foi abordado.

5.1.2.1.1 Ensaio de sedimentação em proveta

Os resultados de ensaios de sedimentação em proveta foram utilizados para estimar o diâmetro de espessadores para concentrados remóidos com altos valores de PPC e

realizar uma comparação preliminar com o equipamento existente com diâmetro de 42m (usina 3 da Samarco).

Como premissas para os cálculos, foram consideradas: a taxa de alimentação do sistema de 1.200t/h e a percentagem (%) de sólidos no *underflow* do espessador de 72%. No Anexo I é apresentado o resumo dos resultados dos testes de sedimentação.

As seguintes estimativas para diâmetro dos espessadores foram estabelecidas:

- amostra 10: espessador com 36m (referência para concentrados de PPC atual);
- amostra 11: espessador com 40m;
- amostra 12: espessador com 42m.

Apesar da indicação de necessidade de aumento do diâmetro dos espessadores para o processamento dos concentrados com altos teores de PPC, verificou-se a partir das diferenças observadas que pequenas alterações nos sistemas seriam suficientes para as adequações requeridas.

5.1.2.1.2 Ensaios de filtração – *leaf test*

A Tabela 5.5 apresenta as condições básicas de realização dos ensaios e os resultados de umidade do *pellet feed* e da produtividade na filtração estimada a partir dos ensaios de *leaf test*. Foram simuladas condições de pH relativas à operação do mineroduto sem e com adição de cal.

Tabela 5.5 – Condições básicas de realização dos ensaios e resultados de umidade do *pellet feed* e da produtividade estimada na filtragem a partir dos ensaios de *leaf test*.

Leaf test - amostras 10, 11 e 12 ($\rho = 2,0 \text{ g/cm}^3$)							
pH	Amostras	HCl (g/t)	Cal (g/t)	Peso Úmido (g)	Peso Seco (g)	Umidade (%)	Produtividade (t/h/m ²)
pH 7	amostra 10 (PPC 2,89%)	279	-	574,6	549,4	9,78	0,89
	amostra 12 (PPC 3,83%)	235		549,2	524,2	12,18	0,69
	amostra 11 (PPC 4,45%)	200		541,1	516,0	12,75	0,66
pH 11,5	amostra 10 (PPC 2,89%)	-	382	627,1	599,0	10,02	0,97
	amostra 12 (PPC 3,83%)		586	545,8	521,6	12,03	0,68
	amostra 11 (PPC 4,45%)		639	512,4	486,5	13,07	0,66

Com a elevação dos valores de PPC nos concentrados remoídos, a elevação média da umidade (9,90 para 12,51%), assim como a queda estimada na produtividade da filtragem (0,93 para 0,66t/h/m²) mostrou-se significativa e reforçou a importância dos estudos com outras tecnologias de filtragem.

5.1.2.2 Pelotamento e queima

A caracterização das amostras 10, 11 e 12 frente às etapas de pelotamento e queima foi realizada segundo o fluxograma esquemático apresentado na Figura 5.4. Estes estudos visaram quantificar o impacto dos materiais com altos valores de PPC na qualidade e produtividade da pelotização.

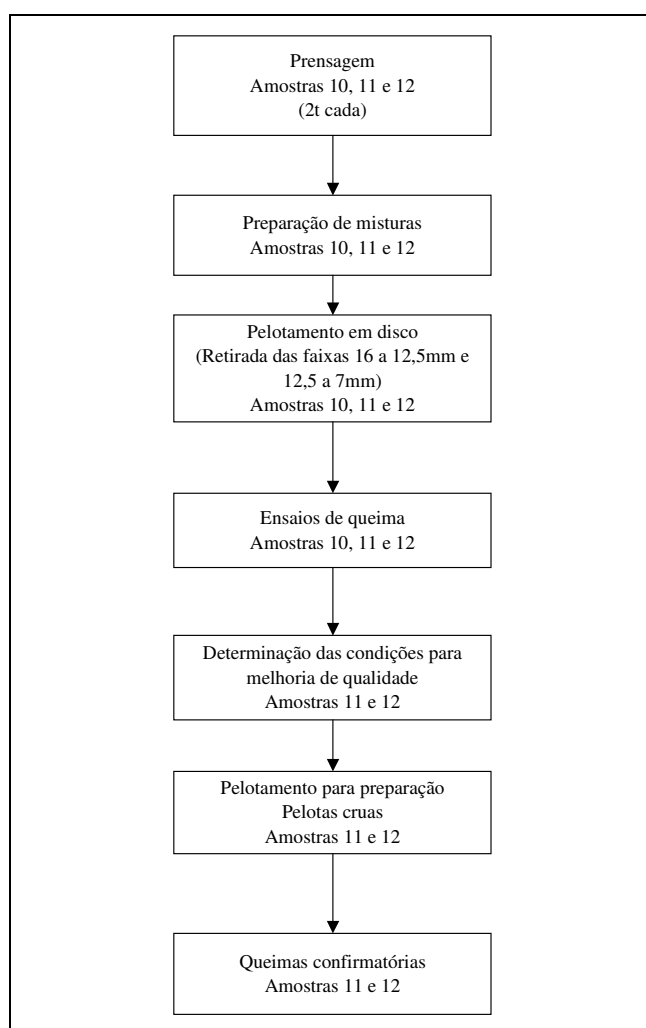


Figura 5.4 – Fluxograma esquemático de caracterização das amostras 10, 11 e 12 com as diferentes etapas do processo de pelotização.

De acordo com o fluxograma dos ensaios de pelotamento e queima, os estudos foram realizados em duas etapas:

- etapa inicial: para determinação de níveis mais adequados dos principais parâmetros estudados, conforme planejamento fatorial;
- etapa confirmatória: para verificação/validação do efeito dos níveis recomendados pela etapa inicial sobre os resultados do processo, visando quantificar as melhorias estimadas/obtidas.

5.1.2.2.1 Prensagem

A prensagem das amostras objetivou a redução granulométrica e aumento de área superficial específica como etapa preparatória para o pelotamento.

A Tabela 5.6 apresenta as condições de realização dos ensaios de prensagem com umidade de 9%.

Como objetivo se buscou atingir uma área superficial específica em torno de $2100\text{cm}^2/\text{g}$. Como as amostras 11 e 12 já se apresentavam originalmente mais finas e com maior superfície específica, a regulagem do equipamento para as mesmas se fez com menor pressão de operação.

Tabela 5.6 – Condições de realização dos ensaios de prensagem – amostras 10, 11 e 12.

Teste em HPGR de laboratório	Pressão de N ₂ (bar)	Pressão de óleo (bar)	Massa da amostra (kg)	Rotação (rpm)	Pressão média de óleo (bar)	Consumo dos motores (kW)	Tempo do teste (s)	Produtividade hora a úmido (t/h)	Força específica de prensagem (N/mm ²)
amostra 10 (PPC 2,89%)	40	60	15	1750	86,0	3,03	18	3,00	4,29
amostra 12 (PPC 3,83%)	15	20	15	1750	33,5	2,85	16	3,38	1,67
amostra 11 (PPC 4,45%)	15	20	15	1750	31,5	2,84	18	3,00	1,57

A Tabela 5.7 apresenta os resultados de granulometria e superfície específica do processo de prensagem para as amostras 10, 11 e 12.

Tabela 5.7 – Resultados de granulometria e superfície específica do processo de prensagem – amostras 10, 11 e 12.

Amostras		Distribuição granulométrica (%)				Blaine (cm ² /g)	Ganho -325 # (%)	Ganho blaine (cm ² /g)
		+100#	+200#	+325#	-325#			
amostra 10 (PPC 2,89%)	antes prensa	0,4	3,0	9,2	87,4	1520	3,6	530
	após prensa	0,2	1,9	6,9	91,0	2050		
amostra 12 (PPC 3,83%)	antes prensa	0,2	1,8	6,4	91,6	1874	1,0	473
	após prensa	0,2	1,6	5,6	92,6	2347		
amostra 11 (PPC 4,45%)	antes prensa	0,4	3,2	8,0	88,4	2080	2,0	509
	após prensa	0,2	2,8	6,6	90,4	2589		

Observou-se que as amostras com valores de PPC mais alto apresentaram menores ganhos relativos ao percentual -325# em comparação com a amostra referência, com os valores finais após a prensagem das amostras estudadas variando na faixa de 90,4% a 92,6%.

Observou-se que a amostra 10 atingiu um valor de superfície específica próximo do valor de esperado de 2100g/cm^2 com um ganho de 530 unidades de superfície específica. As amostras 11 e 12, apesar de prensadas com as mais baixas pressões permitidas pelo equipamento piloto, ainda apresentaram ganho médio significativo de superfície específica de cerca de 490 unidades de superfície específica. Os valores finais obtidos após a prensagem foram de 2050, 2347 e $2589\text{cm}^2/\text{g}$, respectivamente para as amostras 10, 12 e 11.

5.1.2.2.2 Mistura e pelotamento

Previamente à preparação das misturas para a realização dos testes piloto de pelotamento e queima, foi feita a caracterização química e física dos insumos utilizados na confecção das pelotas cruas: calcário, bentonita e carvão. Para ajustar a sílica do *pellet feed* e também a basicidade binária (CaO/SiO_2) em $0,85 \pm 0,05$, conforme definição específica para esta fase do estudo para produção de pelotas padrão para alto-forno, foi realizada a adição de sílica de flotação na confecção das misturas.

A Tabela 5.8 apresenta análises químicas e físicas dos insumos utilizados no pelotamento das amostras 10, 11 e 12.

Tabela 5.8 – Análises químicas e físicas dos insumos utilizados no pelotamento das amostras 10, 11 e 12.

Insumos	Teores (%)					Análise física						
	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PPC	Peso específico (g/cm ³)	Blaine (cm ² /g)	+100# (%)	+200# (%)	+325# (%)	+400# (%)	-400# (%)
calcário	50,70	3,18	3,51	-	41,30	2,87	6.744	5,2	12,8	13,4	68,6	-
bentonita	1,08	2,53	58,60	17,26	8,56	2,55	4.706	-	9,4	-	-	-
sílica flotação	0,01	0,04	74,60	0,33	0,29	2,76	1.056	2,2	17,2	13,2	6,2	61,2
carvão mineral	carbono fixo: 71,60 %; mv: 11,58 %; cinzas: 16,68 %					1,50	6.060	12,0	14,5	13,5	60,0	-

Para cada amostra, foram realizados testes de pelotamento exploratórios em pneu para determinação da umidade recomendada do *pellet feed* para pelotamento, obtendo-se os seguintes valores para o referido parâmetro:

- amostra 10: 10,0%;
- amostra 11: 11,2%;
- amostra 12: 10,6%.

A Tabela 5.9 apresenta um resumo dos balanços de massas adotados nos ensaios de pelotamento da etapa inicial, já considerando os resultados dos estudos preliminares em pneu e também o alinhamento com as condições estabelecidas pelo planejamento experimental da etapa inicial de queima, cujos ensaios foram realizados em sequência imediata aos pelotamentos.

Tabela 5.9 – Resumos dos balanços de massas dos ensaios de pelotamento – etapa inicial.

PPC <i>pellet feed</i> (%)	Umidade requerida <i>pellet feed</i> (%)	Testes	Combustível sólido (carvão)		Aglomerante (bentonita)		Fundente (calcário)		Ajuste basicidade (sílica flotação)		PPC da pelota crua (%)	Umidade da pelota crua (%)
			Carbono (%)	Carvão (kg/t)	Dosagem (%)	Consumo (kg/t)	Dosagem (%)	Consumo (kg/t)	Dosagem (%)	Consumo (kg/t)		
2,89	10,0%	1	0,5	7,54	0,4	4,95	3,12	33,69	0,53	6,32	4,59	8,83
		2	1,0	15,20	0,4	4,95	3,17	34,18	0,53	6,28	5,18	8,91
		3	1,3	19,82	0,4	4,94	3,21	34,55	0,53	6,17	5,54	8,77
3,83	10,6%	4	1,0	15,34	0,4	4,99	3,14	34,18	0,60	7,09	6,16	9,61
		5	1,3	20,03	0,4	4,99	3,17	34,51	0,60	7,11	6,51	9,45
		6	0,5	7,62	0,4	5,00	3,09	33,64	0,60	7,03	5,57	9,21
4,45	11,2%	7	1,3	20,12	0,4	5,02	3,33	36,43	0,33	3,98	7,06	9,84
		8	0,5	7,66	0,4	5,03	3,25	35,55	0,33	3,91	6,13	9,94
		9	1,0	15,41	0,4	5,02	3,30	36,10	0,33	3,79	6,71	9,84

(*) Dosagem dos insumos considerando base seca

A Tabela 5.10 apresenta os resultados de CPCU, CPCS e resiliência obtidos nos ensaios de pelotamento da etapa inicial.

Tabela 5.10 – Resultados dos ensaios de pelotamento – etapa inicial

Parâmetros	Amostra 10 (2,89% PPC)			Amostra 12 (3,83% PPC)			Amostra 11 (4,45% PPC)		
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Resiliência (quedas)	4,0	4,3	3,1	5,0	5,2	4,5	7,4	6,1	6,7
CPCU (g/pel.)	1936	2032	1970	2275	2325	2134	2689	2256	2544
CPCS (g/pel.)	7530	8902	9647	9977	9987	9978	12492	11838	12004
Umidade (%)	8,83	8,91	8,77	9,61	9,45	9,21	9,84	9,94	9,84

A Figura 5.5, a Figura 5.6 e a Figura 5.7 apresentam de forma gráfica os resultados dos ensaios de pelotamento da etapa inicial.

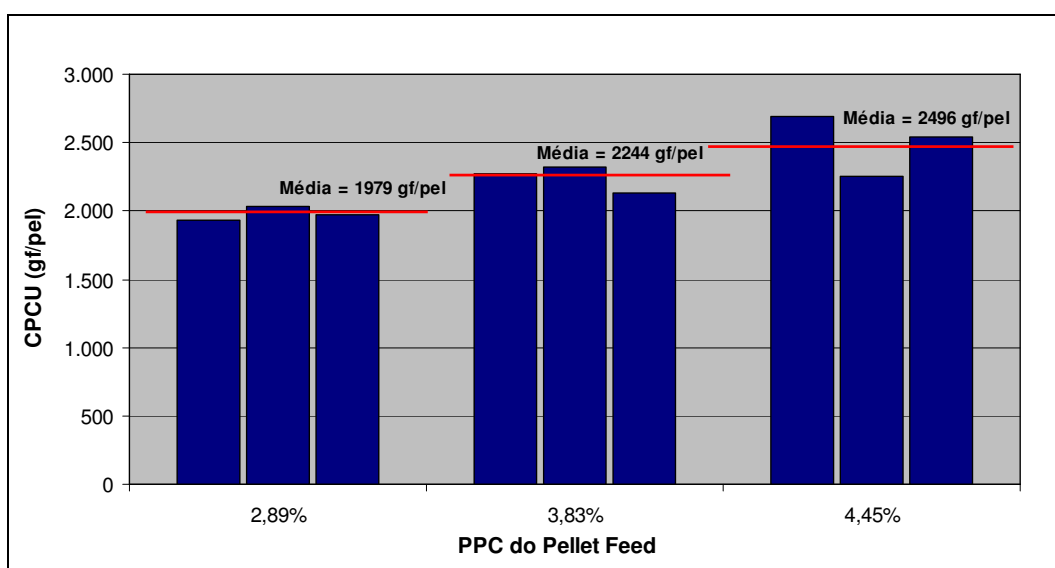


Figura 5.5 – Resultados dos ensaios de pelotamento da etapa inicial – CPCU.

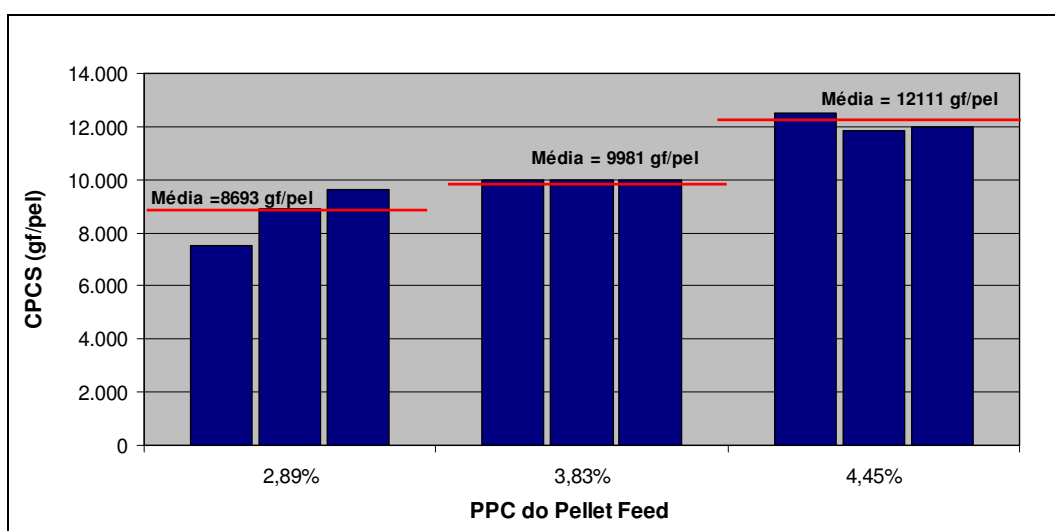


Figura 5.6 – Resultados dos ensaios de pelotamento da etapa inicial – CPCS.

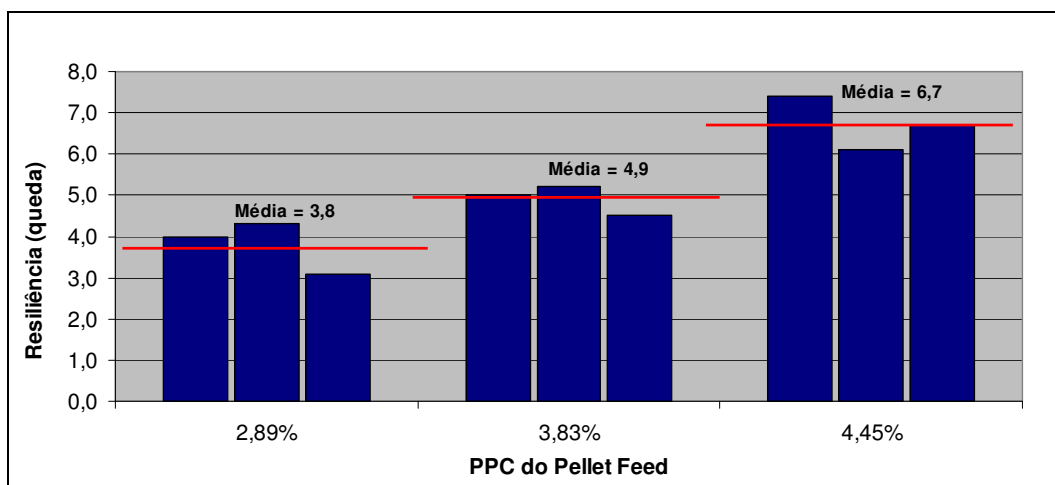


Figura 5.7 – Resultados dos ensaios de pelotamento da etapa inicial – Resiliência.

Verificou-se que os índices de CPCU, CPCS e resiliência apresentaram elevação com o aumento dos valores de PPC nas amostras de *pellet feed*. Tal fato se relaciona aos respectivos aumentos verificados nos resultados de superfície específica e umidade nas amostras de *pellet feed* utilizadas.

5.1.2.2.3 Queima

Foi definido, como condição padrão de referência comparativa, o processo industrial de queima da Usina 3 de pelotização da Samarco, considerando a produção de pelotas tipo PBF/STD (basicidade de 0,85; adição de bentonita como aglomerante; 1%C e perfil de queima dessa instalação).

A Tabela 5.11 apresenta o arranjo ortogonal utilizado e os níveis das variáveis empregadas no estudo da etapa inicial de queima.

Tabela 5.11 – Arranjo ortogonal utilizado e os níveis das variáveis empregadas no estudo da etapa inicial de queima.

Teste	PPC	Produtividade (t/m ² /dia)	Carbono pelota crua (%)	Perfil térmico
1	amostra 10 (PPC 2,89%)	23,02	0,5	usina 3 Samarco (padrão)
2		26,50	1,0	forno industrial de referência (baixa pressão)
3		30,50	1,3	forno industrial de referência
4	amostra 12 (PPC 3,83%)	23,02	1,0	forno industrial de referência
5		26,50	1,3	usina 3 Samarco (padrão)
6		30,50	0,5	forno industrial de referência (baixa pressão)
7	amostra 11 (PPC 4,45%)	23,02	1,3	forno industrial de referência (baixa pressão)
8		26,50	0,5	forno industrial de referência
9		30,50	1,0	usina 3 Samarco (padrão)

Os seguintes comentários são relevantes em relação à definição dos parâmetros do planejamento experimental:

- perfil de queima: para condução das queimas iniciais, foi definida a utilização de três perfis térmicos: forno 3 (Samarco - padrão), forno industrial de referência e forno industrial de referência de baixa pressão, conforme mostrado na Tabela 5.12. O forno industrial de referência apresenta semelhanças com o forno da Usina 3 Samarco e possui maior comprimento de pré-queima. Entende-se que a zona de pré-queima do forno de pelletização seja determinante para o processamento térmico de minérios hidratados. As temperaturas estimadas para o final da zona de secagem e início da zona de pré-queima se situam, em geral, na

faixa de 330 a 520°C, faixa esta que engloba aquela referente à desidroxilação da goethita.

Tabela 5.12 – Perfis térmicos utilizados nos testes de queima – etapa inicial.

Perfil térmico	Comprimento das zonas no forno (m)								Pressão diferencial das zonas (mmH ₂ O)				
	Secagem		Queima			Resfriamento		Total	Secagem	Queima			Resfr. ¹
	Asc. ¹	Desc. ¹	Pré	Queima	Pós	1	2			Pré	Queima	Pós	
usina 3 Samarco (padrão)	18	24	30	45	9	48	18	192	450	500	500	500	550
forno industrial de referência (baixa pressão)	18	24	36	39	15	41	19	192	306	306	460	460	460
forno industrial de referência	18	24	36	39	15	41	19	192	306	408	460	460	460

(1): Asc.: Ascendente; Desc.: Descendente e Resfr.: Resfriamento

A Figura 5.8 apresenta as curvas de análise termogravimétrica (TGA) obtidas para as três amostras testadas, mostrando a faixa de temperatura em que ocorre a desidroxilação da goethita (de 200 a 400°C).

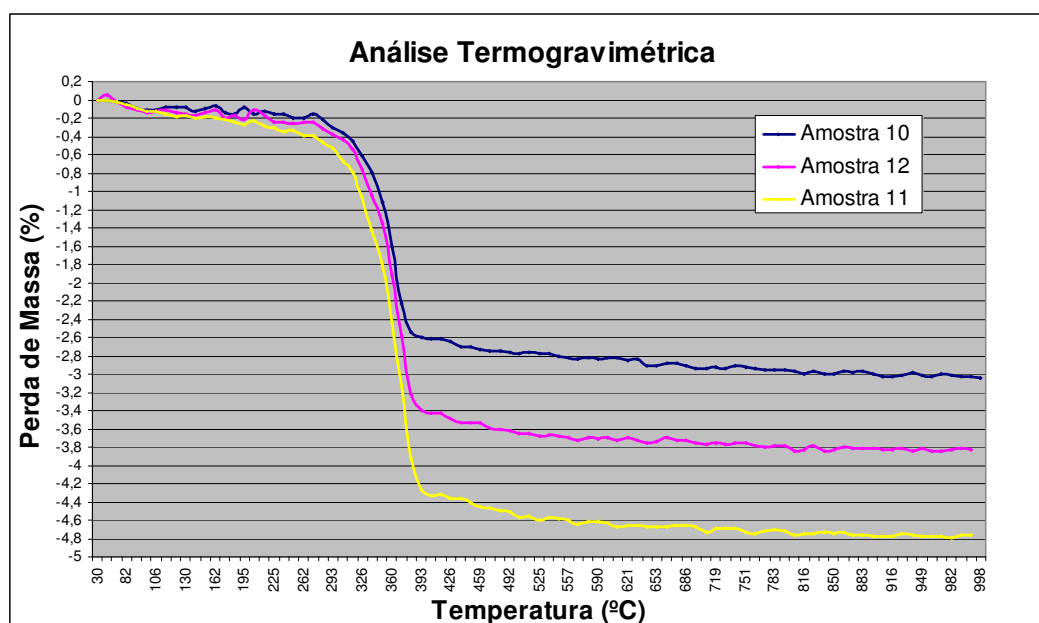


Figura 5.8 – Análises termogravimétricas (TGA) das amostras 10, 11 e 12.

- dosagem de carvão: considerando nível médio de 1%C como a condição atual das instalações industriais, os níveis baixo (0,5%C) e alto (1,3%C) foram estipulados visando cobrir variações extremas, levando em consideração: maior consumo energético devido necessidade de desidroxilação de goethita nos materiais de mais alto PPC (cerca de 4 a 11% de demanda energética adicional) e a elevada porosidade das amostras de mais alto valor de PPC, buscando evitar a formação de poros adicionais devido à queima do carvão no interior da pelota, assim como a elevação de temperatura e formação de magnetita.
- produtividade do forno: como parâmetro de produtividades para os ensaios piloto de queima foram utilizadas como referência a usina 3 da Samarco (30,5t/m²/dia) e dois outros valores mais baixos, dentro de faixas usuais de operação de instalações de pelotização, assim como uma operação de 351 dias por ano (*working rate*).

A Tabela 5.13 apresenta os resultados dos ensaios de queima da etapa inicial conduzidos segundo o planejamento experimental elaborado.

Tabela 5.13 – Resultados dos ensaios de queima – etapa inicial

Teste	1		2		3		4		5		6		7		8		9	
Identificação	130	131	148	149	145	146	152	153	155	156	161	162	180	181	171	172	177	178
PPC pellet feed (%)	2,89		2,89		2,89		3,83		3,83		3,83		4,45		4,45		4,45	
Produtividade (t/m ² /dia)	23,02		26,50		30,50		23,02		26,50		30,50		23,02		26,50		30,50	
% C	0,5		1,0		1,3		1,0		1,3		0,5		1,3		0,5		1,0	
Perfil térmico	Usina 3 Samarco padrão		Forno Industrial de referência baixa pressão		Forno Industrial de referência padrão		Forno Industrial de referência padrão		Usina 3 Samarco padrão		Forno Industrial de referência baixa pressão		Forno Industrial de referência baixa pressão		Forno Industrial de referência padrão		Usina 3 Samarco padrão	
	Análises químicas																	
FeT (%)	66,72	66,66	66,40	66,55	66,57	66,54	66,54	66,6	66,69	66,64	66,69	66,65	66,54	66,6	66,66	66,70	66,54	66,32
FeO (%)	0,17	0,06	0,23	0,59	1,54	1,33	0,23	0,43	3,5	3,07	0,09	0,11	1,72	2,22	0,18	0,16	1,72	1,49
SiO ₂ (%)	2,01	2,05	2,19	2,12	2,17	2,18	2,17	2,16	2,25	2,25	2,04	2,07	2,24	2,21	2,09	2,05	2,24	2,16
Al ₂ O ₃ (%)	0,48	0,50	0,54	0,52	0,54	0,55	0,55	0,55	0,59	0,59	0,5	0,51	0,51	0,51	0,47	0,44	0,51	0,49
CaO (%)	1,62	1,63	1,82	1,74	1,76	1,76	1,68	1,63	1,69	1,71	1,57	1,58	1,73	1,73	1,58	1,6	1,73	1,69
MgO (%)	0,17	0,17	0,19	0,19	0,18	0,18	0,19	0,19	0,21	0,21	0,19	0,19	0,20	0,20	0,19	0,19	0,20	0,20
P (%)	0,042	0,043	0,045	0,041	0,042	0,042	0,048	0,046	0,049	0,048	0,052	0,052	0,055	0,057	0,060	0,056	0,055	0,061
B 2	0,81	0,80	0,83	0,82	0,81	0,81	0,77	0,75	0,75	0,76	0,77	0,76	0,77	0,78	0,76	0,78	0,77	0,78
Testes físicos - pelotas queimadas																		
Compressão -16,0 +12,5 mm																		
Média (kgf/pel.)	407	431	336	362	212	234	381	375	216	185	316	309	252	252	405	394	271	256
DP	167	167	105	143	118	98	136	153	92	72	103	123	92	103	155	156	116	93
-200 (%)	13	8	5	15	53	37	11	17	46	62	13	19	33	34	13	13	32	30
Compressão -12,5 +10,0 mm																		
Média (kgf/pel.)	322	344	297	279	214	221	322	344	200	220	200	228	201	224	274	302	247	229
DP	131	124	103	98	75	91	119	124	85	102	82	93	78	87	98	100	89	96
-200 (%)	16	23	17	23	42	42	17	23	50	44	49	33	49	41	27	17	32	39
Tamboramento (%)																		
+ 6,3 mm	94,4	94,6	94,3	94,7	93,0	93,6	93,8	94,1	92,9	92,1	91,1	91,5	93,7	93,9	94,3	95,0	92,8	92,3
-6,3 +0,5 mm	1,1	0,9	1,3	1,0	1,7	1,3	2,3	1,7	2,9	3,6	2,0	2,3	2,0	2,0	0,8	1,2	1,8	1,8
- 0,5 mm	4,5	4,5	4,4	4,3	5,3	5,1	3,9	4,2	4,2	4,3	6,9	6,2	4,3	4,1	4,9	3,8	5,4	5,9
Temperatura máxima atingida nas camadas de pelotas durante a queima (°C)																		
Superior	1353	1349	--	--	--	--	-	-	-	-	0	0	1369	1370	-	-	1362	1364
Intermediária	1341	1338	1385	1382	1404	1397	1388	1380	-	1389	1328	1313	1395	1393	1347	1355	1359	1367
Inferior	1305	1271	1362	1335	1356	1331	1390	1389	1390	1390	1215	1285	1404	1402	1321	1321	1232	1214
Caixa de vento	665	626	579	542	464	454	673	677	607	566	454	537	635	625	534	560	465	375

A partir dos resultados obtidos, a resistência à compressão a frio e o índice de tamboramento foram modelados em diferentes situações, por meio do *software* estatístico Minitab®. Os valores de R^2 (ajustado) mostram que as variáveis PPC, % carbono, produtividade e perfil explicaram 98,1% e 74,7% das variações dos valores de compressão e tamboramento, respectivamente. O poder de previsão do modelo alcançou valor aceitável para a compressão (93%), enquanto para o tamboramento a previsibilidade alcançada foi baixa (44,9%).

No Anexo II estão apresentadas as tabelas com os resultados das análises de variância.

Pela aplicação do modelo de superfície de resposta, uma série de combinações de condições/resultados de queima foi avaliada.

A condição padrão da usina 3 da Samarco com valor de 2,89% de PPC, %C de 1,0% e produtividade de 30,5 t/m²/dia apresentou uma estimativa de índices de compressão e tamboramento de 287kgf/pel e 92,9%, respectivamente. O referencial industrial para esses parâmetros é de 330±20kgf/pel e 94,5±0,5%. Os valores de compressão se referem nesse trabalho à faixa -16,0 +12,5mm.

Foi verificada, ainda, uma tendência de melhoria da compressão com a redução da dosagem de carvão em conjunto com o perfil de queima mais suave (perfil do forno industrial de referência normal). Essas condições foram simuladas no modelo (perfil do forno industrial de referência normal; 0,61%C e produtividade 30,5t/m²/dia) conduzindo à estimativa dos seguintes índices de compressão e tamboramento para as amostras 11 e 12 com altos valores de PPC:

- amostra 11 (PPC 4,45%): compressão de 341kgf/pel; tamboramento de 93,3%;
- amostra 12 (PPC 3,83%): compressão de 347kgf/pel; tamboramento de 94,2%.

Conforme planejado, o conjunto de queimas confirmatórias foi realizado com o objetivo de validar as melhorias sugeridas a partir da análise das queimas da etapa inicial, cujas condições experimentais e resultados estão apresentados na Tabela 5.14.

Tabela 5.14 – Resultados dos ensaios de queima – etapa confirmatória.

Teste	1		2		3		4		5
Identificação	192	193	195	196	177	178	203	204	201
PPC pellet feed (%)	2,89		3,83		4,45		4,45		3,83
Produtividade (t/m ² /dia)	30,50		30,50		30,50		30,50		30,50
% C	1,00		1,00		1,00		0,61		0,61
Perfil térmico	Usina 3 Samarco padrão		Usina 3 Samarco padrão		Usina 3 Samarco padrão		Forno Industrial de referência padrão		Forno Industrial de referência padrão
Análises químicas									
FeT (%)	66,45	66,43	66,61	66,52	66,54	66,32	66,49	66,45	66,44
FeO (%)	0,78	0,40	2,44	1,12	1,72	1,49	0,05	0,05	0,36
SiO ₂ (%)	2,14	2,14	2,14	2,15	2,24	2,16	2,11	2,14	2,12
Al ₂ O ₃ (%)	0,54	0,53	0,53	0,53	0,51	0,49	0,49	0,5	0,52
CaO (%)	1,85	1,84	1,79	1,76	1,73	1,69	1,75	1,78	1,83
MgO (%)	0,21	0,21	0,210	0,21	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21
P (%)	0,043	0,044	0,05	0,052	0,055	0,061	0,056	0,056	0,053
B 2	0,86	0,86	0,84	0,82	0,77	0,78	0,83	0,83	0,86
Testes físicos									
Compressão -16,0 +12,5 mm									
Média (kgf/pel.)	306	329	281	252	271	256	319	362	347
DP	110	111	80	85	116	93	132	145	145
-200 (%)	18	14	13	34	32	30	23	13	19
Compressão -12,5 +10,0 mm									
Média (kgf/pel.)	296	295	282	262	247	229	234	270	266
DP	101	99	86	86	89	96	98	143	112
-200 (%)	19	17	17	30	32	39	43	34	29
Tamboramento (%)									
+ 6.3 mm	93,8	94,3	95,2	94,6	92,8	92,3	93,0	93,6	94,2
-6,3 +0,5 mm	1,3	1,3	0,7	1,1	1,8	1,8	1,1	1,2	1,5
- 0.5 mm	4,9	4,4	4,2	4,3	5,4	5,9	5,9	5,2	4,3
Temperatura máxima atingida nas camadas de pelotas durante a queima (°C)									
Superior	1369	1365	1370	1364	1362	1364	1368	1372	1370
Intermediária	1369	1371	1374	1369	1359	1367	1339	1339	1345
Inferior	1319	1291	1346	1333	1232	1214	1234	1240	1279
Caixa de vento	515	545	536	511	465	375	514	496	530

Os ensaios 177 e 178 se referem à etapa inicial.

Os resultados obtidos conduziram aos seguintes comentários:

- o ensaio na condição de referência da operação industrial atual (*pellet feed* com valor de 2,89% PPC, 1,0%C, perfil usina 3 da Samarco e produtividade de 30,5t/m²/dia) apresentou resultados coerentes com os esperados (índice médio de compressão de 318kgf/pel e índice médio de tamboramento de 94,1%);
- a elevação do valor de PPC no *pellet feed* resultou para a condição padrão uma queda significativa dos índices de compressão (267kgf/pel para amostra de PPC

- 3,83%), se comparada com a amostra referência. A amostra de PPC 4,45% não foi testada para a condição padrão na etapa confirmatória;
- a elevação dos valores de PPC no *pellet feed* resultou para a condição padrão uma queda significativa do índices de tamboramento para a amostra de PPC 4,45% com valor obtido de 92,6%, se comparada com a amostra referência. A amostra de PPC 3,83% não apresentou queda no índice de tamboramento, possivelmente por sua granulometria mais fina;
 - os resultados de compressão para as condições ajustadas para perfil térmico do forno industrial de referência e 0,61%C confirmaram as estimativas de melhoria significativa nos índices de compressão (347kgf/pel para amostra de PPC 3,83% e 341kgf/pel para a amostra de PPC 4,45%), superando inclusive a qualidade da amostra referência. Verificou-se, contudo, queda da temperatura máxima na camada inferior do leito de pelotas conduzindo a maior desvio padrão nos índices de compressão. Os índices de tamboramento sofreram ligeira alteração, sem tendência definida.

A Figura 5.9 e Figura 5.10 ilustram os resultados para os índices de compressão e tamboramento obtidos na etapa confirmatória. Os valores para a amostra 4,45% PPC na condição padrão se referem aos obtidos na etapa inicial.

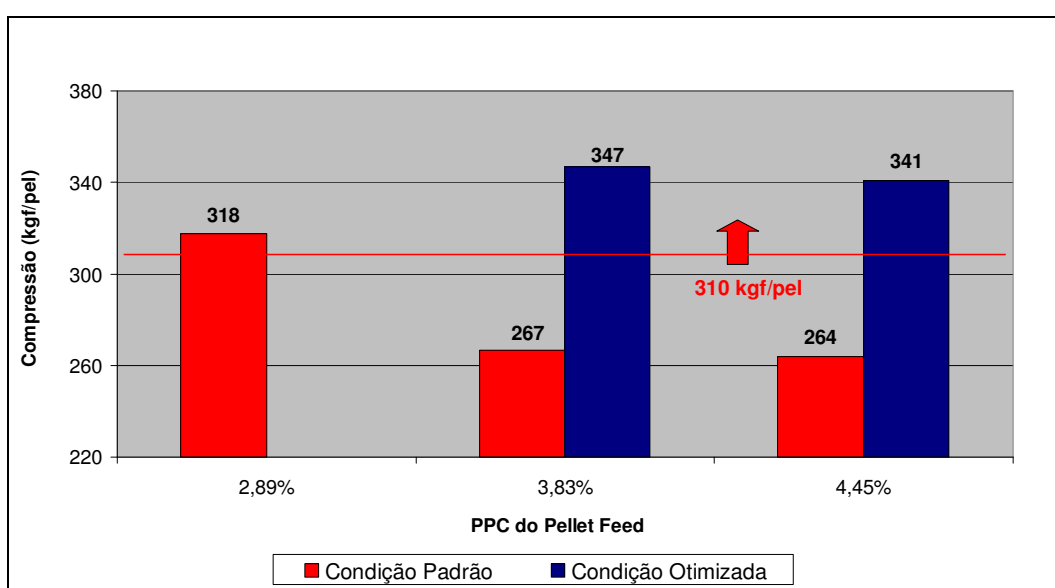


Figura 5.9 – Índices de compressão – etapa de queima confirmatória.

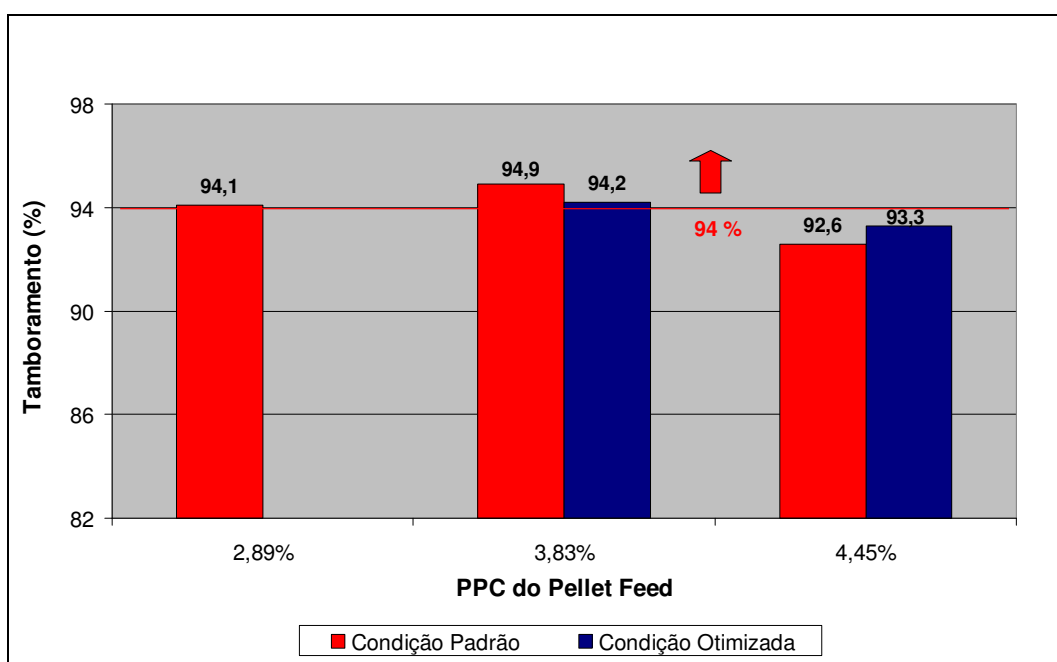


Figura 5.10 – Índices de tamboramento – etapa de queima confirmatória.

A Tabela 5.15 apresenta um resumo completo dos principais resultados dos processos de pelletização para as amostras 10, 11 e 12, nas condições padrão e após ajustes de parâmetros nas queimas confirmatórias, sem calcinação.

Tabela 5.15 – Resumo dos principais resultados dos processos de pelotização para as amostras 10, 11 e 12, nas condições padrão e otimizada.

Etapas	Parâmetros		Amostra 10 (PPC 2,89%)	Amostra 12 (PPC 3,83%)		Amostra 11 (PPC 4,45%)		
caracterização do <i>pellet feed</i>	químicos	Fe (%)	66,69	65,99		65,54		
		FeO (%)	1,09	0,81		1,62		
		SiO ₂ (%)	1,17	1,12		1,34		
		CaO (%)	0,09	0,11		0,03		
		MgO (%)	0,03	0,03		0,03		
		Al ₂ O ₃ (%)	0,36	0,40		0,35		
		P (%)	0,040	0,048		0,056		
	físicos	PPC (%)	2,89	3,83		4,45		
		peso específico (g/cm ³)	4,946	4,778		4,703		
		porosidade BET (m ² /g)	2,364	3,084		4,067		
		< 325 # (%)	87,40	91,60		88,40		
		< 325 # após HPGR (%)	90,40	92,60		91,00		
		blaine (cm ² /g)	1520	1874		2080		
	mineralógicos	blaine após HPGR (cm ² /g)	2050	2347		2589		
		H.E. (%)	36,5	28,0		18,6		
H.P. (%)		39,9	41,0		35,3			
goethita (%)		20,5	27,0		40,4			
magnetita (%)	2,7	2,1		4,3				
espassamento	diâmetro do espessador (m)		35,6	41,5		40,2		
filtragem a vácuo	umidade pellet feed (%)		10,0	12,0		13,1		
	produtividade filtro (t/h/m ²)		0,96	0,68		0,66		
roller press - HPGR	ganho de blaine (cm ² /g)		530	473		509		
	ganho de % < 325 #		3,6	1,0		2,0		
	força específica (N/mm ²)		4,30	1,67		1,57		
	consumo energético (kWh/t)		1,01	0,84		0,95		
pelotamento	umidade ideal pellet feed (%)		10,0	10,6		11,2		
	resiliência (nr. quedas/pel)		3,8	4,9		6,7		
	compressão pelota úmida - CPCU (gf/pel)		1979	2244		2496		
	compressão pelota seca - CPCS (gf/pel)		8693	9981		12111		
	umidade pelota crua (%)		8,84	9,42		9,87		
queima	condição		padrão ⁽¹⁾	padrão ⁽¹⁾	otimizada ⁽²⁾		padrão ⁽¹⁾	otimizada ⁽²⁾
	análise química da pelota queimada	FeT (%)	66,44	66,57	66,44	66,43	66,47	
		FeO (%)	0,59	1,78	0,36	1,61	0,05	
		SiO ₂ (%)	2,14	2,15	2,12	2,20	2,13	
		Al ₂ O ₃ (%)	0,54	0,53	0,52	0,50	0,50	
		CaO (%)	1,85	1,78	1,83	1,71	1,77	
		MgO (%)	0,21	0,21	0,21	0,20	0,21	
		P (%)	0,044	0,052	0,053	0,058	0,056	
	basicidade (B2)		0,86	0,83	0,86	0,78	0,83	
	resistência física	compressão (kgf/pel)	318	267	347	264	341	
		tamboramento (%)	94,1	94,9	94,2	92,6	93,3	
		abrasão (%)	4,7	4,3	4,3	5,7	5,6	

(1) Perfil de queima da usina-3; 1,0% C; produtividade de 30,5 t/d/m²

(2) Perfil de queima forno industrial de referência; 0,61% C; produtividade de 30,5 t/d/m²

(3) Os dados de pelotamento se referem às médias dos ensaios iniciais, em cada valor de PPC nos três diferentes níveis

(4) Características metalúrgicas não fizeram parte do escopo do trabalho

A comparação entre os resultados obtidos com a amostra 10 de referência e amostras 11 e 12 com valores de PPC mais elevados, consideradas as condições padrão usuais, conduziu aos seguintes comentários:

- características das amostras de *pellet feed*: as dificuldades e as limitações das etapas de beneficiamento se refletiram nas qualidades químicas do *pellet feed* com menores teores de ferro e teores de SiO₂, P e PPC mais elevados. O teor de P da amostra 11 não atende a especificações de produto para esse parâmetro. Queda no peso específico e elevação significativa da porosidade e área superficial específica. Queda nos teores de HE para valores abaixo de 20% e elevação da proporção de goethita em mais de duas vezes;
- caracterização da etapa de filtragem: acentuada queda na produtividade estimada, assim como elevação na umidade;
- caracterização da etapa de prensagem: ganho de redução granulométrica (% passante em 325#) e elevação na superfície específica, mesmo com aplicação de pressões mais baixas no processo;
- caracterização da etapa de pelotamento: resistência das pelotas cruas acima da referência, provavelmente em consequência da granulometria e da superfície específica do *pellet feed* mais elevada. Nesse caso, foi necessária uma umidade mais alta, em torno de 10,6 a 11,2% para as amostras de *pellet feed* no pelotamento;
- caracterização da etapa de queima: os índices de resistência física apresentaram comportamentos variados. Compressão com tendência de queda com o aumento da PPC, não atendendo a especificações estabelecidas para esse parâmetro. A amostra 12 (PPC 3,83%) apresentou índices de tamboramento e abrasão melhores que os da amostra referência, possivelmente, pela granulometria mais fina. A amostra 11 (PPC 4,45%) apresentou resultados de tamboramento e abrasão significativamente inferiores aos da amostra referência, não atendendo a especificações estabelecidas para esses parâmetros.

As condições ajustadas para *pellet feed* com altos valores de PPC, com utilização de perfil de queima mais suave e redução da adição de carvão na mistura (1% para 0,61%), indicaram bons resultados para compressão, inclusive melhores que aqueles da amostra

referência. Os resultados de tamboramento não apresentaram tendência diferente dos ensaios iniciais.

A aplicação dessas adequações na pelotização pode ser avaliada para novas instalações, mostrando-se, contudo, de difícil implantação nas plantas existentes, devido à magnitude das modificações físicas necessárias. Para essas instalações, em especial, a calcinação se apresenta como alternativa para adequação da rota de processo na pelotização de *pellet feeds* com alto valor de PPC.

5.2 Estudo de amostras com altos valores de PPC com utilização de calcinação como etapa adicional na pelotização

A hipótese avaliada foi a viabilidade de melhoria do desempenho da pelotização com minérios de altos valores de PPC por meio da calcinação a baixas temperaturas. Foi estabelecido como objetivo a redução do valor de PPC para cerca de 2,5%, limite esse tendo como referências as instalações atuais, que operam com bom desempenho (produtividade e qualidade) nesta faixa.

O estudo contemplou diferentes aspectos: avaliação da viabilidade de classificação granulométrica para redução da massa a ser calcinada; grau de calcinação recomendado; características de molhabilidade da superfície das partículas calcinadas; e caracterização dos processos de pelotamento e queima.

Foi dado enfoque especial às características de molhabilidade/aglomerabilidade dos materiais calcinados, devido ao fato de os resultados de estudos anteriores terem apontado que dificuldades nesse sentido ocorreram de forma contundente, interferindo, inclusive, no desempenho do processo de queima.

Os processos de sedimentação e filtragem foram abordados de forma expedita buscando fornecer informações preliminares para suporte da análise geral de viabilidade técnica das rotas estudadas.

Os resultados obtidos são apresentados e discutidos a seguir.

5.2.1 Estudo da classificação granulométrica e do grau de calcinação recomendado

Conforme mencionado no item 4.1, é de grande importância a busca pela redução da massa de material a ser calcinado, assim como do grau de calcinação, devido aos impactos estimados da inclusão dessa etapa adicional de calcinação na produtividade do pelotamento, no custo de investimento da instalação de calcinação e no seu custo operacional. Em contrapartida, seus efeitos no desempenho do processo devem ser avaliados de forma adequada.

Para confirmação e avaliação da classificação granulométrica, foram estudados diferentes concentrados e *pellet feeds*, a saber:

- amostras industriais: concentrados de etapas intermediárias de flotação mecânica e concentrados remoídos finais (amostras 1 a 8);
- amostra obtida em ensaios de bancada: concentrado de *blend* de testemunhos de sondagem referentes a minérios friáveis de alto PPC (amostra 9);
- amostras obtidas em planta piloto: concentrado remoído final (amostras 11 e 12), com valores de PPC de 4,45% e 3,83%, respectivamente.

5.2.1.1 Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4

A Tabela 5.16 apresenta os resultados de análise granulométrica e análise química por faixas de tamanho das amostras 1 a 4. Para essa fase do estudo foi estabelecida como premissa do trabalho a determinação analítica das fases químicas: Fe; SiO₂; Al₂O₃; P e PPC.

Tabela 5.16 – Granulometria e análise química por faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

Amostra	Análise Granulométrica				Análise Química (%)				
	Abertura (µm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 1	210	5,59	5,59	94,41	51,18	20,84	0,50	0,057	5,04
	150	8,93	14,52	85,48	58,87	10,26	0,40	0,057	4,85
	105	11,48	25,99	74,01	63,19	4,73	0,40	0,051	4,33
	74	11,01	37,01	62,99	65,29	2,38	0,36	0,045	3,74
	53	16,11	53,11	46,89	66,39	1,36	0,32	0,038	3,17
	44	7,49	60,60	39,40	67,02	0,99	0,29	0,032	2,69
	37	2,23	62,84	37,16	67,05	0,89	0,28	0,032	2,60
	25,8	19,07	81,90	18,10	67,73	0,93	0,22	0,026	1,92
	19,1	8,83	90,74	9,26	67,33	0,78	0,33	0,032	2,49
	13,1	4,01	94,75	5,25	66,82	0,98	0,45	0,039	2,90
	9,4	3,76	98,51	1,49	66,20	1,17	0,57	0,044	3,45
	7,50	0,55	99,06	0,94	71,41	0,83	2,05	0,134	4,32
	-7,5	0,94	100,00	-	71,41	0,83	2,05	0,134	7,77
	Total	-	-	-	64,87	3,54	0,37	0,041	3,32
Amostra 2	210	7,73	7,73	92,27	53,02	18,34	0,53	0,057	4,95
	150	9,42	17,15	82,85	58,96	10,09	0,42	0,058	4,86
	105	12,05	29,19	70,81	63,70	4,18	0,42	0,052	4,07
	74	11,89	41,08	58,92	65,40	2,20	0,38	0,043	3,42
	53	17,55	58,63	41,37	66,28	1,90	0,38	0,041	3,17
	44	7,17	65,80	34,20	67,12	1,11	0,34	0,036	2,61
	37	3,33	69,14	30,86	67,47	1,07	0,36	0,032	2,30
	25,8	15,10	84,24	15,76	67,23	1,44	0,28	0,031	2,05
	19,1	7,26	91,50	8,50	67,33	0,89	0,36	0,036	2,33
	13,1	3,55	95,05	4,95	66,68	1,08	0,51	0,041	2,74
	9,4	3,38	98,43	1,57	66,12	1,14	0,60	0,047	3,19
	7,5	0,51	98,94	1,06	68,44	2,89	2,79	0,069	4,01
	-7,5	1,06	100,00	-	68,44	2,89	2,79	0,069	10,45
	Total	-	-	-	64,51	3,99	0,43	0,044	3,37
Amostra 3	210	5,82	5,82	94,18	45,00	30,55	0,52	0,053	4,40
	150	8,72	14,54	85,46	51,23	21,70	0,42	0,058	4,43
	105	11,68	26,22	73,78	59,69	10,07	0,38	0,055	4,02
	74	12,52	38,74	61,26	64,47	3,97	0,36	0,044	3,47
	53	19,33	58,07	41,93	66,30	1,75	0,34	0,038	2,79
	44	6,65	64,73	35,27	67,32	1,23	0,31	0,033	2,37
	37	3,15	67,87	32,13	67,14	1,04	0,29	0,031	2,40
	25,8	11,10	78,97	21,03	68,38	0,61	0,22	0,023	1,35
	19,1	9,23	88,21	11,79	67,62	0,90	0,31	0,033	2,15
	13,1	4,89	93,09	6,91	66,57	1,24	0,42	0,041	2,64
	9,4	4,71	97,80	2,20	66,21	1,44	0,51	0,046	3,03
	7,5	0,82	98,63	1,37	67,53	2,06	1,39	0,082	3,77
	-7,5	1,37	100,00	-	67,53	2,06	1,39	0,082	6,63
	Total	-	-	-	63,23	6,12	0,38	0,042	3,07
Amostra 4	210	4,62	4,62	95,38	45,47	28,82	0,76	0,064	5,17
	150	8,67	13,29	86,71	56,57	13,33	0,50	0,067	5,04
	105	12,24	25,53	74,47	62,80	5,23	0,39	0,058	4,37
	74	12,19	37,72	62,28	65,25	2,40	0,35	0,050	3,56
	53	18,23	55,95	44,05	66,47	1,31	0,31	0,039	2,90
	44	7,35	63,30	36,70	67,04	1,00	0,28	0,036	2,67
	37	3,21	66,51	33,49	67,08	1,04	0,29	0,037	2,61
	25,8	11,70	78,21	21,79	68,06	0,64	0,22	0,025	1,46
	19,1	9,30	87,51	12,49	67,38	0,75	0,29	0,038	2,32
	13,1	4,72	92,23	7,77	66,50	1,22	0,44	0,042	2,77
	9,4	5,02	97,24	2,76	66,36	1,20	0,50	0,051	3,24
	7,5	0,96	98,20	1,80	70,04	1,42	0,37	0,040	4,35
	-7,5	1,80	100,00	-	70,04	1,42	0,37	0,040	5,51
	Total	-	-	-	64,47	4,07	0,36	0,045	3,27

A Tabela 5.17 apresenta as distribuições químicas simples por faixas de tamanho das amostras 1 a 4. Os valores de distribuição ilustram como o conteúdo total das fases químicas analisadas se distribui nas diferentes faixas de tamanho.

Tabela 5.17 – Distribuições químicas simples por faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

Amostra	Análise Granulométrica				Distribuição Simples (%)				
	Abertura (µm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 1	210	5,59	5,59	94,41	4,41	32,90	7,55	7,71	8,48
	150	8,93	14,52	85,48	8,10	25,88	9,65	12,32	13,03
	105	11,48	25,99	74,01	11,18	15,33	12,41	14,16	14,95
	74	11,01	37,01	62,99	11,08	7,40	10,71	11,99	12,39
	53	16,11	53,11	46,89	16,49	6,19	13,93	14,81	15,37
	44	7,49	60,60	39,40	7,74	2,09	5,87	5,80	6,06
	37	2,23	62,84	37,16	2,31	0,56	1,69	1,73	1,75
	25,8	19,07	81,90	18,10	19,91	5,01	11,34	12,00	11,02
	19,1	8,83	90,74	9,26	9,17	1,95	7,88	6,84	6,62
	13,1	4,01	94,75	5,25	4,13	1,11	4,88	3,79	3,50
	9,4	3,76	98,51	1,49	3,84	1,24	5,79	4,00	3,90
	7,50	0,55	99,06	0,94	0,61	0,13	3,06	1,79	0,72
	-7,5	0,94	100,00	-	1,04	0,22	5,24	3,06	2,20
Amostra 2	210	7,73	7,73	92,27	6,35	35,55	9,52	10,12	11,34
	150	9,42	17,15	82,85	8,61	23,85	9,20	12,56	13,58
	105	12,05	29,19	70,81	11,89	12,63	11,77	14,40	14,54
	74	11,89	41,08	58,92	12,05	6,56	10,51	11,75	12,06
	53	17,55	58,63	41,37	18,03	8,37	15,51	16,54	16,50
	44	7,17	65,80	34,20	7,46	2,00	5,67	5,93	5,55
	37	3,33	69,14	30,86	3,49	0,90	2,79	2,45	2,27
	25,8	15,10	84,24	15,76	15,74	5,46	9,84	10,76	9,18
	19,1	7,26	91,50	8,50	7,58	1,62	6,08	6,01	5,02
	13,1	3,55	95,05	4,95	3,67	0,96	4,22	3,35	2,89
	9,4	3,38	98,43	1,57	3,46	0,97	4,71	3,65	3,20
	7,5	0,51	98,94	1,06	0,54	0,37	3,33	0,81	0,61
	-7,5	1,06	100	-	1,12	0,77	6,86	1,67	3,27
Amostra 3	210	5,82	5,82	94,18	4,14	29,05	7,96	7,31	8,36
	150	8,72	14,54	85,46	7,06	30,92	9,64	11,99	12,62
	105	11,68	26,22	73,78	11,03	19,21	11,68	15,24	15,34
	74	12,52	38,74	61,26	12,77	8,12	11,86	13,07	14,20
	53	19,33	58,07	41,93	20,27	5,53	17,29	17,42	17,62
	44	6,65	64,73	35,27	7,09	1,34	5,43	5,21	5,15
	37	3,15	67,87	32,13	3,34	0,53	2,40	2,31	2,47
	25,8	11,10	78,97	21,03	12,01	1,11	6,43	6,06	4,90
	19,1	9,23	88,21	11,79	9,88	1,36	7,53	7,23	6,49
	13,1	4,89	93,09	6,91	5,14	0,99	5,40	4,75	4,21
	9,4	4,71	97,80	2,20	4,93	1,11	6,32	5,14	4,66
	7,5	0,82	98,63	1,37	0,88	0,28	3,02	1,60	1,02
	-7,5	1,37	100,00	-	1,47	0,46	5,03	2,67	2,97
Amostra 4	210	4,62	4,62	95,38	3,26	32,76	9,65	6,58	7,30
	150	8,67	13,29	86,71	7,61	28,40	11,90	12,90	13,34
	105	12,24	25,53	74,47	11,93	15,74	13,12	15,78	16,34
	74	12,19	37,72	62,28	12,33	7,19	11,72	13,54	13,25
	53	18,23	55,95	44,05	18,80	5,87	15,53	15,80	16,15
	44	7,35	63,30	36,70	7,64	1,81	5,65	5,88	6,00
	37	3,21	66,51	33,49	3,34	0,82	2,56	2,64	2,56
	25,8	11,70	78,21	21,79	12,35	1,84	7,07	6,50	5,22
	19,1	9,30	87,51	12,49	9,72	1,71	7,41	7,85	6,59
	13,1	4,72	92,23	7,77	4,87	1,42	5,71	4,41	3,99
	9,4	5,02	97,24	2,76	5,16	1,48	6,89	5,68	4,96
	7,5	0,96	98,20	1,80	1,04	0,33	0,98	0,85	1,27
	-7,5	1,80	100,00	-	1,95	0,63	1,83	1,60	3,02

A Tabela 5.18 apresenta os resultados de análises de distribuições químicas acumuladas (diretas e inversas) por faixas de tamanho das amostras 1 a 4.

Tabela 5.18 – Distribuições químicas acumuladas (diretas e inversas) por faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

Amostra	Abertura (µm)	Distribuição Acumulada Direta (%)					Distribuição Acumulada Inversa (%)				
		Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 1	210	4,41	32,90	7,55	7,71	8,48	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	150	12,51	58,77	17,21	20,03	21,51	95,59	67,10	92,45	92,29	91,52
	105	23,69	74,10	29,61	34,19	36,47	87,49	41,23	82,79	79,97	78,49
	74	34,78	81,50	40,33	46,18	48,86	76,31	25,90	70,39	65,81	63,53
	53	51,26	87,69	54,26	61,00	64,23	65,22	18,50	59,67	53,82	51,14
	44	59,00	89,78	60,13	66,80	70,29	48,74	12,31	45,74	39,00	35,77
	37	61,31	90,34	61,82	68,53	72,04	41,00	10,22	39,87	33,20	29,71
	25,8	81,22	95,35	73,15	80,52	83,06	38,69	9,66	38,18	31,47	27,96
	19,1	90,39	97,30	81,03	87,36	89,67	18,78	4,65	26,85	19,48	16,94
	13,1	94,52	98,41	85,91	91,15	93,18	9,61	2,70	18,97	12,64	10,33
	9,4	98,36	99,65	91,70	95,15	97,08	5,48	1,59	14,09	8,85	6,82
	7,5	98,96	99,78	94,76	96,94	97,80	1,64	0,35	8,30	4,85	2,92
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	1,04	0,22	5,24	3,06	2,20
Amostra 2	210	6,35	35,55	9,52	10,12	11,34	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	150	14,96	59,40	18,72	22,68	24,92	93,65	64,45	90,48	89,88	88,66
	105	26,85	72,03	30,49	37,07	39,46	85,04	40,60	81,28	77,32	75,08
	74	38,91	78,60	41,00	48,83	51,52	73,15	27,97	69,51	62,93	60,54
	53	56,94	86,96	56,51	65,36	68,01	61,09	21,40	59,00	51,17	48,48
	44	64,40	88,96	62,18	71,30	73,56	43,06	13,04	43,49	34,64	31,99
	37	67,88	89,86	64,97	73,75	75,84	35,60	11,04	37,82	28,70	26,44
	25,8	83,63	95,31	74,80	84,51	85,02	32,12	10,14	35,03	26,25	24,16
	19,1	91,20	96,93	80,88	90,52	90,04	16,37	4,69	25,20	15,49	14,98
	13,1	94,87	97,90	85,10	93,86	92,92	8,80	3,07	19,12	9,48	9,96
	9,4	98,34	98,86	89,81	97,51	96,12	5,13	2,10	14,90	6,14	7,08
	7,5	98,88	99,23	93,14	98,33	96,73	1,66	1,14	10,19	2,49	3,88
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	1,12	0,77	6,86	1,67	3,27
Amostra 3	210	4,14	29,05	7,96	7,31	8,36	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	150	11,21	59,97	17,60	19,31	20,98	95,86	70,95	92,04	92,69	91,64
	105	22,23	79,18	29,28	34,55	36,32	88,79	40,03	82,40	80,69	79,02
	74	35,00	87,30	41,15	47,61	50,52	77,77	20,82	70,72	65,45	63,68
	53	55,27	92,83	58,44	65,03	68,14	65,00	12,70	58,85	52,39	49,48
	44	62,35	94,16	63,87	70,24	73,29	44,73	7,17	41,56	34,97	31,86
	37	65,70	94,70	66,27	72,55	75,75	37,65	5,84	36,13	29,76	26,71
	25,8	77,70	95,80	72,70	78,61	80,65	34,30	5,30	33,73	27,45	24,25
	19,1	87,58	97,16	80,23	85,84	87,14	22,30	4,20	27,30	21,39	19,35
	13,1	92,72	98,15	85,63	90,59	91,35	12,42	2,84	19,77	14,16	12,86
	9,4	97,65	99,26	91,95	95,73	96,01	7,28	1,85	14,37	9,41	8,65
	7,5	98,53	99,54	94,97	97,33	97,03	2,35	0,74	8,05	4,27	3,99
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	1,47	0,46	5,03	2,67	2,97
Amostra 4	210	3,26	32,76	9,65	6,58	7,30	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	150	10,87	61,16	21,56	19,48	20,64	96,74	67,24	90,35	93,42	92,70
	105	22,79	76,90	34,67	35,26	36,99	89,13	38,84	78,44	80,52	79,36
	74	35,13	84,09	46,39	48,80	50,24	77,21	23,10	65,33	64,74	63,01
	53	53,92	89,96	61,92	64,59	66,39	64,87	15,91	53,61	51,20	49,76
	44	61,57	91,77	67,57	70,48	72,38	46,08	10,04	38,08	35,41	33,61
	37	64,91	92,59	70,13	73,11	74,94	38,43	8,23	32,43	29,52	27,62
	25,8	77,26	94,43	77,20	79,61	80,16	35,09	7,41	29,87	26,89	25,06
	19,1	86,97	96,14	84,60	87,46	86,75	22,74	5,57	22,80	20,39	19,84
	13,1	91,84	97,56	90,31	91,87	90,74	13,03	3,86	15,40	12,54	13,25
	9,4	97,01	99,04	97,20	97,55	95,70	8,16	2,44	9,69	8,13	9,26
	7,5	98,05	99,37	98,17	98,40	96,98	2,99	0,96	2,80	2,45	4,30
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	1,95	0,63	1,83	1,60	3,02

Na distribuição direta, a acumulação se dá no sentido da fração mais grosseira para a mais fina, de modo que a totalização em 100% se completa na faixa mais fina. Na distribuição inversa, a acumulação se dá no sentido contrário, da fração mais fina para a mais grosseira.

A Tabela 5.19 apresenta a razão entre as distribuições químicas acumuladas (diretas ou inversas) e as massas acumuladas nas diferentes faixas de tamanho das amostras 1 a 4.

Tabela 5.19 – Razão entre as distribuições químicas acumuladas (diretas ou inversas) e as massas acumuladas nas diferentes faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

Amostra	Abertura (μm)	(Dist. Acum. Direta) / (Massa Acum.)					(Dist.Acum.Inversa) / (Massas Acum.)				
		Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 1	210	0,79	5,88	1,35	1,38	1,52	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	150	0,86	4,05	1,19	1,38	1,48	1,01	0,71	0,98	0,98	0,97
	105	0,91	2,85	1,14	1,32	1,40	1,02	0,48	0,97	0,94	0,92
	74	0,94	2,20	1,09	1,25	1,32	1,03	0,35	0,95	0,89	0,86
	53	0,97	1,65	1,02	1,15	1,21	1,04	0,29	0,95	0,85	0,81
	44	0,97	1,48	0,99	1,10	1,16	1,04	0,26	0,98	0,83	0,76
	37	0,98	1,44	0,98	1,09	1,15	1,04	0,26	1,01	0,84	0,75
	25,8	0,99	1,16	0,89	0,98	1,01	1,04	0,26	1,03	0,85	0,75
	19,1	1,00	1,07	0,89	0,96	0,99	1,04	0,26	1,48	1,08	0,94
	13,1	1,00	1,04	0,91	0,96	0,98	1,04	0,29	2,05	1,36	1,11
	9,4	1,00	1,01	0,93	0,97	0,99	1,04	0,30	2,68	1,68	1,30
	7,50	1,00	1,01	0,96	0,98	0,99	1,10	0,23	5,55	3,24	1,95
	-7,50	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,10	0,23	5,55	3,24	2,34
Amostra 2	210	0,82	4,60	1,23	1,31	1,47	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	150	0,87	3,46	1,09	1,32	1,45	1,01	0,70	0,98	0,97	0,96
	105	0,92	2,47	1,04	1,27	1,35	1,03	0,49	0,98	0,93	0,91
	74	0,95	1,91	1,00	1,19	1,25	1,03	0,39	0,98	0,89	0,86
	53	0,97	1,48	0,96	1,11	1,16	1,04	0,36	1,00	0,87	0,82
	44	0,98	1,35	0,94	1,08	1,12	1,04	0,32	1,05	0,84	0,77
	37	0,98	1,30	0,94	1,07	1,10	1,04	0,32	1,11	0,84	0,77
	25,8	0,99	1,13	0,89	1,00	1,01	1,04	0,33	1,14	0,85	0,78
	19,1	1,00	1,06	0,88	0,99	0,98	1,04	0,30	1,60	0,98	0,95
	13,1	1,00	1,03	0,90	0,99	0,98	1,04	0,36	2,25	1,12	1,17
	9,4	1,00	1,00	0,91	0,99	0,98	1,04	0,43	3,01	1,24	1,43
	7,5	1,00	1,00	0,94	0,99	0,98	1,06	0,73	6,50	1,59	2,48
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,06	0,73	6,50	1,59	3,10
Amostra 3	210	0,71	4,99	1,37	1,26	1,44	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	150	0,77	4,12	1,21	1,33	1,44	1,02	0,75	0,98	0,98	0,97
	105	0,85	3,02	1,12	1,32	1,39	1,04	0,47	0,96	0,94	0,92
	74	0,90	2,25	1,06	1,23	1,30	1,05	0,28	0,96	0,89	0,86
	53	0,95	1,60	1,01	1,12	1,17	1,06	0,21	0,96	0,86	0,81
	44	0,96	1,45	0,99	1,09	1,13	1,07	0,17	0,99	0,83	0,76
	37	0,97	1,40	0,98	1,07	1,12	1,07	0,17	1,02	0,84	0,76
	25,8	0,98	1,21	0,92	1,00	1,02	1,07	0,17	1,05	0,85	0,75
	19,1	0,99	1,10	0,91	0,97	0,99	1,06	0,20	1,30	1,02	0,92
	13,1	1,00	1,05	0,92	0,97	0,98	1,05	0,24	1,68	1,20	1,09
	9,4	1,00	1,01	0,94	0,98	0,98	1,05	0,27	2,08	1,36	1,25
	7,5	1,00	1,01	0,96	0,99	0,98	1,07	0,34	3,66	1,94	1,81
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,07	0,34	3,66	1,94	2,16
Amostra 4	210	0,71	7,09	2,09	1,42	1,58	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	150	0,82	4,60	1,62	1,47	1,55	1,01	0,70	0,95	0,98	0,97
	105	0,89	3,01	1,36	1,38	1,45	1,03	0,45	0,90	0,93	0,92
	74	0,93	2,23	1,23	1,29	1,33	1,04	0,31	0,88	0,87	0,85
	53	0,96	1,61	1,11	1,15	1,19	1,04	0,26	0,86	0,82	0,80
	44	0,97	1,45	1,07	1,11	1,14	1,05	0,23	0,86	0,80	0,76
	37	0,98	1,39	1,05	1,10	1,13	1,05	0,22	0,88	0,80	0,75
	25,8	0,99	1,21	0,99	1,02	1,02	1,05	0,22	0,89	0,80	0,75
	19,1	0,99	1,10	0,97	1,00	0,99	1,04	0,26	1,05	0,94	0,91
	13,1	1,00	1,06	0,98	1,00	0,98	1,04	0,31	1,23	1,00	1,06
	9,4	1,00	1,02	1,00	1,00	0,98	1,05	0,31	1,25	1,05	1,19
	7,5	1,00	1,01	1,00	1,00	0,99	1,09	0,35	1,02	0,89	1,56
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,09	0,35	1,02	0,89	1,68
Média	210	0,76	5,64	1,51	1,34	1,50	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	150	0,83	4,06	1,28	1,37	1,48	1,01	0,72	0,97	0,98	0,97
	105	0,89	2,84	1,16	1,32	1,40	1,03	0,47	0,95	0,94	0,92
	74	0,93	2,15	1,09	1,24	1,30	1,04	0,33	0,94	0,88	0,86
	53	0,96	1,59	1,02	1,13	1,18	1,04	0,28	0,94	0,85	0,81
	44	0,97	1,43	1,00	1,10	1,14	1,05	0,24	0,97	0,83	0,76
	37	0,98	1,38	0,99	1,08	1,12	1,05	0,24	1,01	0,83	0,76
	25,8	0,99	1,18	0,92	1,00	1,02	1,05	0,24	1,03	0,84	0,76
	19,1	0,99	1,08	0,91	0,98	0,99	1,05	0,25	1,36	1,00	0,93
	13,1	1,00	1,05	0,93	0,98	0,98	1,04	0,30	1,80	1,17	1,11
	9,4	1,00	1,01	0,95	0,98	0,98	1,05	0,33	2,26	1,33	1,29
	7,5	1,00	1,01	0,97	0,99	0,98	1,08	0,41	4,18	1,92	1,95
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,08	0,41	4,18	1,92	2,32

A Tabela 5.20 apresenta a razão entre as distribuições mineralógicas acumuladas (diretas ou inversas) e as massas acumuladas nas diferentes faixas de tamanho para o concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

Tabela 5.20 – Razão entre as distribuições mineralógicas acumuladas (diretas ou inversas) e as massas acumuladas nas diferentes faixas de tamanho. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

Amostra	Abertura (μm)	(Dist. acum. direta) / (Massas Acum.)					(Dist. acum. inversa) / (Massas Acum.)			
		Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita	Quartzo	Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita
Amostra 1	74	0,40	1,14	1,35	0,75	0,00	1,59	1,59	1,59	1,59
	53	0,53	1,15	1,23	0,77	0,00	1,82	1,24	1,07	1,54
	44	0,60	1,13	1,19	0,78	0,00	1,82	0,99	0,87	1,50
	37	0,63	1,13	1,18	0,77	0,00	1,71	0,84	0,75	1,42
	25,8	0,87	1,08	1,02	0,80	0,00	3,35	1,60	1,44	2,84
	19,1	0,95	1,07	0,97	0,80	0,00	3,11	1,23	1,80	3,69
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	2,71	0,61	2,31	5,15
Amostra 2	74	0,30	1,06	1,88	1,21	5,96	1,03	1,03	1,03	1,03
	53	0,43	1,18	1,54	0,97	4,08	1,17	1,14	1,11	1,13
	44	0,43	1,21	1,49	0,90	3,82	1,15	1,01	0,94	1,04
	37	0,46	1,21	1,46	0,91	3,65	1,15	0,97	0,90	1,04
	25,8	0,83	1,11	1,05	1,11	2,36	1,58	1,32	1,23	1,42
	19,1	0,89	1,10	0,97	1,13	1,76	1,51	1,23	1,29	1,23
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,78	1,36	1,61	1,29
Amostra 3	74	0,14	1,10	2,16	1,03	10,59	1,04	1,04	1,04	1,04
	53	0,58	1,12	1,46	1,05	3,26	1,25	1,21	1,16	1,21
	44	0,59	1,12	1,44	1,06	3,07	1,14	1,00	0,90	1,01
	37	0,60	1,13	1,41	1,06	2,93	1,14	0,98	0,88	1,00
	25,8	0,87	1,09	0,95	1,61	1,97	1,74	1,48	1,34	1,51
	19,1	0,93	1,06	0,93	1,53	1,53	1,61	1,28	1,49	0,53
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,95	1,52	1,93	0,00
Amostra 4	74	0,41	0,99	1,66	1,47	8,07	1,06	1,06	1,06	1,06
	53	0,59	1,12	1,28	1,23	3,43	1,26	1,22	1,17	1,18
	44	0,55	1,16	1,25	1,19	3,31	1,17	1,01	0,96	0,98
	37	0,56	1,16	1,23	1,16	3,15	1,18	0,96	0,93	0,95
	25,8	0,90	1,12	0,91	1,07	1,88	1,81	1,46	1,42	1,47
	19,1	0,93	1,10	0,90	1,11	1,49	1,58	1,23	1,57	1,31
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,92	1,34	2,03	1,32
Média	105	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	74	0,31	1,07	1,76	1,12	0,00	1,18	1,18	1,18	1,18
	53	0,53	1,14	1,38	1,01	0,00	1,37	1,20	1,13	1,27
	44	0,54	1,16	1,34	0,98	0,00	1,32	1,00	0,92	1,13
	37	0,56	1,16	1,32	0,98	0,00	1,29	0,94	0,87	1,10
	25,8	0,87	1,10	0,98	1,15	0,00	2,12	1,47	1,36	1,81
	19,1	0,92	1,08	0,94	1,14	0,00	1,95	1,24	1,54	1,69
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	0,00	2,09	1,21	1,97	1,94

No Anexo III, estão apresentadas as tabelas com as análises mineralógicas por faixa e suas distribuições simples, acumuladas (direta e inversa) das amostras 1 a 4.

A razão entre as distribuições químicas acumuladas e as massas acumuladas indica a proporção entre o conteúdo acumulado dos constituintes químicos considerados e a massa acumulada em determinada malha granulométrica. Por exemplo, a razão de 1,32 de PPC na malha 74 μ m acumulada direta da amostra 1 indica que a acumulação do constituinte PPC no conjunto de malhas granulométricas considerado é 1,32 vezes maior que a acumulação de massa nessas mesmas malhas. Esse índice será utilizado para estimar a existência e o grau da acumulação de constituintes, de forma direta ou inversa, simulando o efeito de um corte granulométrico teórico em determinada malha.

Para uma visualização mais objetiva e simples dessas acumulações, a análise desse aspecto será realizada de forma gráfica, conforme apresentado a seguir.

A Figura 5.11 ilustra a razão entre distribuição acumulada de Fe direta e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para as amostras 1 a 4.

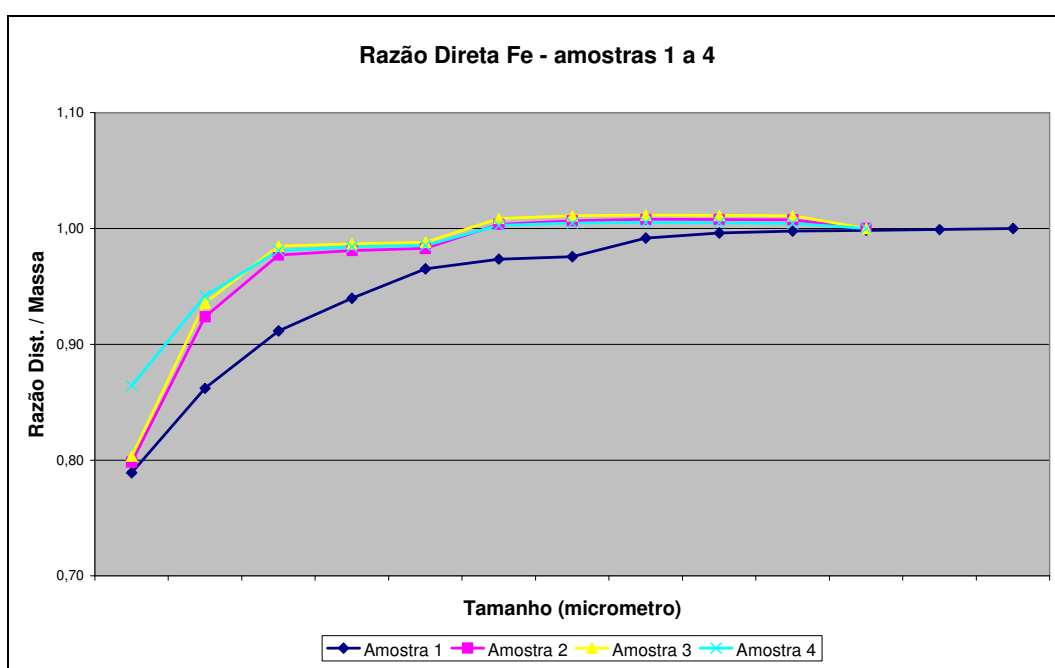


Figura 5.11 – Razão entre distribuição acumulada direta de Fe e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

A Figura 5.12 ilustra a razão entre distribuição acumulada de Fe inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para as amostras 1 a 4.

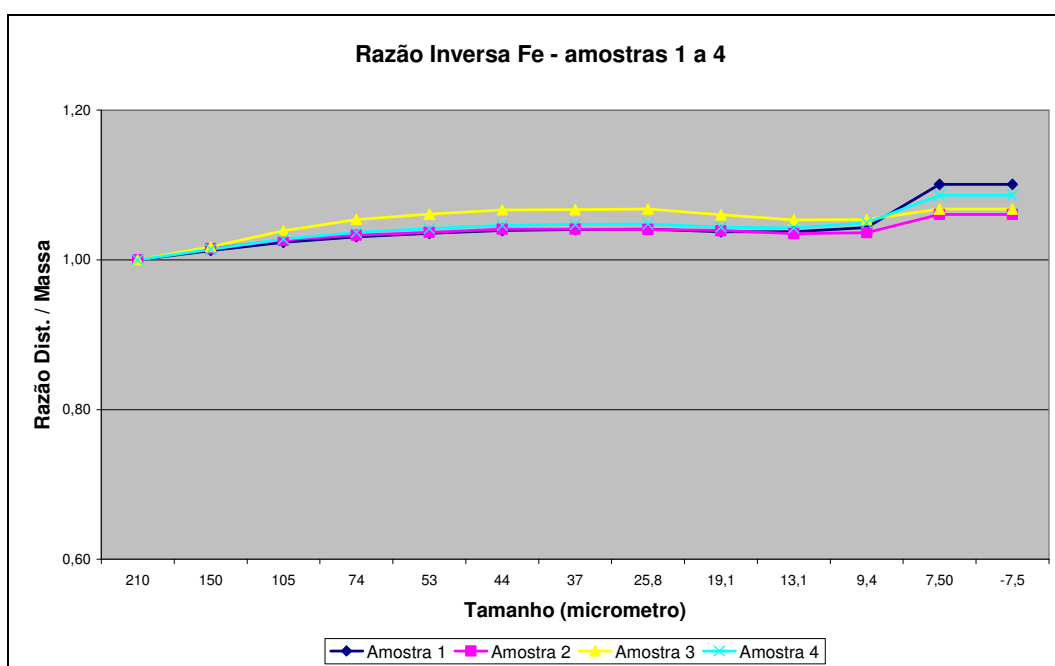


Figura 5.12 – Razão entre distribuição acumulada inversa de Fe e massa acumulada.
Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – amostras 1 a 4.

A Figura 5.13 ilustra a razão entre distribuição acumulada de Fe direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 1 a 4.

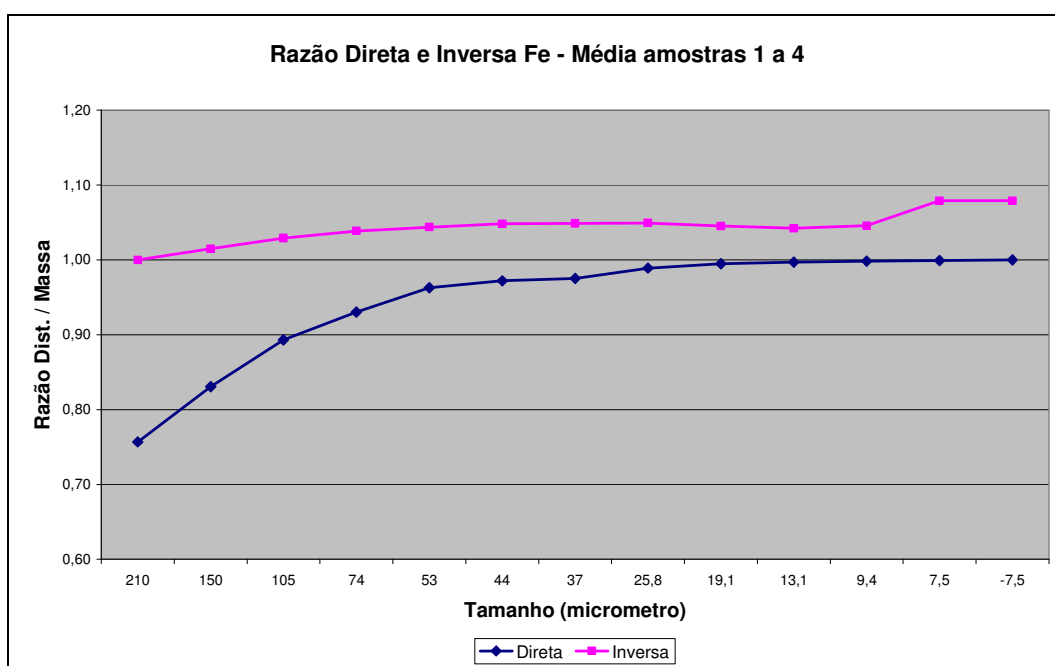


Figura 5.13 – Razão entre distribuição acumulada de Fe direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.

A partir da análise das curvas obtidas, observou-se que somente a distribuição inversa apresenta uma leve acumulação de Fe. Na distribuição direta, verificou-se maior distribuição acumulada de massa nas faixas grosseiras do que do constituinte Fe, não possibilitando, assim, acumulação do metal.

Para os demais constituintes químicos, serão apresentados a seguir somente os resultados médios para o conjunto de amostras analisadas.

A Figura 5.14 ilustra a razão entre a distribuição acumulada de SiO₂ direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 1 a 4.

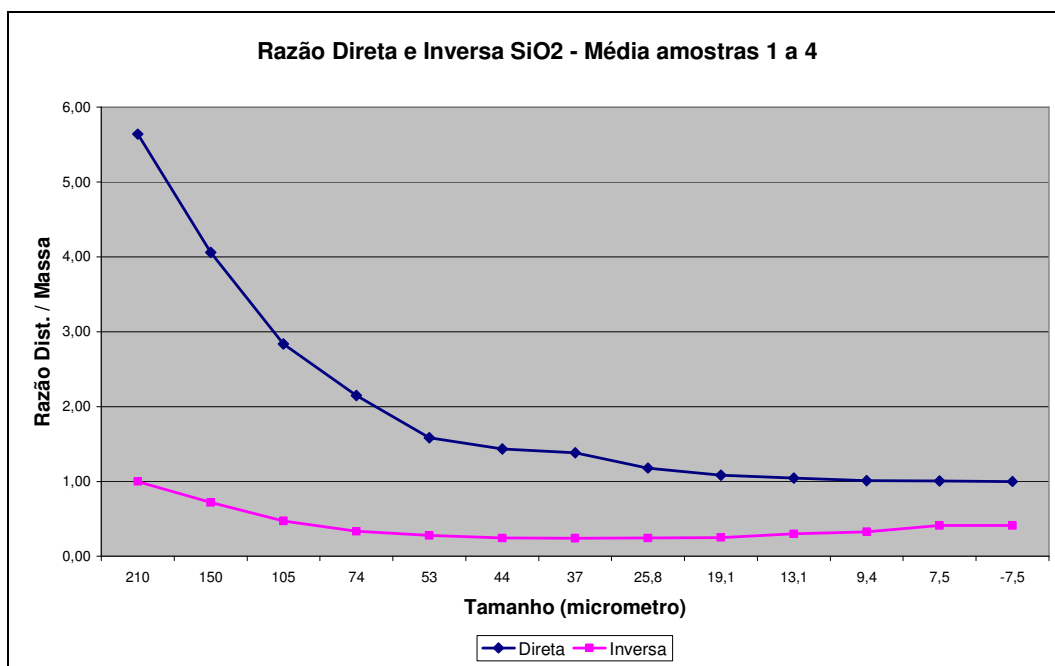


Figura 5.14 – Razão entre distribuição acumulada de SiO₂ direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.

Observou-se que a sílica apresentou uma forte acumulação direta, fruto da alta presença de sílica nas frações grosseiras, em decorrência da sua dificuldade de flotação. A Tabela 5.18 ilustra a alta distribuição de SiO₂ nessas frações do concentrado da etapa de flotação intermediária.

A Figura 5.15 ilustra a razão entre distribuição acumulada de Al₂O₃ direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 1 a 4.

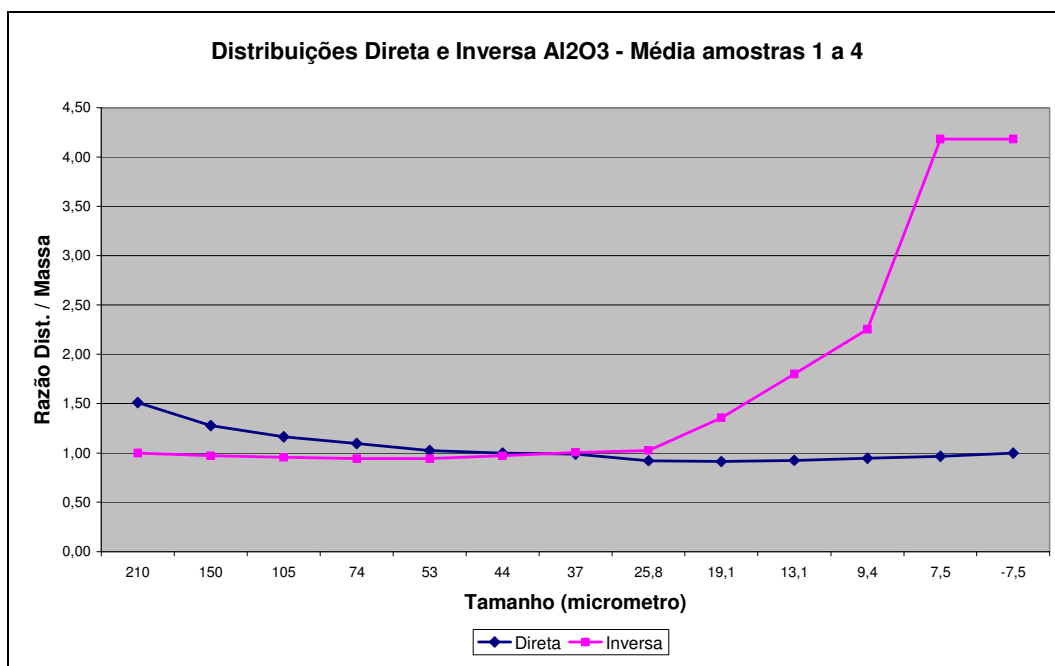


Figura 5.15 – Razão entre distribuição acumulada de Al₂O₃ direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.

Observou-se que o Al₂O₃ apresentou acumulação tanto na distribuição direta, quanto na inversa. A acumulação inversa se mostrou muito mais acentuada, provavelmente devido à presença desse elemento como constituinte usual de minerais geradores de finos em processos de cominuição (goethitas e argilominerais).

A Figura 5.16 ilustra a razão entre distribuição acumulada de P direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 1 a 4.

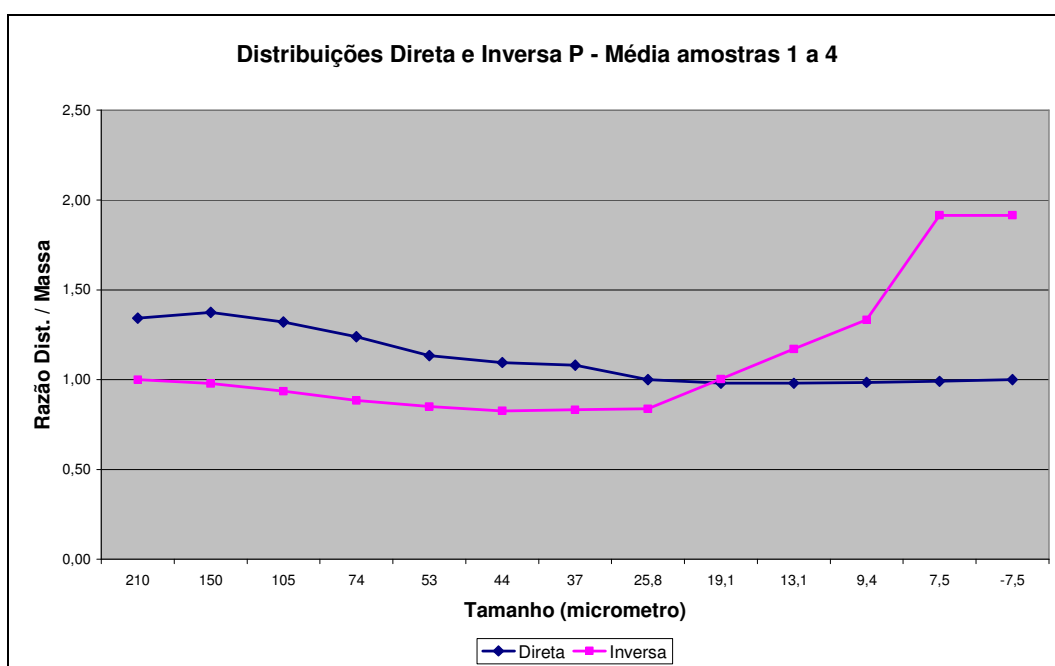


Figura 5.16 – Razão entre distribuição acumulada de P direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.

Observou-se que o fósforo também apresentou acumulação tanto na distribuição direta, quanto na inversa. A acumulação inversa mostrou-se mais acentuada.

Essa acumulação de P em frações finas apresenta sinergia direta com o presente estudo de calcinação para redução de PPC, devido ao fato de processos propostos para desfosforização de minérios de ferro também contemplarem a calcinação e lixiviação posterior.

A Figura 5.17 ilustra a razão entre distribuição acumulada de PPC direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 1 a 4.

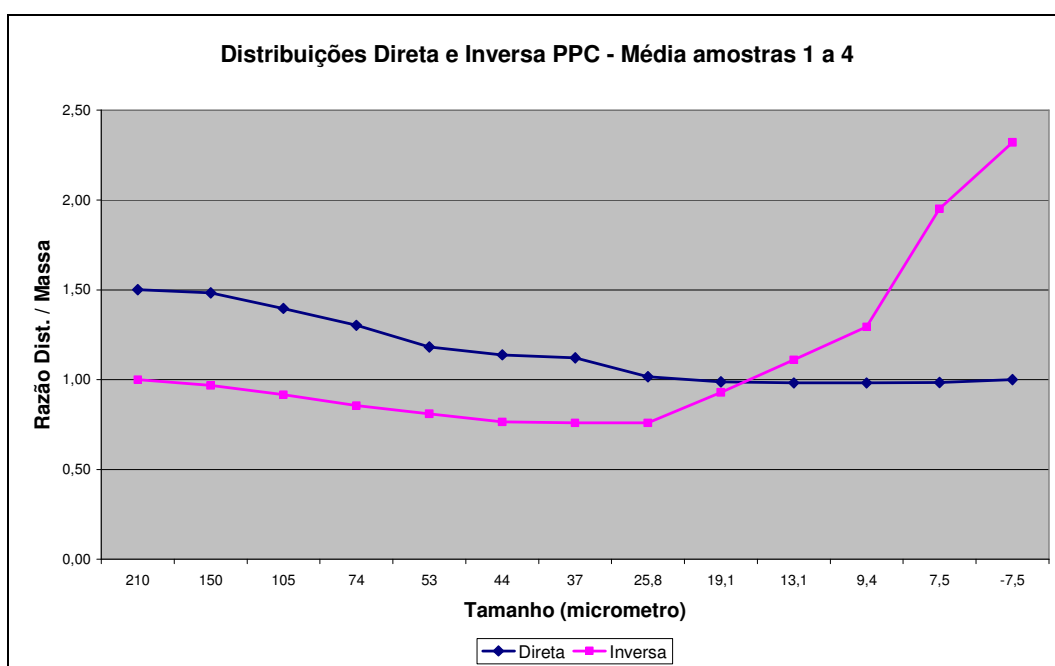


Figura 5.17 – Razão entre distribuição acumulada de PPC direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.

Observou-se que a PPC apresentou acumulação tanto na distribuição direta, quanto na inversa. A acumulação inversa mostrou-se mais acentuada.

As acumulações diretas e inversas de Al_2O_3 , P e PPC se referem aos diferentes tipos de goethita presentes nos concentrados. As frações grosseiras, possivelmente, apresentam acumulação de goethitas com maior resistência à moagem, enquanto que nas frações finas predominam goethitas que contribuem mais significativamente na geração de finos que outras fases minerais presentes. A goethita é reportada como o principal mineral hospedeiro destas fases nos concentrados do Complexo Alegria.

A Figura 5.18 ilustra esse aspecto, apresentando a razão entre a distribuição acumulada de goethita direta e inversa e massa acumulada para o concentrado industrial de etapa intermediária de flotação (média das amostras 1 a 4). Nesse caso observou-se acumulações direta e inversa do mineral.

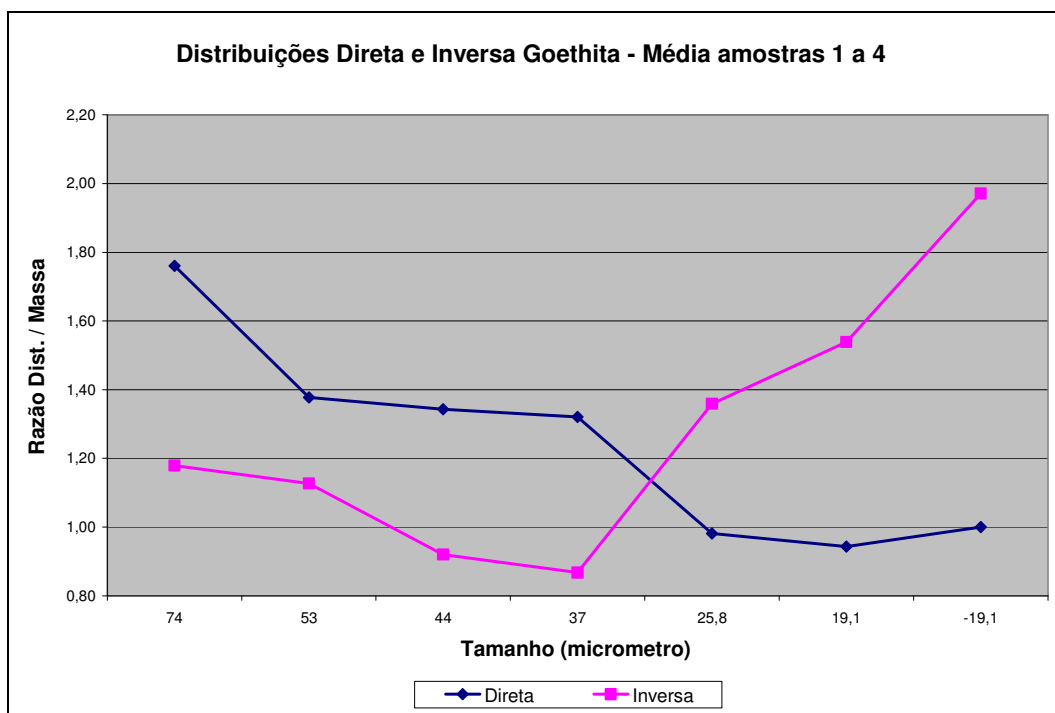


Figura 5.18 – Razão entre distribuição acumulada de goethita direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial de etapa intermediária de flotação – média das amostras 1 a 4.

5.2.1.2 Concentrado industrial remoído final – amostras 5 a 8

Os resultados obtidos estão ilustrados de forma gráfica conforme apresentado a seguir.

No Anexo IV estão apresentadas as tabelas com os resultados completos de granulometrias e distribuições por faixa de tamanho das amostras 5 a 8 e os resultados de mineralogia por faixa.

A Figura 5.19 ilustra a razão entre distribuição acumulada de Fe direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 5 a 8.

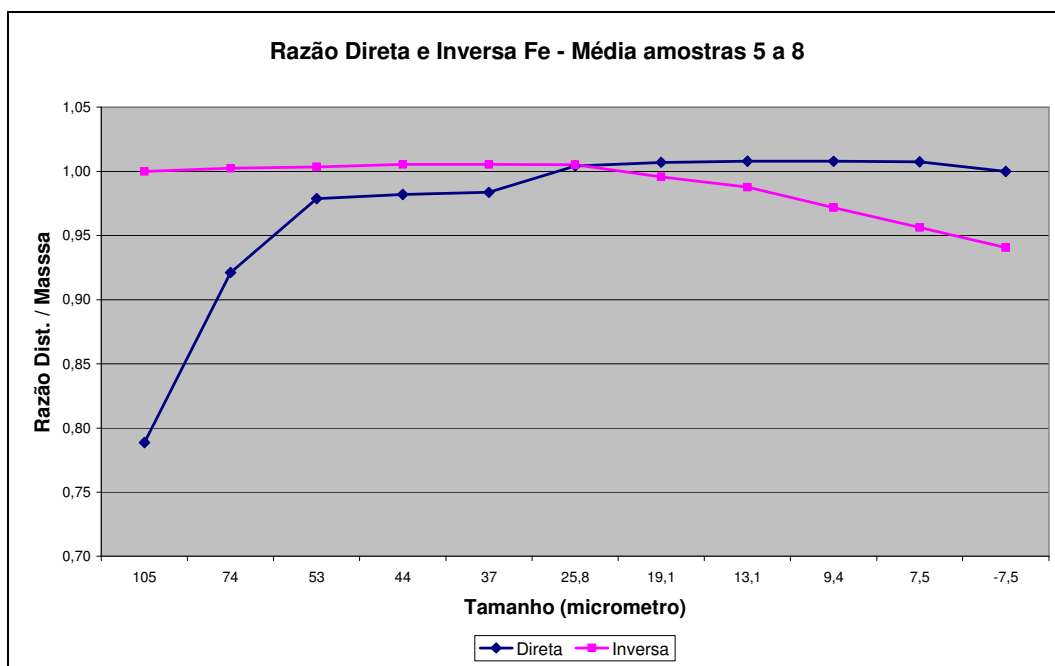


Figura 5.19 – Razão entre distribuição acumulada de Fe direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remoldado final – média das amostras 5 a 8.

Não foi observada a acumulação de Fe em nenhuma direção, direta ou inversa.

A Figura 5.20 ilustra a razão entre distribuição acumulada de SiO_2 direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 5 a 8.

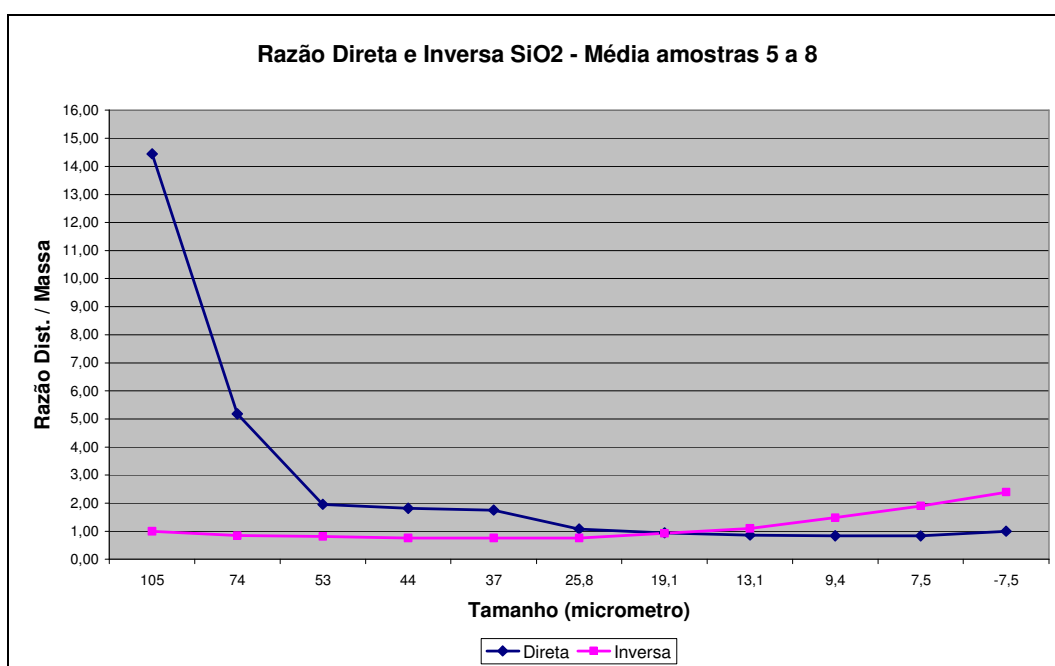


Figura 5.20 – Razão entre distribuição acumulada de SiO₂ direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remóido final – média das amostras 5 a 8.

Observou-se que sílica apresentou acumulação tanto na distribuição direta, quanto na inversa. A acumulação direta mostrou-se mais acentuada, fruto de uma distribuição mais acentuada da sílica nas frações grosseiras do concentrado remóido. A acumulação inversa aparentemente pode se relacionar a interferências do arraste pelo fluxo de água da sílica fina para o concentrado final, assim do efeito da baixa densidade no próprio equipamento *cyclosizer*, causando alguma interferência na análise.

A Figura 5.21 ilustra a razão entre distribuição acumulada de Al₂O₃ direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 5 a 8.

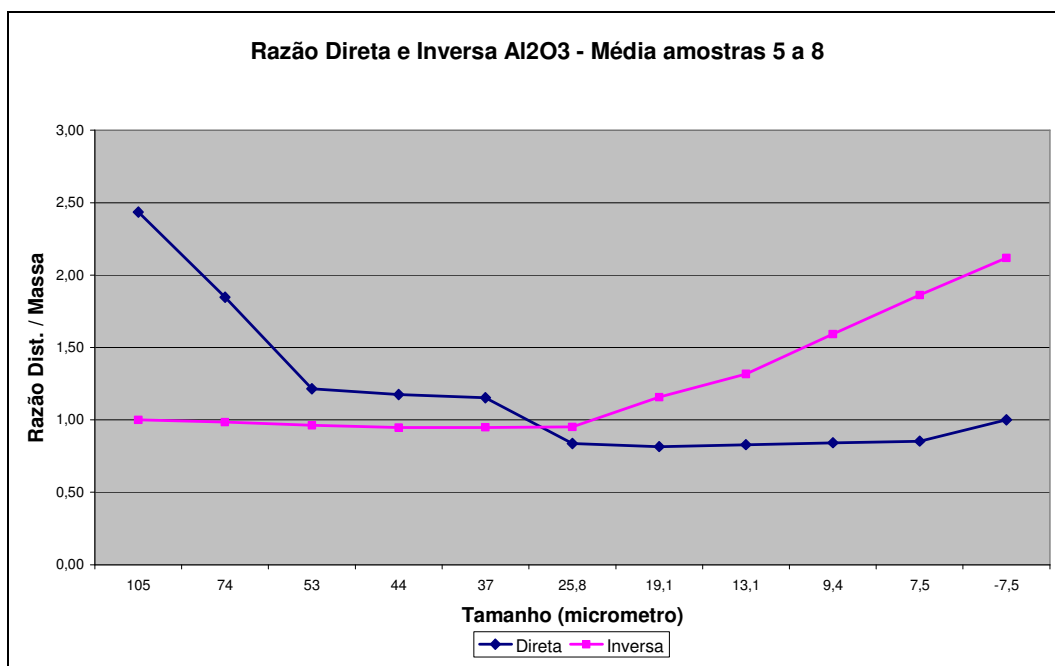


Figura 5.21 – Razão entre distribuição acumulada de Al₂O₃ direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remoldado final – média das amostras 5 a 8.

Observou-se que o Al₂O₃ apresenta acumulação, com alguma similaridade, tanto na distribuição direta, quanto na inversa.

A Figura 5.22 ilustra a razão entre distribuição acumulada de P direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 5 a 8.

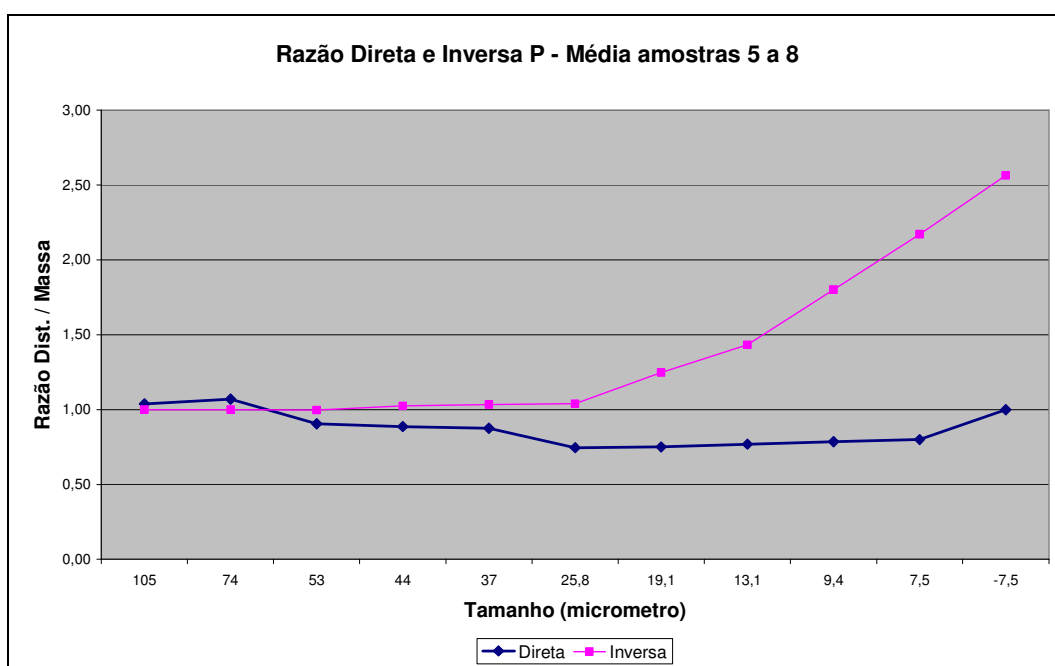


Figura 5.22 – Razão entre distribuição acumulada de P direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial remoído final – média das amostras 5 a 8.

Diferentemente do observado nas amostras de concentrado intermediário da flotação, em que o fósforo apresentou acumulação direta e inversa, verifica-se que, para amostras de concentrado final remoído, a acumulação somente ocorreu na forma inversa e em menor grau que no produto intermediário, porém com distribuição mais regular nas diferentes faixas. Tal fato parece sugerir que o maior conteúdo P esteja presente principalmente em goethita com maior capacidade de geração de finos da remoagem.

A Figura 5.23 ilustra a razão entre distribuição acumulada de PPC direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a média das amostras 5 a 8.

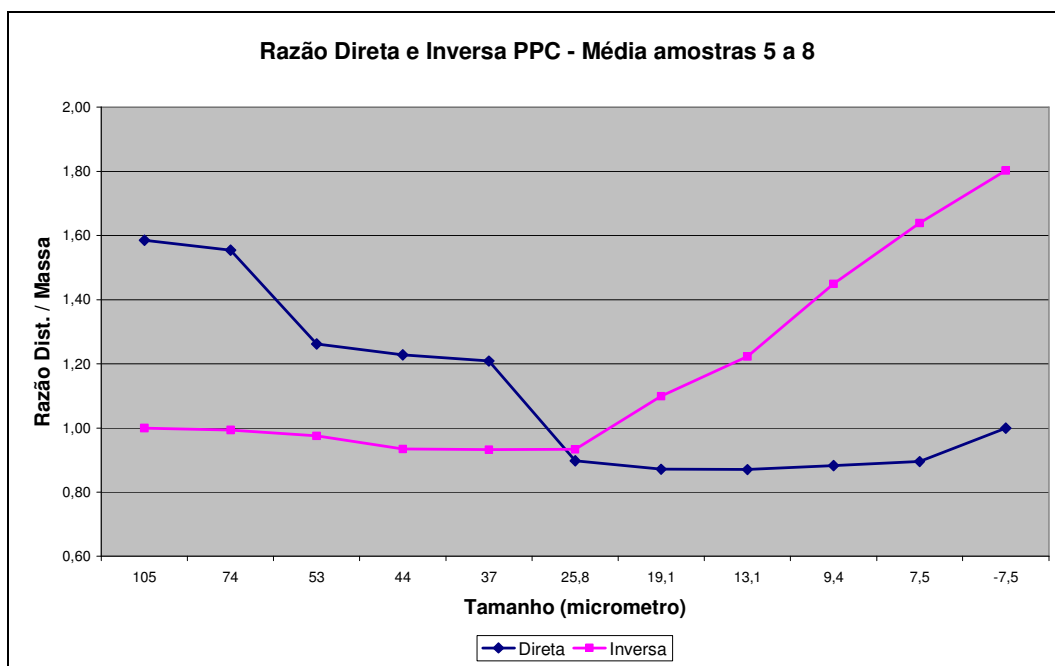


Figura 5.23 – Razão entre distribuição acumulada de PPC direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial final remoído – média das amostras 5 a 8.

Observou-se que a PPC apresentou acumulação tanto na distribuição direta, quanto na inversa.

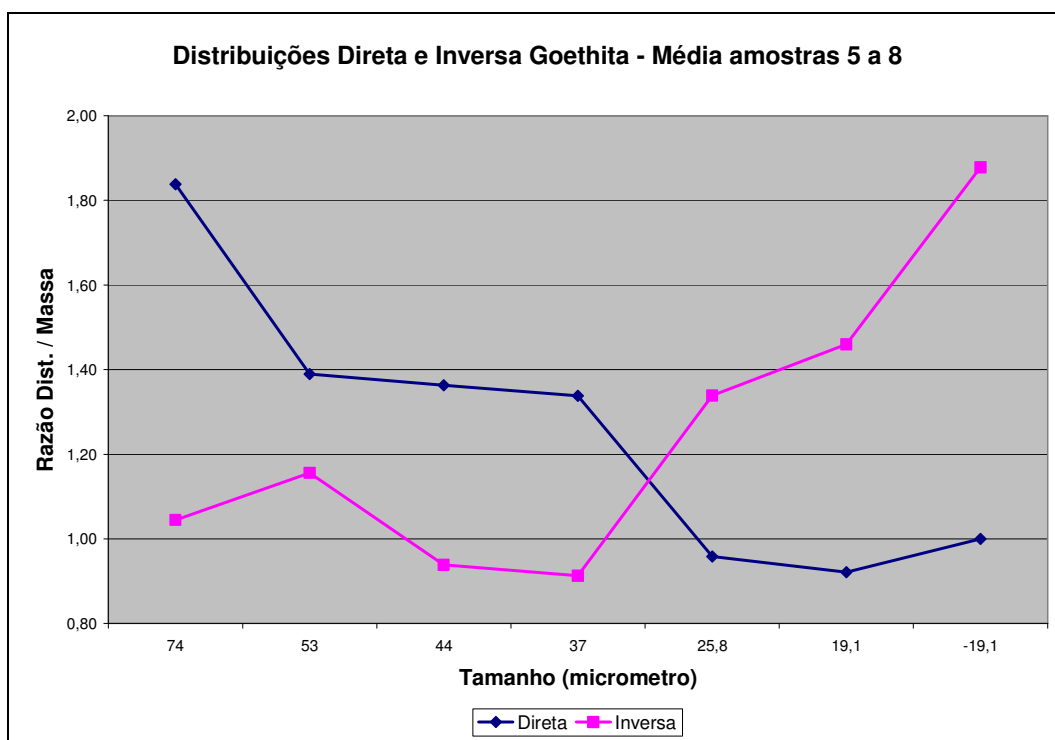


Figura 5.24 – Razão entre distribuição acumulada de goethita direta e inversa e massa acumulada. Concentrado industrial final remoído – média das amostras 5 a 8.

Visando possibilitar uma avaliação preliminar quantitativa sobre qual produto/corte granulométrico poderia conduzir maior acumulação de PPC, a Tabela 5.21 apresenta um resumo das distribuições acumuladas de massa e as razões de acumulação de PPC para a média das amostras 1 a 4 e 5 a 8, concentrado de etapa intermediária de flotação e concentrado remoído final, respectivamente.

Tabela 5.21 – Resumo das distribuições acumuladas de massa e razões de acumulação de PPC. Concentrado de etapa intermediária e concentrado remoído final – média das amostras 1 a 4 e 5 a 8.

Abertura (μm)	Distribuição acumulada (%)					
	Concentrado etapa intermediária			Concentrado remoído final		
	Massa	PPC	Razão	Massa	PPC	Razão
ACUMULAÇÃO DIRETA						
210	5,94	8,87	1,49	-	-	-
150	14,87	22,01	1,48	-	-	-
105	26,73	37,31	1,40	1,13	1,77	1,56
74	38,64	50,28	1,30	4,29	6,64	1,55
53	56,44	66,69	1,18	20,11	25,33	1,26
44	63,61	72,38	1,14	22,88	28,07	1,23
37	66,59	74,64	1,12	24,27	29,31	1,21
26	80,83	82,22	1,02	49,18	44,17	0,90
19	89,49	88,40	0,99	63,34	55,23	0,87
13	93,78	92,05	0,98	77,50	67,49	0,87
9	98,00	96,23	0,98	84,35	74,49	0,88
7,5	98,71	97,13	0,98	88,35	79,18	0,90
-7,5	100,00	100,00	1,00	100,00	100,00	1,00
ACUMULAÇÃO INVERSA						
210	100,00	100,00	1,00	-	-	-
150	94,06	91,13	0,97	-	-	-
105	85,13	77,99	0,92	100,00	100,00	1,00
74	73,27	62,69	0,86	98,87	98,23	0,99
53	61,36	49,72	0,81	95,71	93,36	0,98
44	43,56	33,31	0,76	79,90	74,67	0,93
37	36,39	27,62	0,76	77,12	71,93	0,93
26	33,41	25,36	0,76	75,73	70,69	0,93
19	19,17	17,78	0,93	50,82	55,83	1,10
13	10,51	11,60	1,10	36,66	44,77	1,22
9	6,22	7,95	1,28	22,50	32,51	1,44
7,5	2,00	3,77	1,88	15,65	25,51	1,63
-7,5	1,29	2,87	2,22	11,65	20,82	1,79

Para os concentrados industriais nas faixas de valores de PPC estudados (concentrados de etapa de flotação intermediária com PPC entre 3,07 e 3,37% e concentrados remoídos finais com PPC entre 3,09 e 3,32%), a razão direta para concentrado de etapa intermediária e a indireta para o concentrado remoído final apresentaram resultados de acumulação de PPC comparáveis. Ressalta-se que, no balanço de massas da instalação industrial, a massa do concentrado da etapa intermediária é cerca de 6% maior.

No Anexo V estão apresentados os resultados completos de granulometria e distribuições por faixa de tamanho da amostra 9.

5.2.1.3 Concentrado piloto remoído final – amostra 11

Esta amostra selecionada desde o início do estudo como aquela com a qual seriam realizados os estudos de pelotização piloto com calcinação.

No Anexo VI, estão apresentadas as tabelas com os resultados completos de granulometrias e distribuições por faixa de tamanho da amostra 11. As análises químicas e estudos de acumulação contemplaram somente os constituintes P e PPC nesta amostra.

A Figura 5.25 ilustra a razão entre distribuição acumulada de P direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a amostra 11.

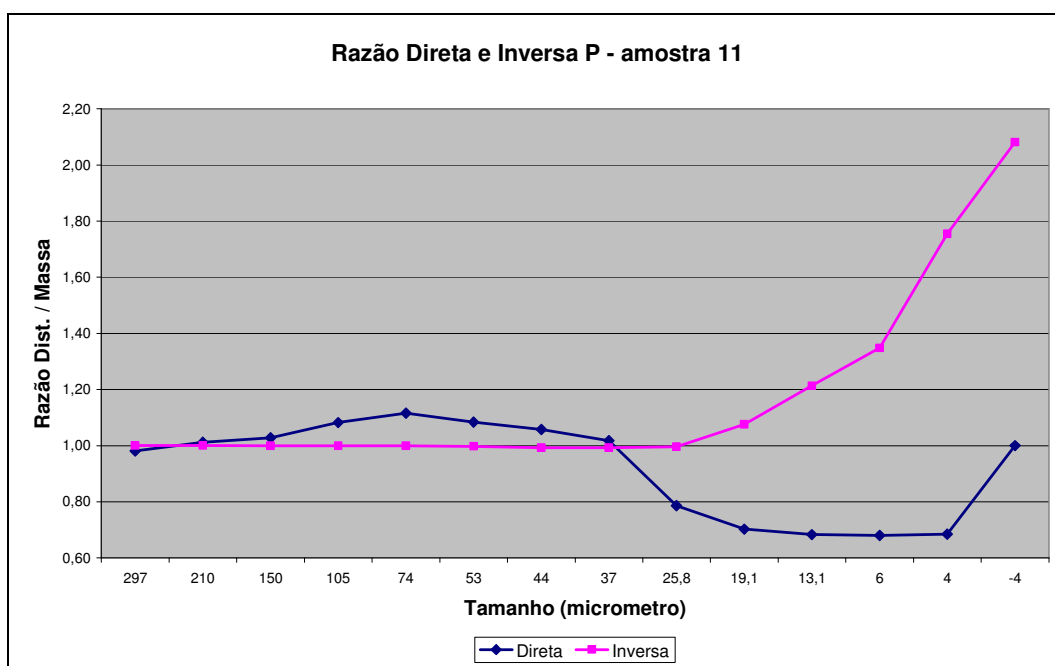


Figura 5.25 – Razão entre a distribuição acumulada de P direta e inversa e a massa acumulada. Concentrado remoído final piloto – amostra 11.

Observou-se forte acumulação inversa de P.

A Figura 5.26 ilustra a razão entre distribuição acumulada de PPC direta e inversa e a massa acumulada em cada faixa de tamanho para a amostra 11.

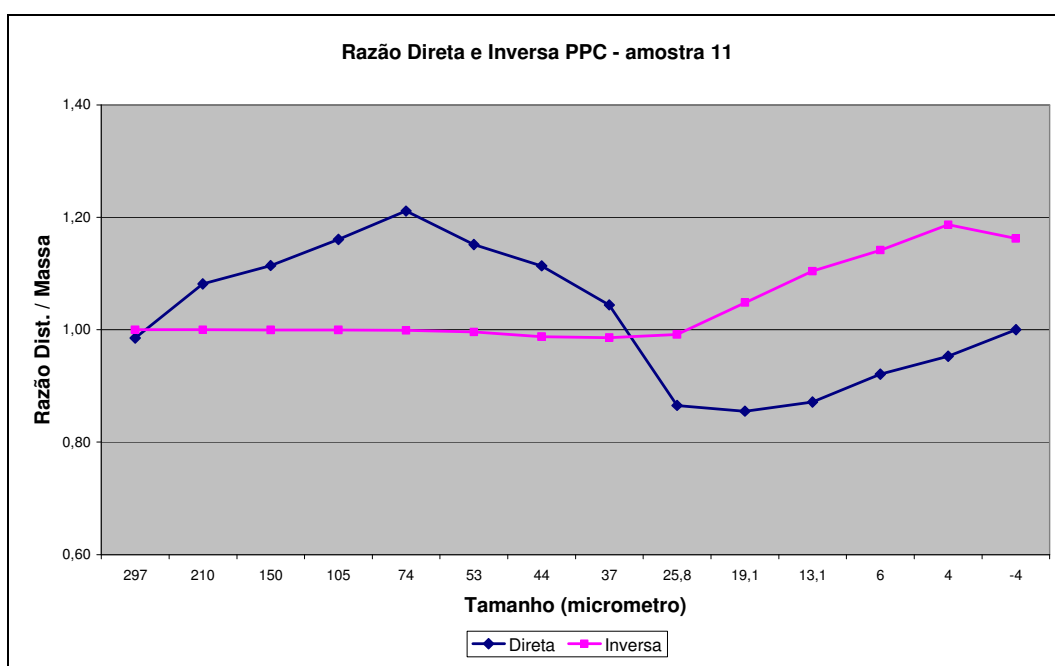


Figura 5.26 – Razão entre a distribuição acumulada de PPC direta e inversa e a massa acumulada. Concentrado remoído final piloto – amostra 11.

Observou-se acumulação direta e inversa, com a inversa se apresentando mais regular e bem distribuída.

A Tabela 5.22 apresenta um resumo das distribuições acumuladas de massa e razões de acumulação de PPC dos concentrados de etapa intermediária e concentrado remoído final da amostra 11.

Tabela 5.22 – Resumo das distribuições acumuladas de massa e razões de acumulação de PPC dos concentrados de etapa intermediária e concentrado remoído final da amostra 11.

Abertura (μm)	Distribuição acumulada (%)					
	Concentrado etapa intermediária			Concentrado remoído final		
	Massa	PPC	Razão	Massa	PPC	Razão
	AMOSTRA 11					
ACUMULAÇÃO DIRETA						
297	1,15	1,93	1,67	0,10	0,10	0,99
210	2,57	4,47	1,74	0,20	0,21	1,08
150	5,93	10,33	1,74	0,30	0,33	1,11
105	10,55	17,47	1,66	0,71	0,83	1,16
74	42,74	50,80	1,19	1,85	2,24	1,21
53	45,75	53,73	1,17	7,63	8,78	1,15
44	49,72	57,38	1,15	10,97	12,22	1,11
37	52,33	59,58	1,14	16,11	16,82	1,04
26	100,00	100,00	1,00	26,30	22,76	0,87
19	-	-	-	41,80	35,75	0,86
13	-	-	-	52,38	45,65	0,87
9	-	-	-	70,23	64,67	0,92
7,5	-	-	-	77,43	73,77	0,95
-7,5	-	-	-	100,00	100,00	1,00
ACUMULAÇÃO INVERSA						
297	100,00	100,00	1,00	100,00	100,00	1,00
210	98,85	98,07	0,99	99,90	99,90	1,00
150	97,43	95,53	0,98	99,80	99,79	1,00
105	94,07	89,67	0,95	99,70	99,67	1,00
74	89,45	82,53	0,92	99,29	99,17	1,00
53	57,26	49,20	0,86	98,15	97,76	1,00
44	54,25	46,27	0,85	92,37	91,22	0,99
37	50,28	42,62	0,85	89,03	87,78	0,99
26	47,67	40,42	0,85	83,89	83,18	0,99
19	-	-	-	73,70	77,24	1,05
13	-	-	-	58,20	64,25	1,10
9	-	-	-	47,62	54,35	1,14
7,5	-	-	-	29,77	35,33	1,19
-7,5	-	-	-	22,57	26,23	1,16

Verificou-se, de modo similar às amostras 1 a 8, que as acumulações diretas de PPC nos concentrados de etapa intermediária de flotação, apresentaram-se comparáveis com as acumulações inversas nos concentrados remoídos finais.

No Anexo VII, estão apresentados os resultados completos de granulometria e distribuições por faixa da amostra 12.

Devido à similaridade das acumulações apresentadas anteriormente, a continuidade do estudo foi realizada com a proposição de calcinação de fração granulométrica obtida em acumulação inversa de concentrado remoído final. Deste modo, foi estudado o grau de

calcinação da fração fina para permitir a obtenção de mistura final (finos calcinados + grossos) na faixa de PPC de 2,5%, conforme apresentado a seguir.

A Tabela 5.23 ilustra simulações de diferentes cortes granulométricos e diferentes graus de calcinação para a amostra 11 (concentrado piloto remoído final de PPC 4,45%). Os resultados simulados consideraram o produto da calcinação dos finos variando na faixa de 0 a 3,0% de PPC.

Tabela 5.23 – Simulações da PPC global (finos calcinados + grossos) para diferentes cortes granulométricos e graus de calcinação de finos – amostra 11 de concentrado piloto remoído final.

Amostra	Abertura (μm)	Simulações e PPC global final (finos calcinados + grossos)				
		Fino calcinado PPC 0,0	Fino calcinado PPC 1,0	Fino calcinado PPC 2,0	Fino calcinado PPC 3,0	Fino calcinado PPC 4,0
Amostra 11 PPC 4,45%	297	0,00	1,00	2,00	2,50	3,00
	210	0,00	1,00	2,00	2,50	3,00
	150	0,01	1,01	2,01	2,50	3,00
	105	0,01	1,01	2,01	2,51	3,01
	74	0,04	1,03	2,02	2,52	3,02
	53	0,10	1,08	2,06	2,55	3,04
	44	0,39	1,32	2,24	2,70	3,16
	37	0,55	1,44	2,33	2,77	3,22
	25,8	0,75	1,59	2,43	2,85	3,27
	19,1	1,02	1,76	2,49	2,86	3,23
	13,1	1,60	2,18	2,76	3,05	3,35
	6	2,04	2,52	2,99	3,23	3,47
	4	2,89	3,19	3,49	3,64	3,79
	-4	3,30	3,53	3,75	3,86	3,98

Com a análise dos resultados da Tabela 5.23, verifica-se que, para a amostra considerada, a calcinação da fração fina acumulada (corte teórico em cerca de 20 μm em distribuição inversa), para valor máximo de PPC em 2,0%, asseguraria um *blend* final (finos calcinados + grossos) com valor de PPC em 2,5%, meta anteriormente estabelecida.

O concentrado piloto remoído final da amostra 11 foi, então, classificado em etapa de cicloneamento visando a uma separação granulométrica com d_{50} em torno de 20 μm . Para a

separação, foi utilizado *kit* piloto com ciclone de 2 polegadas de diâmetro e pressão de operação e % sólidos ajustados para obtenção do corte desejado.

A Tabela 5.24 apresenta o resultado da simulação para definição do teor de PPC na amostra fina calcinada visando atingir o *blend* final com PPC de 2,5%, considerando estimativas de partição em massa de 52% para o underflow e 48% para o overflow da ciclonagem do concentrado remoído final.

Tabela 5.24 – PPC da amostra final (finos calcinados + grossos) em função do grau de calcinação dos finos. Concentrado piloto da amostra 11 com corte em ciclone e aplicação de correção de eficiência.

Simulações e PPC global final (finos calcinados + grossos) Com correção eficiência ciclone	
PPC fino calcinado	PPC global estimado
0,1	2,1
0,2	2,1
0,3	2,2
0,4	2,2
0,5	2,2
0,6	2,3
0,7	2,3
0,8	2,4
0,9	2,4
1	2,5
1,1	2,5
1,2	2,6
1,3	2,6
1,4	2,7
1,5	2,7
1,6	2,8
1,7	2,8
1,8	2,9

Desse modo, para a continuidade dos estudos das demais operações unitárias do processo de pelotização, a fração de finos, obtida na ciclonagem piloto do concentrado remoído final da amostra 11, foi calcinada em instalação piloto (forno de rolos) para obtenção de produto calcinado com valor de PPC em torno de 1,1%.

5.2.2 Filtragem de concentrado de alto PPC e do produto fino de sua ciclonagem

5.2.2.1 Filtragem a vácuo

Testes de filtragem a vácuo foram realizados visando verificar a taxa de filtrabilidade e de umidade obtidas com concentrados com alto valor de PPC. Os ensaios foram realizados de forma a atender aos requisitos estabelecidos de obtenção de torta com umidade residual de 9 a 10% e tiveram a amostra 10 como referência.

Os percentuais de sólidos em peso dos ensaios das amostras buscaram simular as condições operacionais estimadas: finos da ciclonagem do concentrado remoído final com cerca de 38% de sólidos no *overflow*; grossos da ciclonagem com 75% de sólidos no *underflow* e *underflow* de espessamento de concentrado remoído tal qual (amostra referência) com 75% de sólidos. Um resumo dos resultados obtidos se encontra na Tabela 5.25. Para o cálculo da produtividade foi considerada área unitária de 110m²/filtro.

Tabela 5.25 – Resumos dos dados obtidos na filtragem à vácuo.

Amostra	% Sólidos	Granulometria do <i>pellet feed</i>	Densidade (g/cm ³)	pH	Espessura da torta (mm)	Umidade (%)	Produtividade (t/h/m ²)	Filtrado concentração (g/l)
amostra 10	-	87,4% < 325#	2,00	7,0	-	9,8	0,89	-
				11,5	-	10,0	0,96	-
amostra 11	75,00	50,4% < 325#	2,50	7,0	49,0	9,5	3,02	5,2
				11,5	49,3	10,0	2,94	2,6
	38,25	99,3% < 325#	1,43	7,0	2,0	16,3	0,14	73,0
				11,5	1,9	16,3	0,14	56,3

Confirmou-se a alta taxa de filtragem do material grosso e impossibilidade técnica de filtragem dos finos da ciclonagem em filtros a vácuo. Os ensaios de leaf test com os finos indicaram altas umidades, baixas taxas unitárias de filtragem e elevada concentração de sólidos no filtrado, indicando meio filtrante inadequado para o material.

Desse modo foram realizados ensaios exploratórios com filtração a pressão para o material fino visando avaliar a aplicabilidade dessa tecnologia para o material em questão.

5.2.2.2 Filtração à pressão

Testes de filtração à pressão foram realizados visando verificar a taxa de filtrabilidade e de umidade obtidas com concentrados de alto teor de PPC, principalmente, finos de ciclonagem (*overflow*). Os ensaios piloto foram realizados de forma a atender aos requisitos estabelecidos de obtenção de torta com umidade residual de 9 a 10%.

Os seguintes percentuais de sólidos em peso na alimentação dos ensaios foram considerados:

- acima de 65% para concentrado remóido tal qual de alto valor de PPC ou grossos de ciclonagem;
- até 38% para finos de ciclonagem de concentrado remóido final de alto valor de PPC;
- 4% para finos – ensaio exploratório para outros produtos.

Os ensaios foram realizados com placas membrana com espessura de câmara de 50 a 60mm, com sistema de pressurização das membranas e secagem final das tortas com ar comprimido.

As amostras da suspensão do minério de ferro testadas apresentaram boa taxa de filtrabilidade e o teor de umidade residual requerido foi alcançado, por meio da filtração com placas membrana de espessura de torta 50 e 60 mm, porém com uma secagem adicional das tortas com ar comprimido. Os finos de ciclonagem (*overflow*) apresentaram alta umidade e baixa taxa de filtração quando filtrados com o percentual de sólidos de (4%).

Foi observado que o produto não é agressivo do ponto de vista químico, mas é abrasivo pelas próprias características do material e pela alta velocidade necessária para a alimentação do filtro prensa. Suas características de peso específico merecem especial atenção no dimensionamento do filtro prensa e seus periféricos.

A tela de filtração utilizada permitiu um filtrado limpo desde o início do ciclo de filtração. As telas de filtração selecionadas proporcionam uma ótima soltura das tortas, mas verificou-se a presença de material fino remanescente sobre elas. Com os sucessivos ciclos de filtração, eventualmente poderá ocorrer comatação das telas, e, assim, interferir na soltura das tortas. Dessa forma, foi recomendada a lavagem das telas com moto bomba de alta pressão a cada 50 ciclos de filtração, o que limparia e regeneraria as telas de filtração, permitindo manter uma boa taxa de filtração, proporcionando uma boa soltura das tortas.

A Tabela 5.26 apresenta um resumo dos principais resultados obtidos para as diferentes amostras estudadas.

Tabela 5.26 – Resumo dos resultados de filtragem piloto à pressão.

Amostra	PPC (%)	Sólidos (%) peso	Consumo ar (NI/hm ²)	Umidade torta (%)	Taxa Filtragem (kg/hm ²)
amostra 11 concentrado remoído final	4,80	65,10	17.215	9,80	385
amostra 12 concentrado remoído final	3,90	65,50	13.395	9,50	416
amostra 11 <i>overflow</i> ciclonagem	5,20	4,20	8.385	12,60	51
amostra 11 <i>overflow</i> ciclonagem	5,20	37,80	10.604	10,20	426
amostra 11 <i>underflow</i> ciclonagem	4,60	64,80	12.247	9,40	395

A Tabela 5.26 mostra que é possível conseguir umidades baixas nos testes de filtragem à pressão com material fino, mas a taxa unitária de filtragem é significativamente inferior aos resultados obtidos nas operações atuais em filtros de discos verticais a vácuo com material tal qual.

A Tabela 5.27 apresenta as condições e os resultados completos dos ensaios de filtragem piloto. As taxas de filtragem devem ser consideradas de forma comparativa, já que não levam em consideração os tempos de enchimento e descarga do sistema.

Ficou evidenciada a aplicabilidade da tecnologia e ensaios complementares devem ser realizados para eventual dimensionamento e especificação de equipamentos e sistemas auxiliares.

Tabela 5.27 – Condições e resultados completos dos ensaios de filtragem piloto.

		Teste de filtração															
Amostra		11	11	11	11	11	12	12	12	12	12	11 OF	11 OF	11 OF	11 UF	11 UF	11 UF
Etapa		Unidade															
Informações gerais	tipo de câmara	-															
	espessura da câmara	mm															
	volume da câmara	dm ³															
	superfície filtrante	m ²															
	temperatura de filtração	°C															
Alimentação	tecido filtrante	-															
	tempo de alimentação	min															
	pressão de alimentação	bar															
	volume de suspensão filtrada	l															
	taxa de filtração média	l/h/m ²															
pré-pressurização	taxa final de filtração	l/h/m ²															
	tempo de pré-pressurização	min															
	pressão de pré-pressurização	bar															
	tipo de injeção de ar no sopro	-															
	tempo de secagem	min															
Sopro com ar comprimido	pressão do ar de sopro	bar															
	pressão das membranas	bar															
	consumo médio de ar comprimido	Nl/h/m ²															
	descarga da torta	-															
	qualidade do filtrado	-															
Características da torta	qualidade da torta	-															
	densidade da torta	kg/dm ³															
	secagem da torta*	% (105°C)															
	umidade da torta*	% (105°C)															
	sólidos suspensos na torta	% p/p															
	espessura média da torta	mm															
	coeficiente de pressurização **	kg/cm ²															
	redução em volume	m ³ /m ³ torta															
	rendimento líquido	kg _s /l/h/m ²															
		2,85	2,85	2,85	2,80	2,80	2,80	2,80	2,80	2,80	2,80	2,85	2,75	2,75	2,55	2,50	2,60
		87,2	90,7	89,1	90,9	90,3	90,6	91,0	90,2	87,4	89,5	90,1	89,9	90,1	88,3	90,2	91,0
		12,8	9,3	10,9	9,1	9,7	9,4	9,0	9,8	12,6	10,5	9,9	10,1	11,7	9,8	9,0	
		87,2	90,7	89,1	90,9	90,3	90,6	91,0	90,2	87,4	89,5	90,1	89,9	90,1	88,3	90,2	91,0
		22,0	21,2	21,4	21,5	23,2	23,0	28,1	22,5	23,2	23	22,9	28,4	23,6	23	28,3	
		0,88	0,85	0,86	0,86	0,93	0,92	0,94	0,90	0,93	0,92	0,91	0,95	0,94	0,92	0,94	
		1,7	1,8	1,8	1,8	1,7	1,7	1,4	1,7	61,1	4,4	4,5	4,5	1,1	1,1	1,4	
		321,8	378,5	456,3	321,1	383,0	428,6	467,1	384,1	51,4	390,9	475,9	412,0	347,3	352,6	436,8	

5.2.3 Calcinação piloto

5.2.3.1 Calcinador *flash*

Visando avaliar a aplicabilidade de tecnologia disponível industrialmente para a calcinação de concentrados finos de minério de ferro, foram realizados testes de calcinação em sistema piloto de processamento *flash* em suspensão a gás. Esse sistema apresenta como diferenciais: alta produtividade e eficiência térmica; um bom controle de combustão/temperatura e qualidade do produto; condição de manuseio de finos eficiente; e menor necessidade de área para instalação e investimento de capital, se comparado com fornos rotativos.

A Tabela 5.28 ilustra as características iniciais das amostras estudadas nos testes piloto em calcinador *flash*. As análises de PPC desse estudo foram realizadas no laboratório da instalação piloto de calcinação flash.

Tabela 5.28 – Características iniciais das amostras utilizadas nos testes piloto em calcinador *flash*.

Amostra	PPC (%)	Umidade inicial (%)	Densidade aparente inicial (g/cm ³)	Densidade aparente com secagem (g/cm ³)	d ₅₀ (μm)
concentrado remoído final amostra 11	4,60	7,4	1,27	1,86	24,80
finos de ciclonagem amostra 11	6,19	7,9	1,16	1,83	8,50
concentrado remoído final amostra 10	3,76	7,0	1,32	2,08	22,00

Como referência inicial para os testes piloto de calcinação foram realizadas análises termogravimétricas (TGA e DTA) para as amostras de concentrado remoído final, visando verificar o perfil da perda em massa em função da temperatura.

A Figura 5.27, a Figura 5.28 e a Figura 5.29 apresentam os resultados das análises termogravimétricas das amostras 11 e 12.

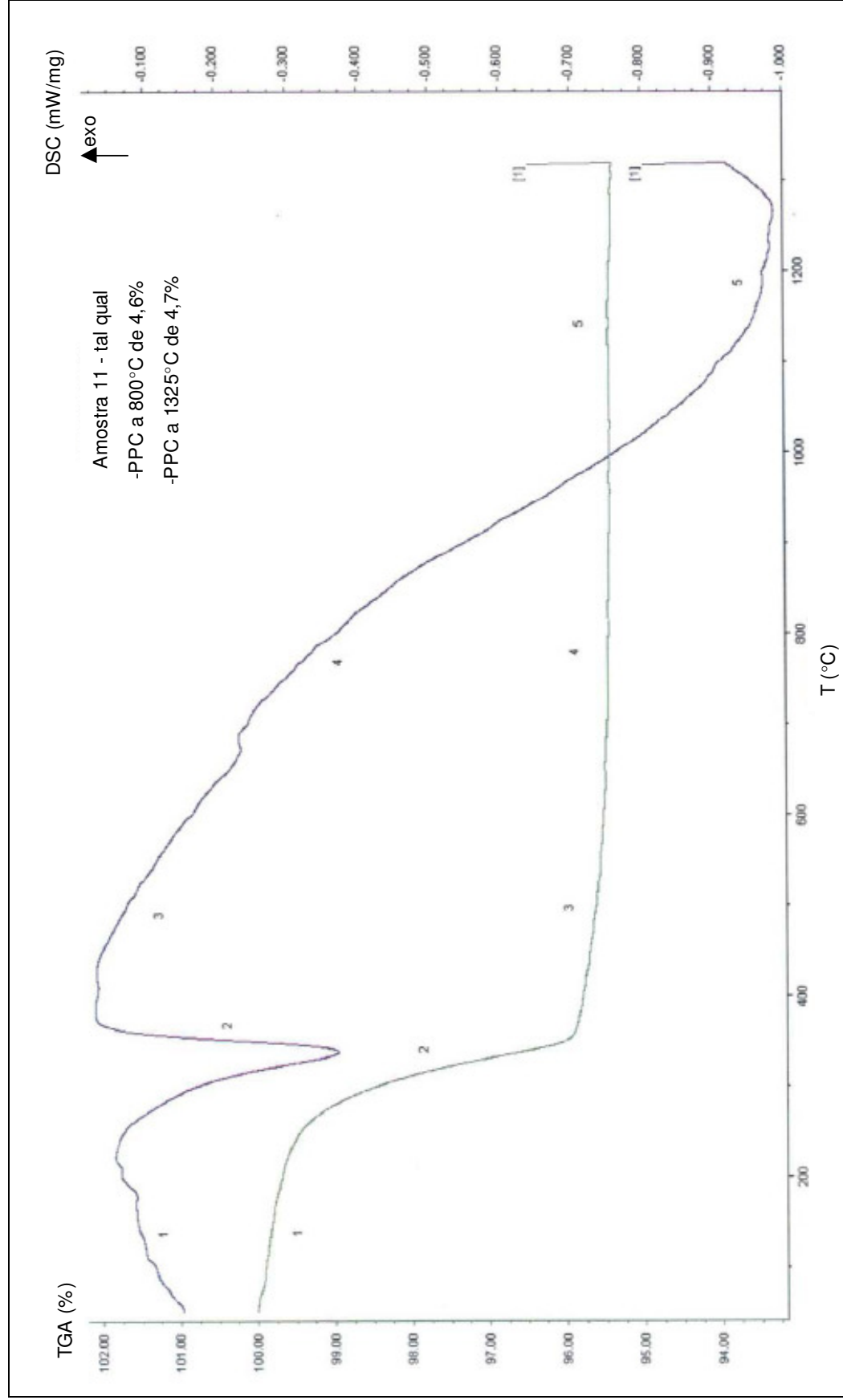


Figura 5.27 – Termogravimetria (TGA e DTA) – amostra 11.

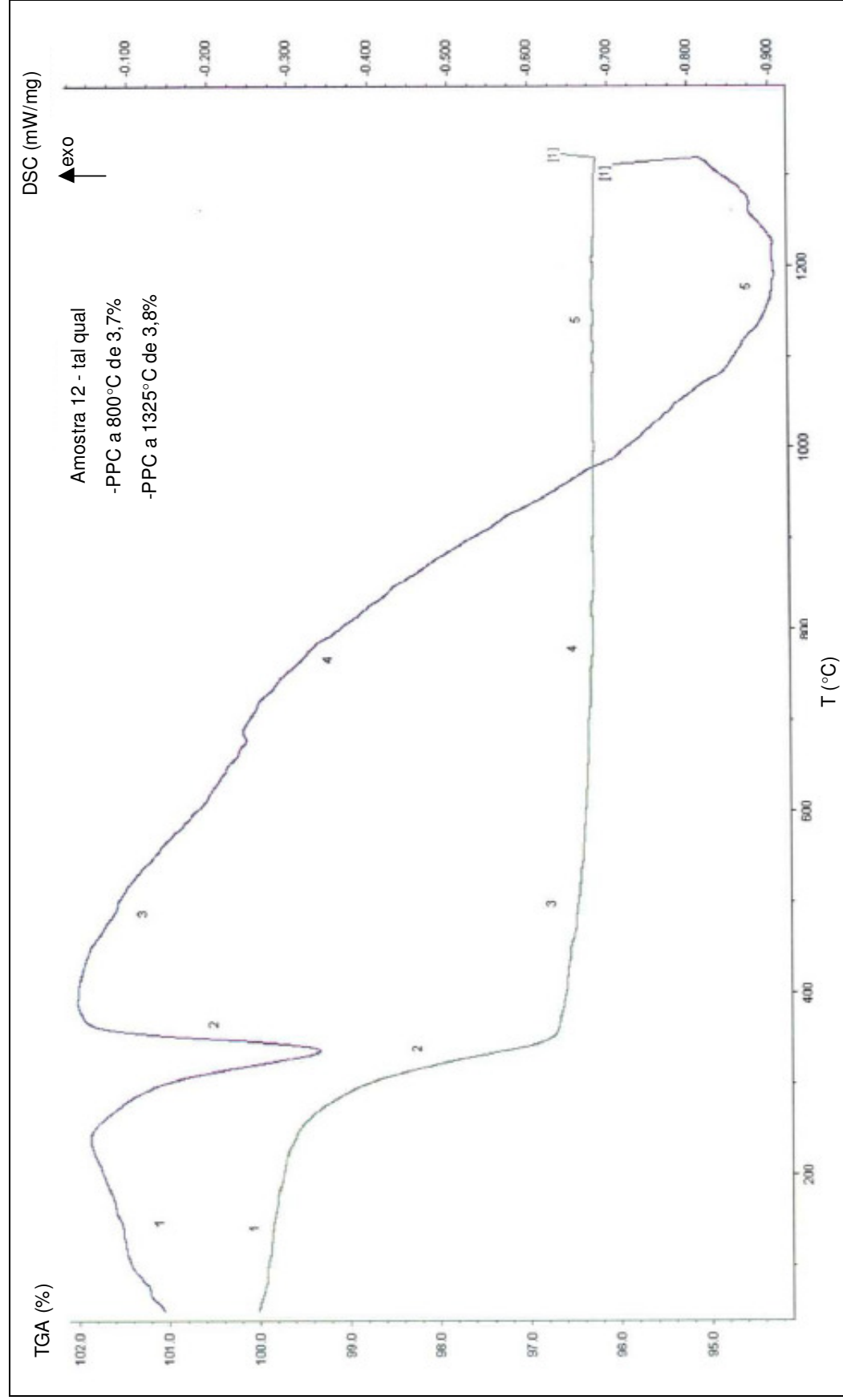


Figura 5.28 – Termogravimetria (TGA e DTA) – amostra 12.

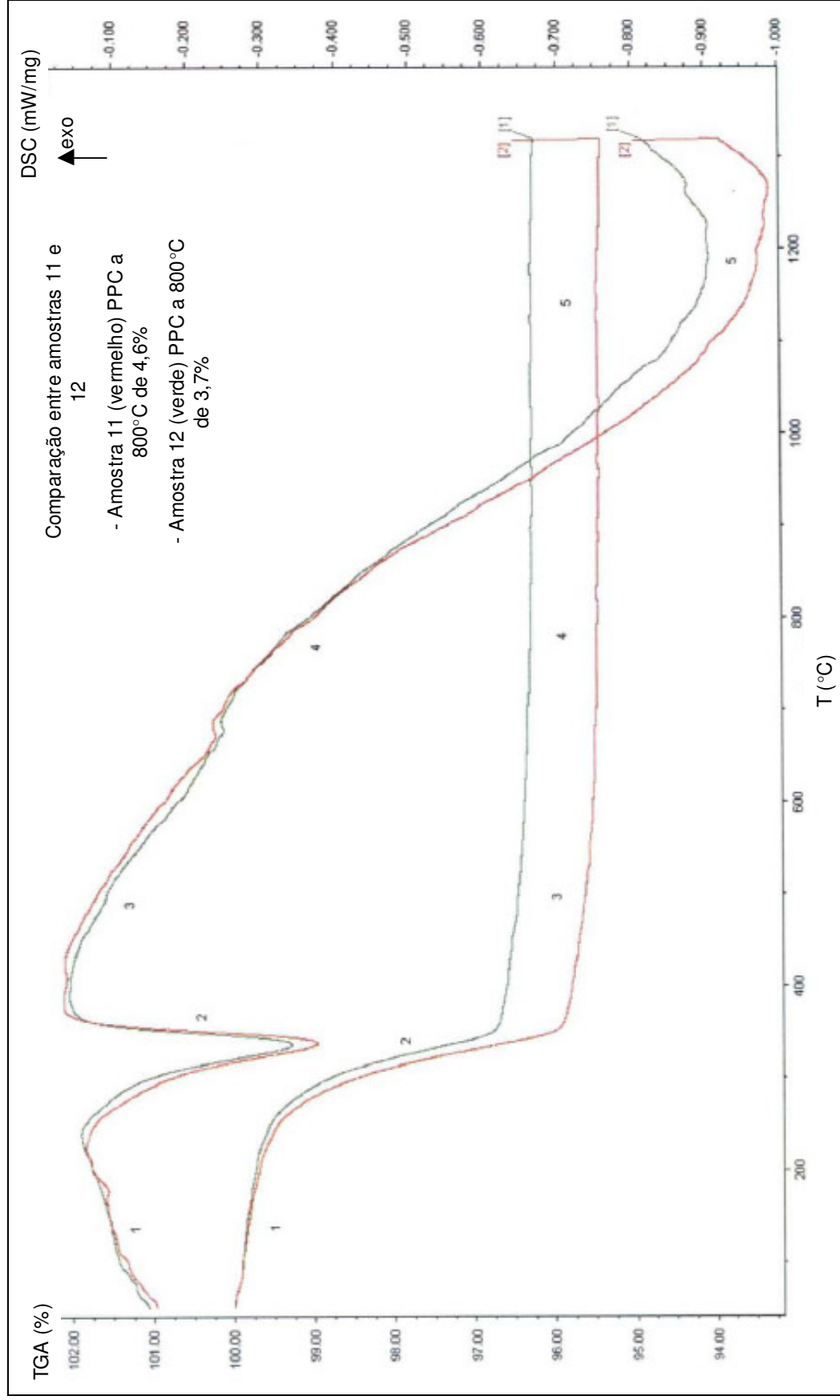


Figura 5.29 – Termogravimetria (TGA e DTA) – amostras 11 e 12.

A Tabela 5.29 apresenta um resumo dos resultados das análises termogravimétricas (TGA e DTA).

Tabela 5.29 – Resumo dos resultados das análises termogravimétricas.

Parâmetro	Regiões das curvas	Resultados	
		Amostra 11	Amostra 12
% perda em massa até temperatura de 800°C	-	4,6	3,7
% perda em massa na temperatura de 800°C a 1325°C	-	0,1	0,1
% perda em massa até temperatura de 1325°C	-	4,7	3,8
eventos no aquecimento até 200°C	1	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,3%	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,3%
eventos no aquecimento de 200 a 400°C	2	- perda em massa de 3,9% - reação endotérmica dominante associada com a desidroxilação de fases tipo goethita formando hematita	- perda em massa de 3,1% - reação endotérmica dominante associada com a desidroxilação de fases tipo goethita formando hematita
eventos no aquecimento de 400 a 600°C	3	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,2% - perda de voláteis diversos principalmente do tipo H ₂ O	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,2% - perda de voláteis diversos principalmente do tipo H ₂ O
eventos no aquecimento de 600 a 1100°C	4	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,1% - perda de voláteis diversos principalmente do tipo H ₂ O	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,1% - perda de voláteis diversos principalmente do tipo H ₂ O
eventos no aquecimento de 1100 a 1325°C	5	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,1% - perda de voláteis diversos	DTA - não detectada reação - perda em massa de 0,1% - perda de voláteis diversos
reações endotérmicas até 1325°C	-	-100J/g	-80 a -85J/g
reações exotérmicas até 1325°C	-	não detectada	não detectada
como o material foi secado a 110°C anteriormente aos ensaios de termogravimetria a perda de voláteis não foi observada de forma significativa, indicando também a ausência de limonita			
com o aquecimento até 1325°C o material foi fortemente sinterizado adquirindo uma coloração púrpura típica da hematita em altas temperaturas de queima			

No início dos ensaios piloto, as amostras de concentrado com umidade na faixa de 7% foram alimentadas diretamente na instalação *flash* para secagem. Estima-se que uma umidade de até 15% apresentaria a mesma condição de alimentação direta no secador, sem ocorrência de problemas operacionais. As condições operacionais da secagem consideraram uma temperatura de gás na saída de 125°C e uma velocidade de gás de 5 a 6m/s. A operação foi muito estável e o produto (*underflow* do ciclone coletor) apresentou umidade na faixa de 0,22 a 0,38%.

Após a etapa de secagem, as amostras estudadas foram calcinadas com sucesso, atingindo os valores objetivo de PPC no produto calcinado e com o sistema operando em condição estável. As amostras de concentrado remoído final (amostras 11 e 12) exigiram temperaturas na faixa de 309-340°C e a amostra de finos de ciclonagem da amostra 11 exigiu uma temperatura mais elevada no calcinador *flash* em torno de 450°C.

A velocidade do gás no calcinador *flash* foi mantida na faixa de 4,4 a 5,2m/s nos testes piloto. Baseado no fato de que nenhuma acumulação de material foi verificada, a velocidade foi adequada para transporte de todo o material por meio da coluna de calcinação até o ciclone coletor. O tempo de residência do gás na coluna de calcinação com essa velocidade foi de 0,88 a 1,05s.

De modo geral, o sistema apresentou desempenho satisfatório, atingindo os objetivos requeridos e demonstrando eficiência normal nas diferentes etapas. Para suportar um eventual dimensionamento e projeto adequados para fins industriais, os testes de longa duração em circuito típico utilizando sistema integrado secador/calcinador *flash* são recomendados, visando à confirmação de parâmetros de operação e propriedades do produto. Estima-se, de forma preliminar, que uma unidade industrial completa do tipo *flash* com coluna de 10m de diâmetro possa atingir cerca de cinco milhões de toneladas anuais de finos calcinados.

A Figura 5.30, a Figura 5.31, a Figura 5.32 e a Figura 5.33 ilustram os perfis de temperatura nas operações de secagem e calcinação, demonstrando a estabilidade da operação e as faixas de temperatura utilizadas.

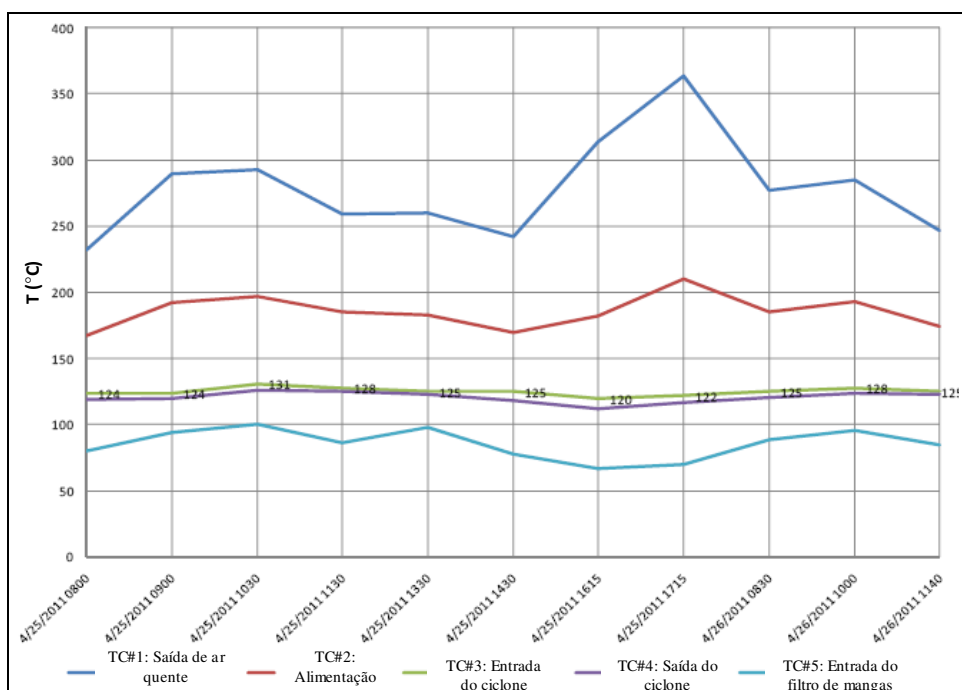


Figura 5.30 – Perfil de temperatura típico. Secagem das amostras estudadas em secador *flash*.

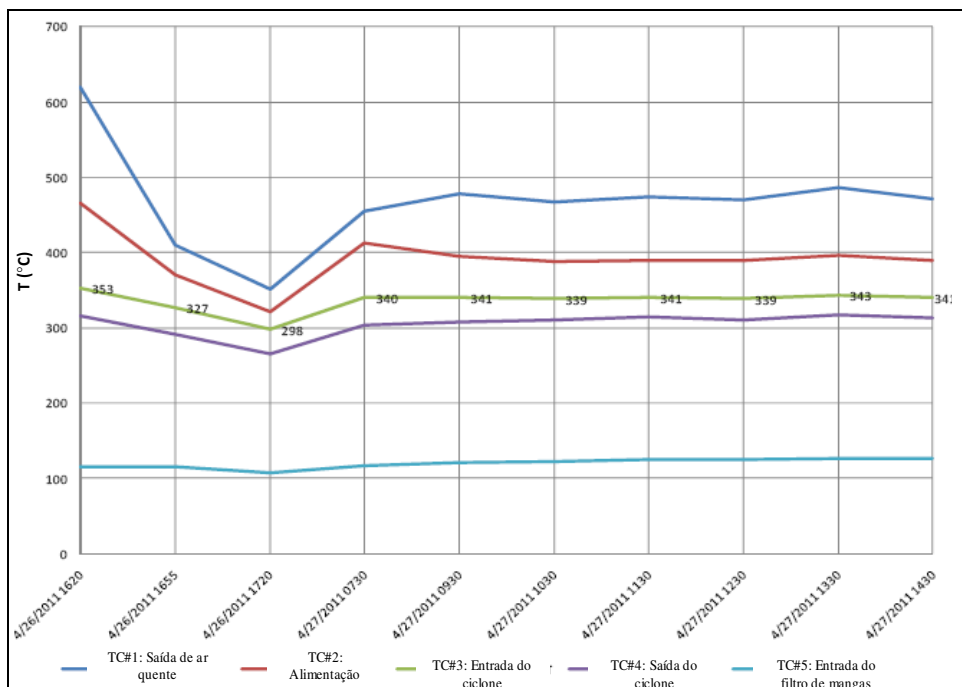


Figura 5.31 – Perfil de temperaturas na operação do calcinador *flash*. Concentrado remoído final – amostra 11.

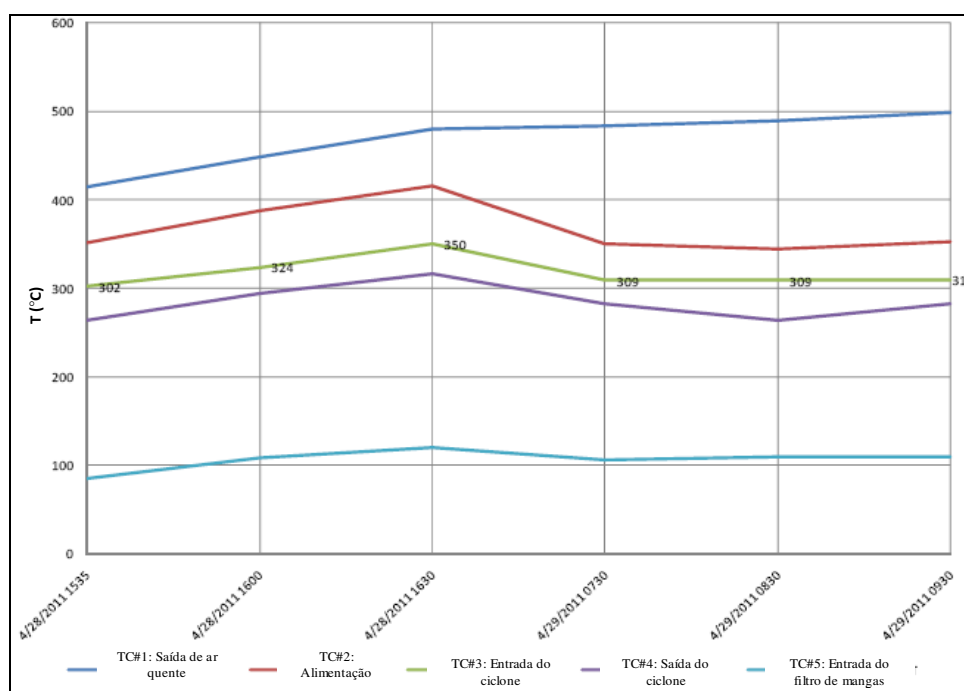


Figura 5.32 – Perfil de temperaturas na operação do calcinador *flash*. Concentrado remoído final – amostra 12.

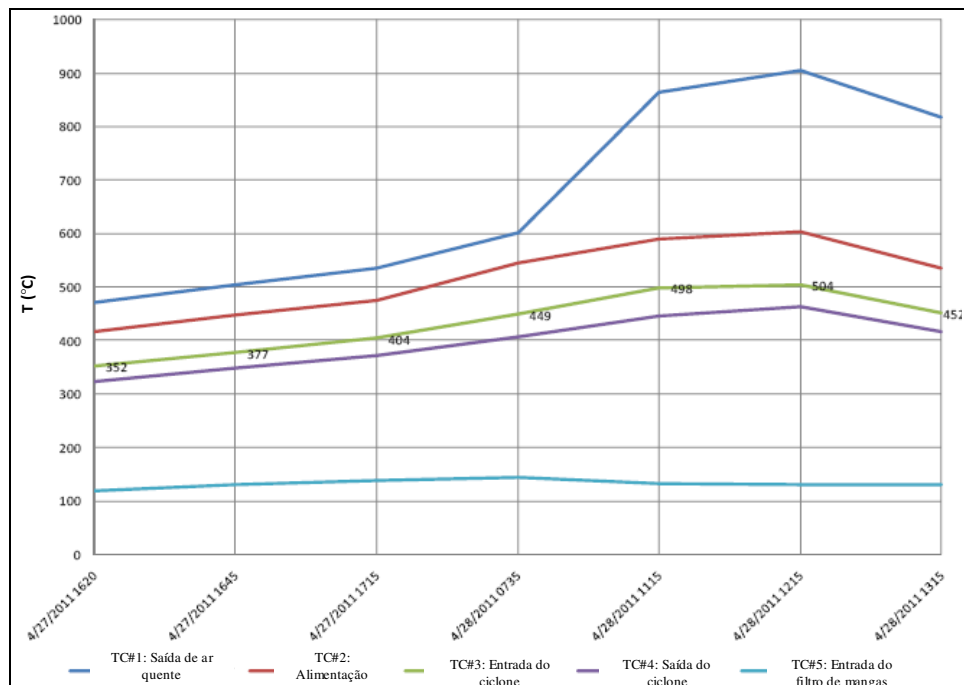


Figura 5.33 – Perfil de temperaturas na operação do calcinador *flash*. Finos de ciclonagem – amostra 11.

A Figura 5.34, a Figura 5.35 e a Figura 5.36 ilustram a relação entre o teor de PPC no *underflow* do ciclone coletor e a temperatura do gás na saída do calcinador.

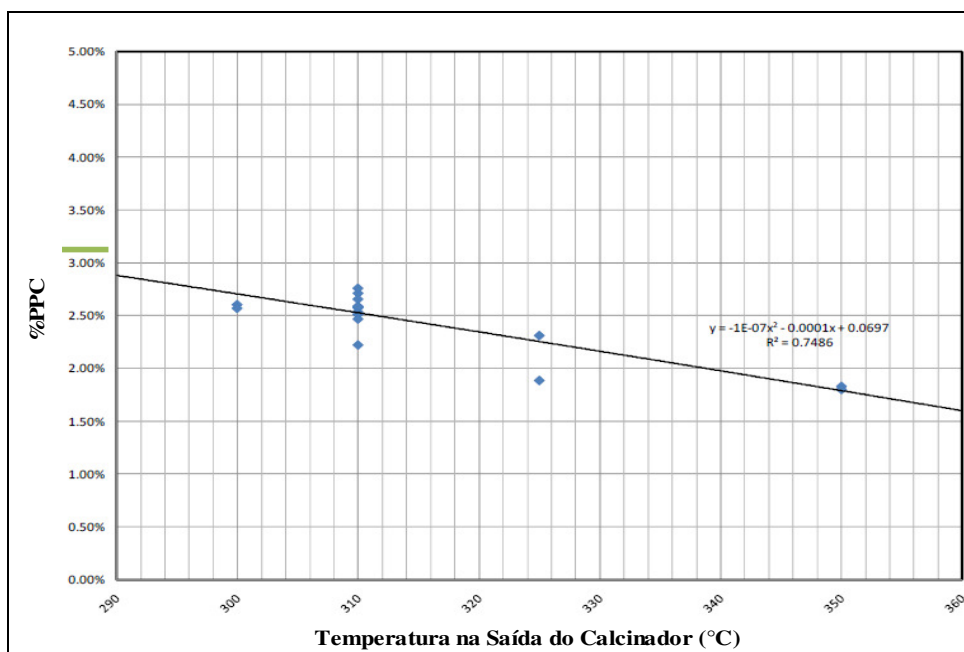


Figura 5.34 – Valor de PPC (%) em função da temperatura na saída do calcinador – amostra 12.

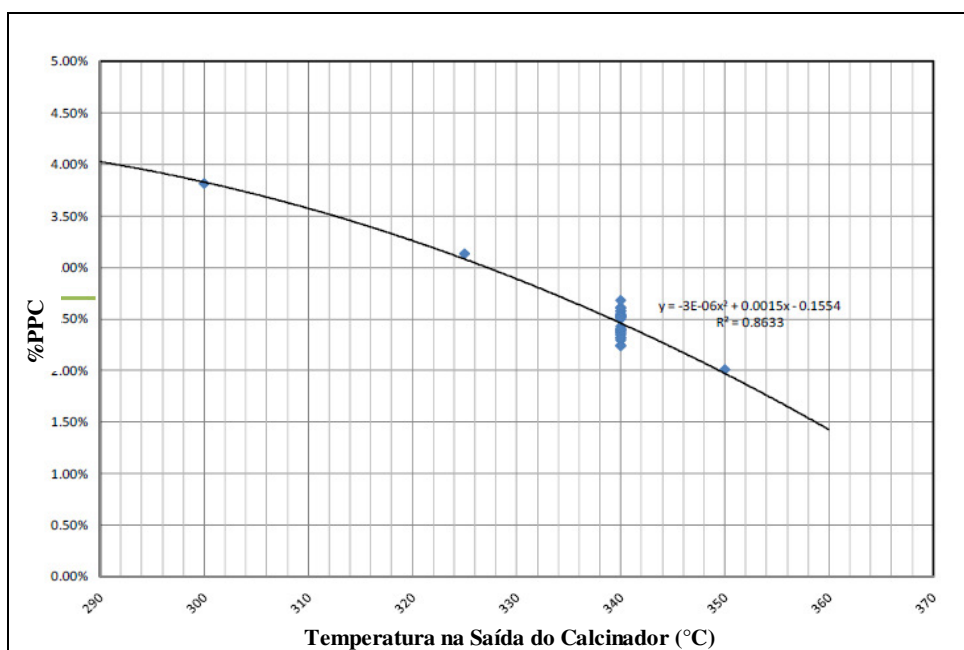


Figura 5.35 – Valor de PPC (%) em função da temperatura na saída do calcinador – amostra 11.

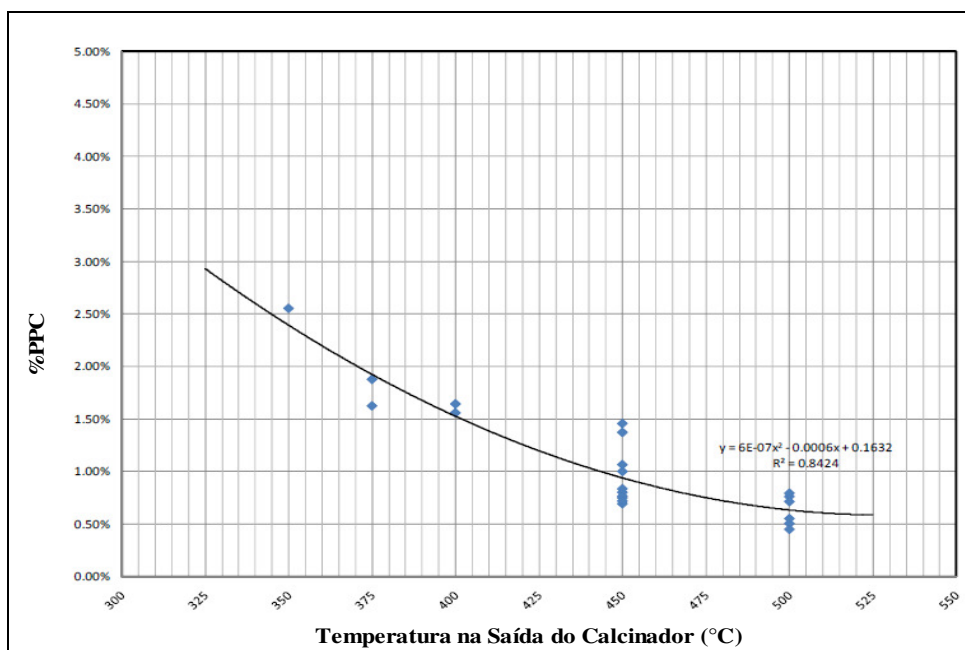


Figura 5.36 – Valor de PPC (%) em função da temperatura na saída do calcinador – finos ciclizados da amostra 11.

A Tabela 5.30 apresenta um resumo dos principais resultados obtidos nos ensaios piloto de calcinação *flash*.

Com base nos resultados obtidos, em sistema com aplicação industrial reconhecida, ficou demonstrada a viabilidade técnica da calcinação dos concentrados estudados, nas suas características originais e para o grau de calcinação exigido.

5.2.4 Pelotamento de *pellet feed* calcinado

Conforme apresentado, estudo anterior para a utilização de calcinação como rota alternativa para a pelletização de materiais com altos valores de PPC indicou dificuldades na etapa de pelotamento em discos. Desse modo, foi realizada neste estudo, uma caracterização do efeito da calcinação sobre alguns parâmetros relacionados à aglomerabilidade a úmido de concentrados remoídos finais de alto PPC.

Com este objetivo, amostras de concentrado remoído final tal qual e a fração passante (finos) de peneiramento em malha 600# da amostra 11 foram calcinadas para diferentes níveis de PPC residual. O peneiramento, com pequena massa de material, foi realizado visando simular o corte de ciclonagem previsto em escala piloto. Após calibrações preliminares, as calcinações foram realizadas em equipamento de termogravimetria do laboratório Samarco de Ubu, buscando atingir produtos calcinados com grau de calcinação compreendido entre aquele da amostra não calcinada com PPC de 4,45% até produto com valor residual de PPC em 0,5%. Os produtos calcinados foram utilizados em ensaios de porosidade, mineralogia, carga de superfície e índice de dispersão.

5.2.4.1 Porosidade em materiais calcinados

A Tabela 5.31 e a Tabela 5.32 apresentam um resumo dos resultados obtidos nos ensaios de porosidade das amostras de concentrado remoído final tal qual e finos (<600#) da amostra 11, respectivamente.

O Anexo VIII apresenta os resultados obtidos nos ensaios de porosidade da amostra de concentrado remoído final fração grossa (>600#).

Tabela 5.31 – Resultados de ensaios de porosidade. Concentrado remoído final tal qual – amostra 11.

Grau de calcinação (% PPC)	Densidade (g/cm ³)	Porosidade				Área superficial - BET (m ² /g)
		Volume total de poros (cm ³ /g)	Diâmetro médio (Å)	Volume dos poros t-method (cm ³ /g)	Volume dos poros BJH (cm ³ /g)	
NC	4,92	0,0110	99,1	-	0,011	4,5
4,0	4,86	0,0138	77,9	-	0,012	7,1
3,5	4,99	0,0164	49,3	0,0031	0,013	13,2
3,0	4,85	0,0202	40,3	0,0064	0,013	19,8
2,5	4,87	0,0228	35,4	0,0093	0,013	25,5
2,0	4,80	0,0263	35,5	0,0107	0,015	29,4
1,5	4,89	0,0307	32,4	0,0148	0,015	37,6
1,0	4,90	0,0319	32,2	0,0155	0,016	39,3
0,5	4,89	0,0265	46,2	0,0066	0,021	22,6

Tabela 5.32 – Resultados de ensaios de porosidade. Concentrado remoído final. Finos (<600#) – amostra 11.

Grau de calcinação (% PPC)	Densidade (g/cm ³)	Porosidade				Área superficial - BET (m ² /g)
		Volume total de poros (cm ³ /g)	Diâmetro médio (Å)	Volume dos poros t-method (cm ³ /g)	Volume dos poros BJH (cm ³ /g)	
NC	4,90	0,0150	106,4	-	0,014	5,6
4,0	4,88	0,0180	76,2	-	0,016	9,4
3,5	4,96	0,0196	50,5	0,0035	0,015	15,4
3,0	4,95	0,0248	46,4	0,0056	0,018	21,1
2,5	5,01	0,0281	38,3	0,0100	0,016	29,1
2,0	4,91	0,0314	35,9	0,0126	0,017	34,7
1,5	5,02	0,0344	34,6	0,0147	0,018	39,4
1,0	5,00	0,0409	48,7	0,0082	0,036	33,1
0,5	4,93	0,0287	71,1	0,0012	0,029	15,9

A Figura 5.37 e a Figura 5.38 ilustram a variação do volume de poros em função do grau de calcinação para as amostras de concentrado remoído final tal qual e fina (<600#) da amostra 11, respectivamente.

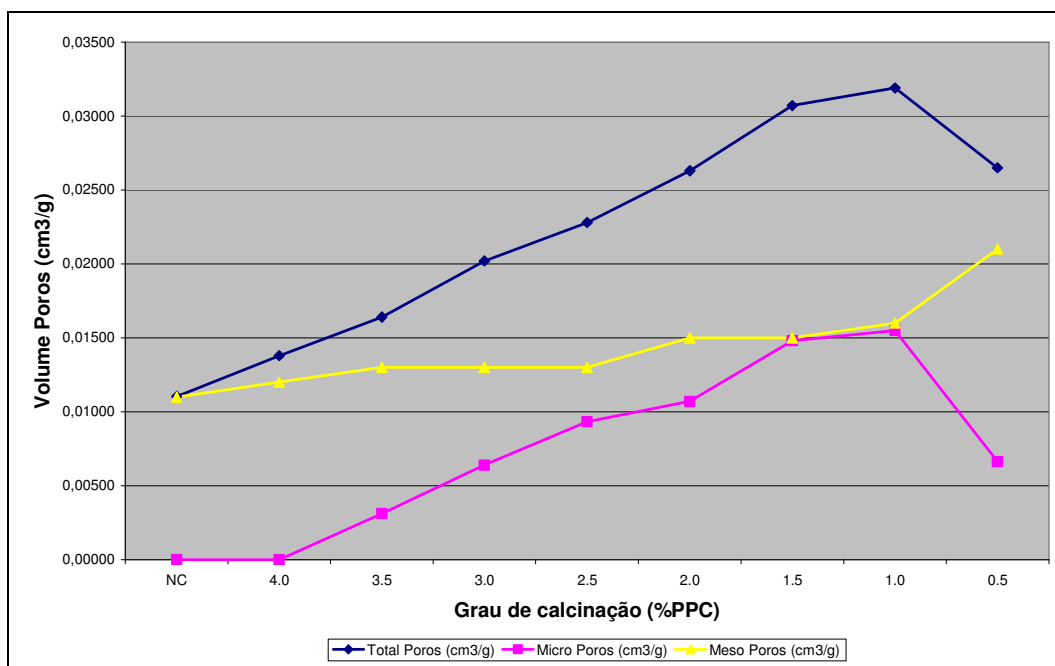


Figura 5.37 – Volume de poros em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final tal qual – amostra 11.

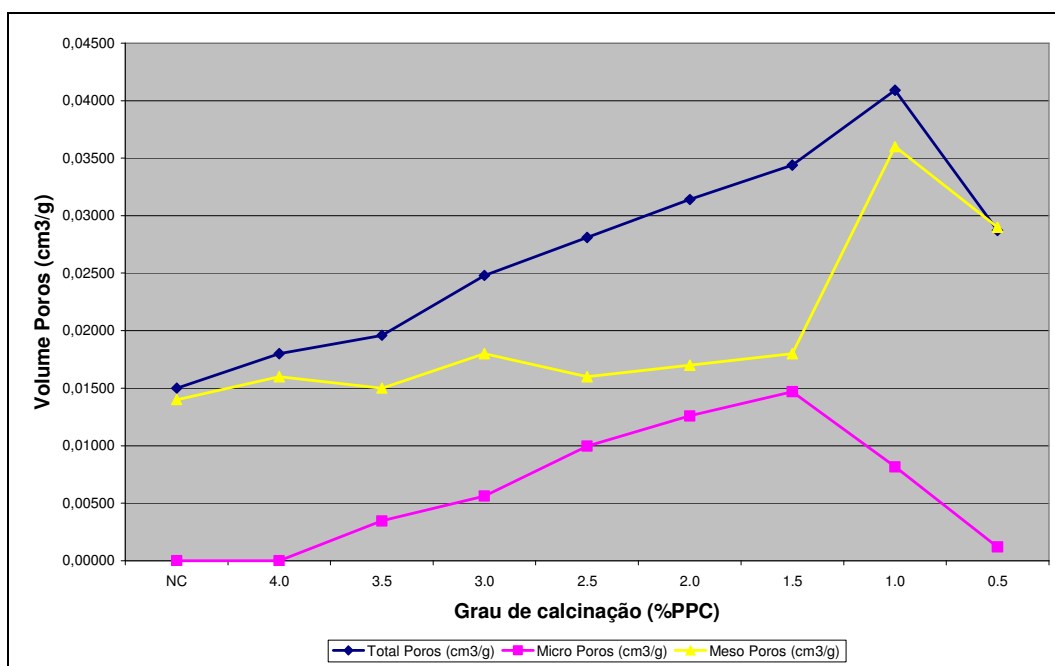


Figura 5.38 – Volume de poros em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final fração fina (<600#) – amostra 11.

A Figura 5.37 e a Figura 5.38 confirmaram o aumento do volume total de poros com o grau de calcinação. A geração de microporos pela desidroxilação da goethita foi o fator de maior contribuição na variação da porosidade.

Foi observada, também, uma grande sensibilidade da porosidade à temperatura máxima alcançada no processo.

Na Figura 5.37, relativa à amostra 11 - concentrado remóido final tal qual, observou-se um aumento da porosidade até o valor de PPC residual de 1,0%. Nessa faixa foi utilizada uma temperatura de 300°C. Para redução adicional do valor de PPC desta amostra foi necessário um aumento da temperatura para 500°C, ocasionando a acumulação dos microporos em mesoporos e a consequente queda da porosidade específica total.

Na Figura 5.38, relativa à amostra 11 – fração fina (<600#) observou-se que a acumulação de microporos em mesoporos se dá em grau de calcinação menor, contudo, ocasionando o mesmo efeito final de queda na porosidade total. De modo diferente da amostra anterior, para a obtenção de valores residuais de PPC de 1,0% foi necessária uma temperatura de 400°C e para PPC de 0,5% uma temperatura de 600°C.

A Figura 5.39 ilustra a queda no diâmetro médio dos poros em função da calcinação, corroborando os comentários anteriores.

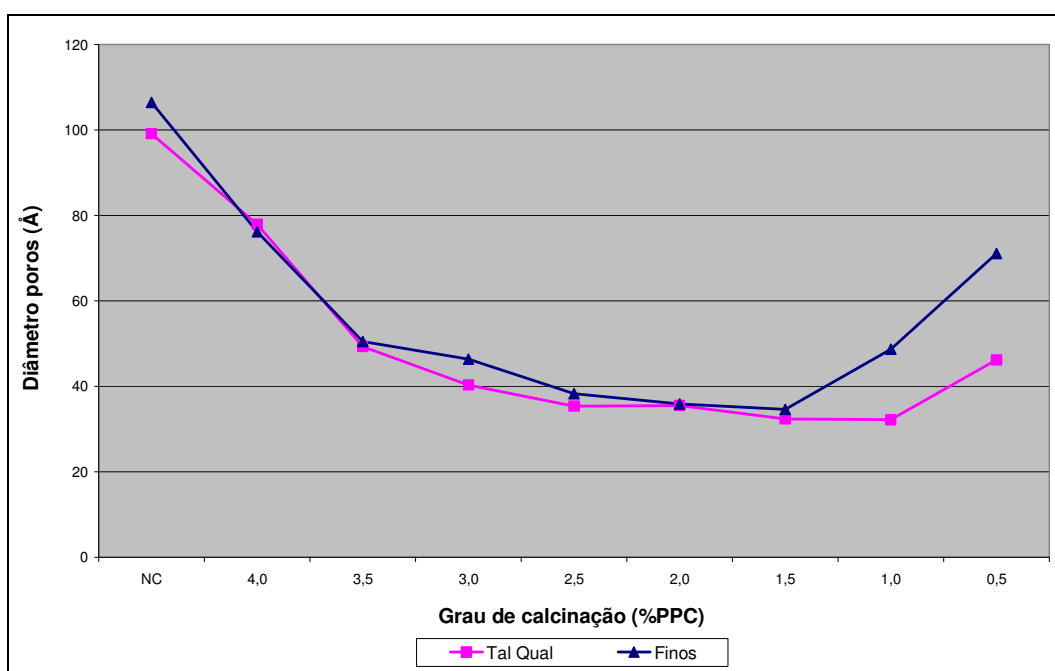


Figura 5.39 – Diâmetro médio dos poros em função do grau de calcinação – amostra 11 concentrado remoído final tal qual e fração fina (<600#).

A Tabela 5.33 apresenta os resultados de difração de raios-X e d_{90} em função do grau de calcinação para a amostra 11 - concentrado remoído final tal qual e fração fina (<600#).

Tabela 5.33 – Difração de raios-X e d_{90} em granulômetro a *laser* em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final tal qual e fração fina (<600#) – amostra 11.

Grau de calcinação (% PPC)		Mineralogia (%)				$d_{90}(\mu\text{m})$
		Hematita	Goethita	Quartzo	Magnetita	
Tal qual	NC	46,0	53,0	1,0	<1	53,3
	4,0	52,0	46,0	<1	2,0	55,5
	3,5	59,0	39,0	1,0	1,0	54,1
	3,0	64,0	34,0	1,0	1,0	56,2
	2,5	70,0	28,0	<1	2,0	55,4
	2,0	77,0	21,0	1,0	1,0	55,2
	1,5	87,0	10,0	1,0	2,0	52,6
	1,0	99,0	0,0	1,0	<1	55,2
	0,5	98,0	0,0	2,0	<1	56,0
Fino - 600#	NC	49,0	50,0	<1	1,0	27,8
	4,0	52,0	47,0	<1	1,0	27,8
	3,5	59,0	39,0	1,0	1,0	27,5
	3,0	65,0	33,0	1,0	1,0	27,4
	2,5	70,0	28,0	<1	2,0	27,4
	2,0	80,0	18,0	<1	2,0	27,2
	1,5	86,0	12,0	1,0	1,0	27,1
	1,0	98,0	-	1,0	1,0	27,0
	0,5	99,0	-	1,0	-	27,2

A Figura 5.40 e a Figura 5.41 ilustram as proporções de goethita e hematita em função do grau de calcinação, para amostras de concentrado remoído final tal qual e concentrado remoído final fração fina (<600#) da amostra 11.

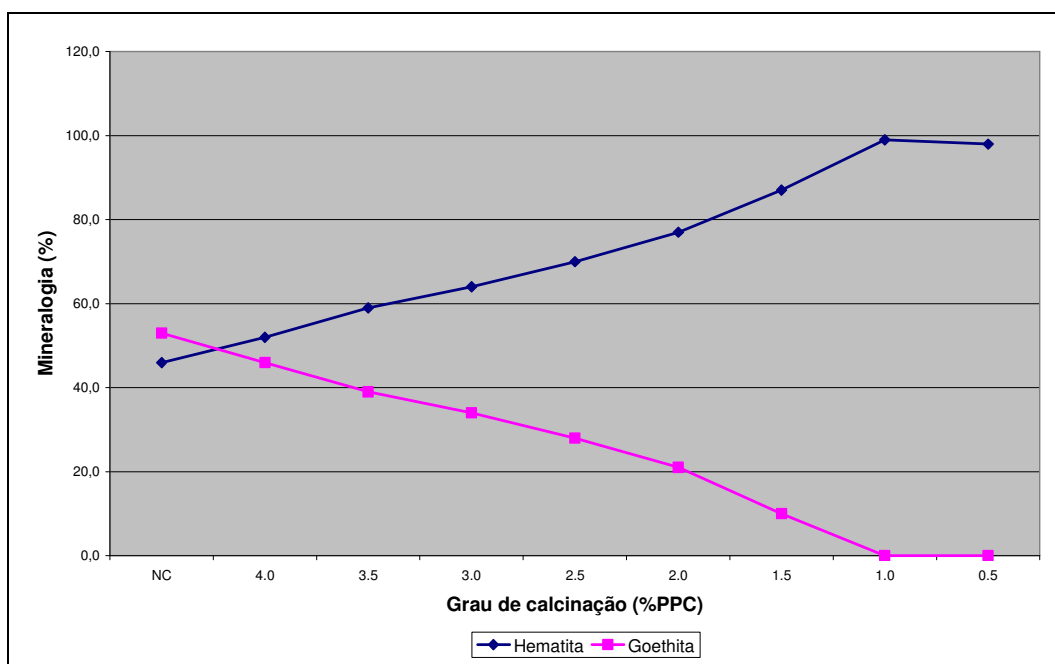


Figura 5.40 – Proporções de goethita e hematita em função do grau de calcinação. Concentrado remoído final tal qual – amostra 11.

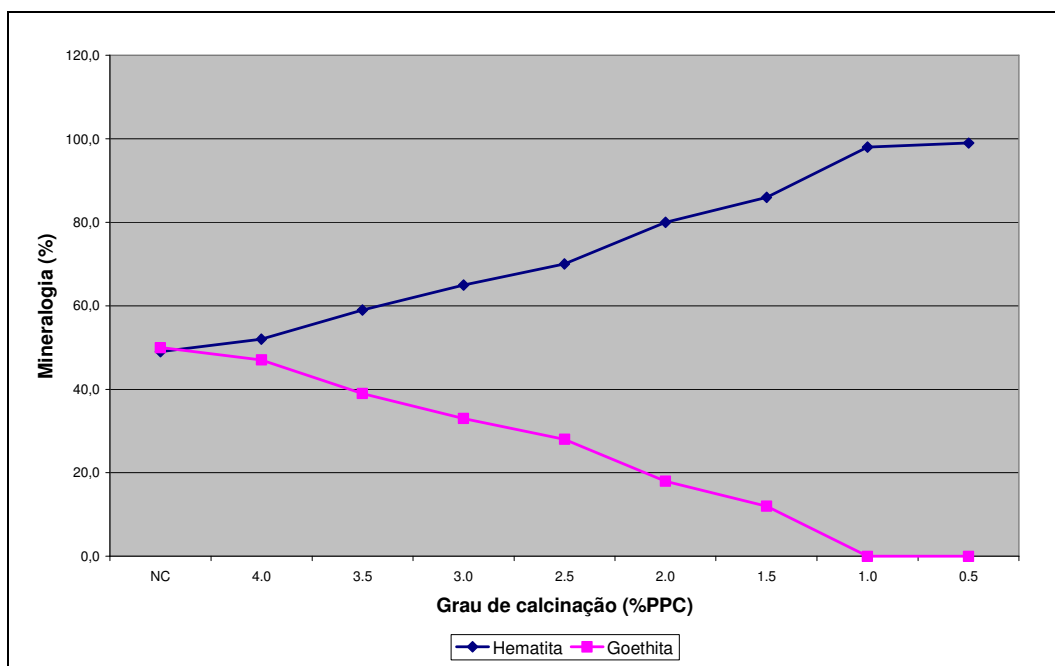


Figura 5.41 – Proporções de goethita e hematita em função do grau de calcinação.

Concentrado remoído final fração fina (<600#) – amostra 11.

A Tabela 5.34 apresenta um resumo dos estudos de porosidade para as amostras de interesse deste estudo.

Tabela 5.34 – Resumo dos estudos de porosidade.

Amostra	Condição	Volume tota de poros (cm ³ /g)	Proporção relativa de poros	Relação goethita/hematita
10	tal qual - não calcinada (PPC - 2,89%) Referência	0,0074	1,0	23/75
11	tal qual - não calcinada (PPC - 4,45%)	0,0114	1,5	53/46
11	fração grossa (>600#) não calcinada (PPC - 4,06%)	0,0069	0,9	49/48
11	fração fina (<600#) não calcinada (PPC - 5,59%)	0,0150	2	50/49
11	tal qual - calcinada (PPC - 2,50%)	0,0228	3,1	28/70
11	fração fina (<600#) calcinada (PPC - 1,20%)	0,0409	5,5	12/86
11	Mistura grossas + finos calcinados (PPC - 2,50%)	0,0232	3,1	31/66

Com a análise da Tabela 5.34 as seguintes observações foram apontadas:

- a amostra 11 de concentrado remoído final tal qual com valores de PPC de 4,45%, possui porosidade 1,5 vezes maior que a amostra referência de PPC normal;
- a amostra 11 de concentrado remoído final tal qual com valores de PPC de 4,45%, possui proporção de goethita/hematita equilibrada, enquanto na amostra referência a proporção de hematita é cerca três vezes maior;
- a amostra 11 de concentrado remoído final tal qual com valores de PPC de 4,45%, quando calcinada para valor de PPC residual de 2,5%, terá uma porosidade cerca de três vezes a da amostra referência e uma relação goethita/hematita aproximada da amostra referência;
- a amostra 11 de concentrado remoído final, fração fina (<600#), quando calcinada para valor residual de PPC de 1,2% terá uma porosidade cerca de 5,5 vezes maior que a da amostra referência e uma relação goethita/hematita muito diferente, com uma pequena proporção de goethita;
- a mistura de grossos e finos calcinados, com valor global de 2,50% de PPC, terá características de porosidade e proporção de goethita/hematita similares às da amostra 11 calcinada para valor de 2,50% de PPC.

5.2.4.2 Carga de superfície em materiais calcinados

Medições de potencial zeta em função do pH foram realizadas para os finos de ciclonação da amostra 11, em diferentes graus de calcinação. Esses estudos visaram avaliar a influência do grau de calcinação na carga superficial e o efeito do pH para os diferentes materiais estudados, buscando subsidiar os estudos posteriores de aglomeração.

Foram realizadas medições de potencial zeta na faixa de pH de 4,0 a 11,0 para fins de ciclonação da amostra 11 nas seguintes condições:

- amostras calcinadas a diferentes graus de calcinação com ajustes de pH por meio da adição de HCl ou NaOH, incluindo o valor de pH natural em água destilada em torno de 5,7;

- amostra com adição de cal antes da calcinação, simulando processo do mineroduto. Uma polpa do concentrado original teve seu pH ajustado para o valor 9,5 com NaOH e em seguida para 11,0 com leite de cal. O material foi filtrado e disponibilizado para calcinações e posteriores medições de potencial zeta com ajustes de pH por meio de adição de HCl e NaOH;
- amostra com adição de cal antes da calcinação, simulando processo do mineroduto, com ensaios de potencial zeta nas condições não calcinada e calcinada para valor de PPC de 1,0%, em diferentes valores de pH ajustados com cal, incluindo o valor de pH natural em água destilada em torno de 5,7.

A Tabela 5.35 e a Figura 5.42 apresentam um resumo dos resultados obtidos de potencial zeta em função do pH para os diferentes níveis de calcinação da amostra 11, sem adição de cal e ajuste de pH com NaOH.

Tabela 5.35 – Resumo dos resultados de medição de potencial zeta. Finos de ciclonagem sem adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.

Amostra	pH médio	Número de partículas	PZ (mV)	Desvio padrão
finos de ciclonagem não calcinados	3,93	20	36,41	2,16
	5,00	10	12,52	2,42
	5,64	20	14,24	2,73
	7,94	10	-9,82	3,48
	9,20	30	-25,10	4,16
	9,91	20	-22,20	2,20
	11,17	20	-27,00	3,23
finos de ciclonagem calcinados PPC 4,0%	3,90	20	33,64	2,02
	5,12	21	18,89	2,95
	5,66	20	20,55	3,27
	7,90	9	-9,46	3,48
	9,20	20	-25,10	3,61
	9,83	20	-23,20	3,81
	11,24	20	-30,80	3,62
finos de ciclonagem calcinados PPC 3,0%	3,92	30	44,79	2,67
	5,04	10	18,81	2,67
	5,76	20	16,23	2,78
	7,94	7	-9,06	3,87
	9,05	20	-27,00	4,53
	9,93	20	-25,20	3,36
	11,26	31	-30,00	3,80
finos de ciclonagem calcinados PPC 2,5%	4,01	19	40,96	2,67
	5,05	30	19,04	4,91
	5,73	20	20,67	2,55
	7,95	10	-8,26	2,09
	9,07	20	-23,40	2,53
	9,83	20	-26,70	3,91
	11,14	20	-31,00	3,37
finos de ciclonagem calcinados PPC 2,0%	3,97	30	42,92	2,53
	5,26	20	19,17	2,84
	5,72	20	17,53	4,47
	7,90	3	-5,62	0,67
	9,20	20	-24,80	3,70
	9,90	20	-25,40	4,28
	11,16	20	-28,50	4,09
finos de ciclonagem calcinados PPC 1,0%	3,97	20	42,47	2,28
	4,92	20	21,75	5,00
	5,72	20	18,84	3,20
	7,93	10	-7,18	1,27
	9,20	22	-29,20	4,28
	9,90	21	-27,30	3,49
	11,14	20	-33,40	2,92

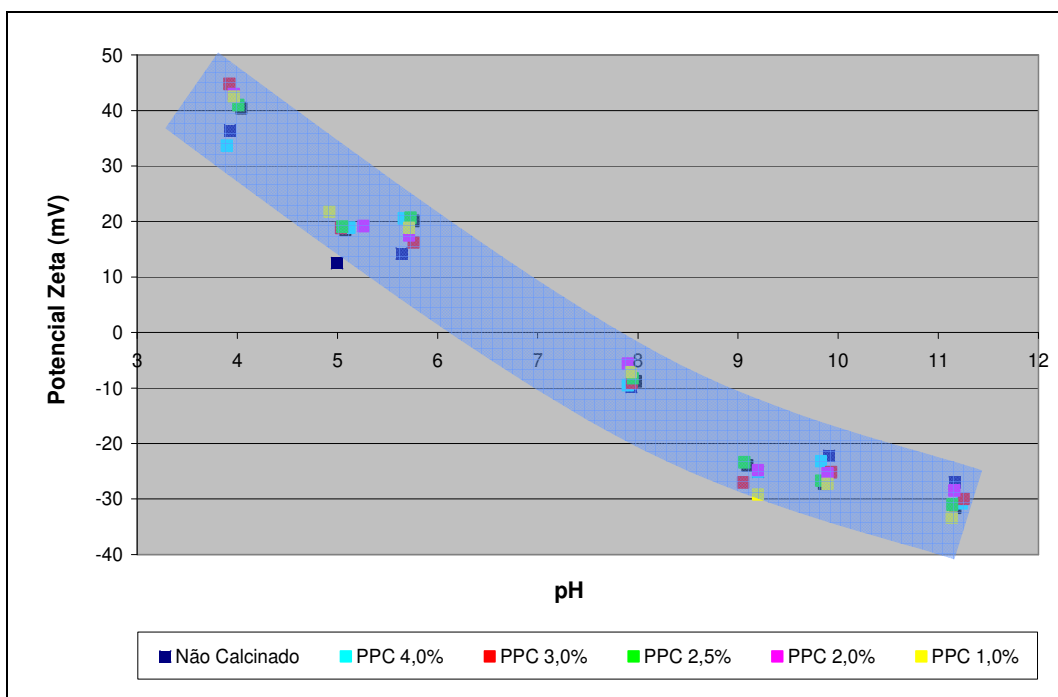


Figura 5.42 – Potencial zeta para diferentes níveis de calcinação em função do pH. Finos de ciclonagem sem adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.

A Figura 5.43 ilustra as curvas de potencial zeta em função do pH para os limites dos graus de calcinação estudados (não calcinado e calcinado para valor de PPC residual de 1,0%).

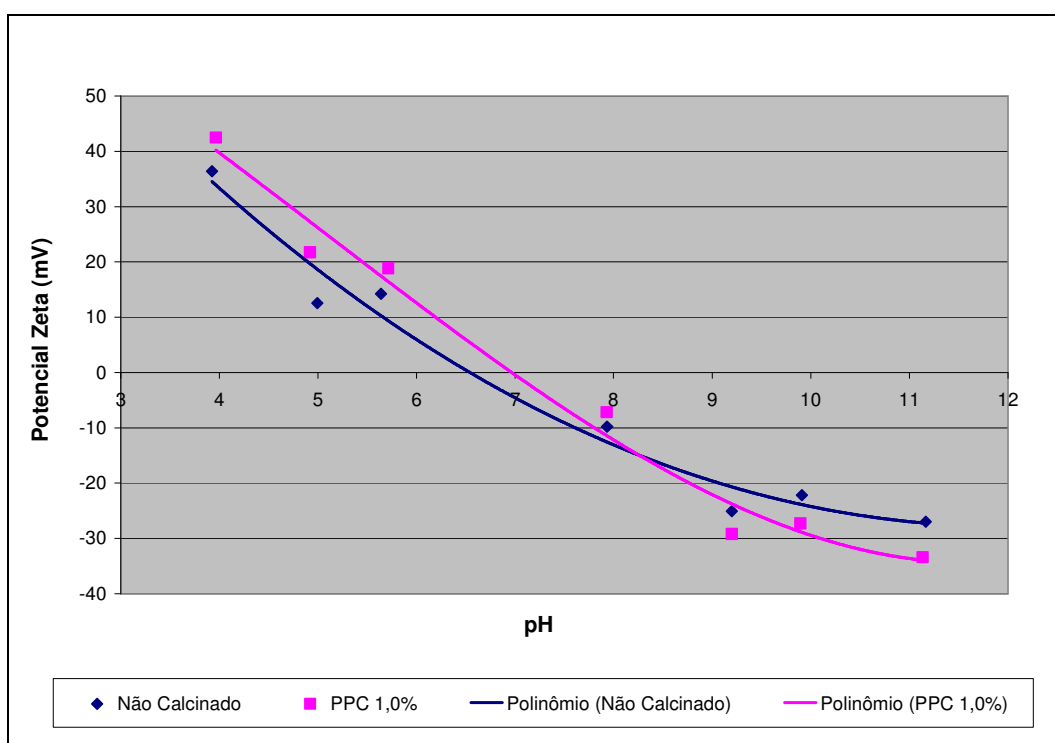


Figura 5.43 – Potencial zeta em função do pH para os limites dos graus de calcinação estudados (não calcinado e calcinado para valor residual de PPC de 1,0%). Finos de ciclonação sem adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.

De modo geral, os valores de potencial zeta se apresentaram próximos se comparados aos diferentes graus de calcinação. Verificou-se, contudo, que, nos limites dos graus de calcinação estudados, o material calcinado a PPC 1,0% apresentou valores absolutos de potencial zeta acima do material não calcinado em toda faixa de pH. Esse fato observado sugere que o aumento do grau de calcinação e, conseqüentemente, o aumento da porosidade permite uma maior exposição de sítios superficiais para adsorção de determinadores de potencial, nas situações de ajuste de pH com NaOH.

Considerando as curvas apresentadas na Figura 5.43, verificou-se que o ponto isoelétrico (PIE) variou na faixa de 6,5 a 7,0.

A Tabela 5.36 e a Figura 5.44 apresentam um resumo dos resultados obtidos de potencial zeta em função do pH para os diferentes níveis de calcinação da amostra 11, com adição de cal no *pellet feed* antes da calcinação e ajuste do pH com NaOH.

Tabela 5.36 – Resumo dos resultados de medição de potencial zeta. Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.

Amostra	pH médio	Número de partículas	PZ (mV)	Desvio padrão
finos de ciclonagem não calcinados (com adição de cal)	4,11	20	18,78	4,03
	5,28	20	9,35	5,12
	5,91	20	7,66	2,55
	8,17	20	-12,10	2,42
	9,08	20	-16,50	4,72
	9,95	20	-17,70	3,81
	10,99	20	-19,20	3,95
finos de ciclonagem (com adição de cal) calcinados PPC 1,0%	4,12	20	26,67	4,87
	5,18	20	9,40	2,55
	5,90	20	10,94	2,81
	8,14	20	-10,30	2,70
	9,09	20	-16,40	2,79
	9,98	20	-17,70	3,84
	10,95	20	-19,00	3,84

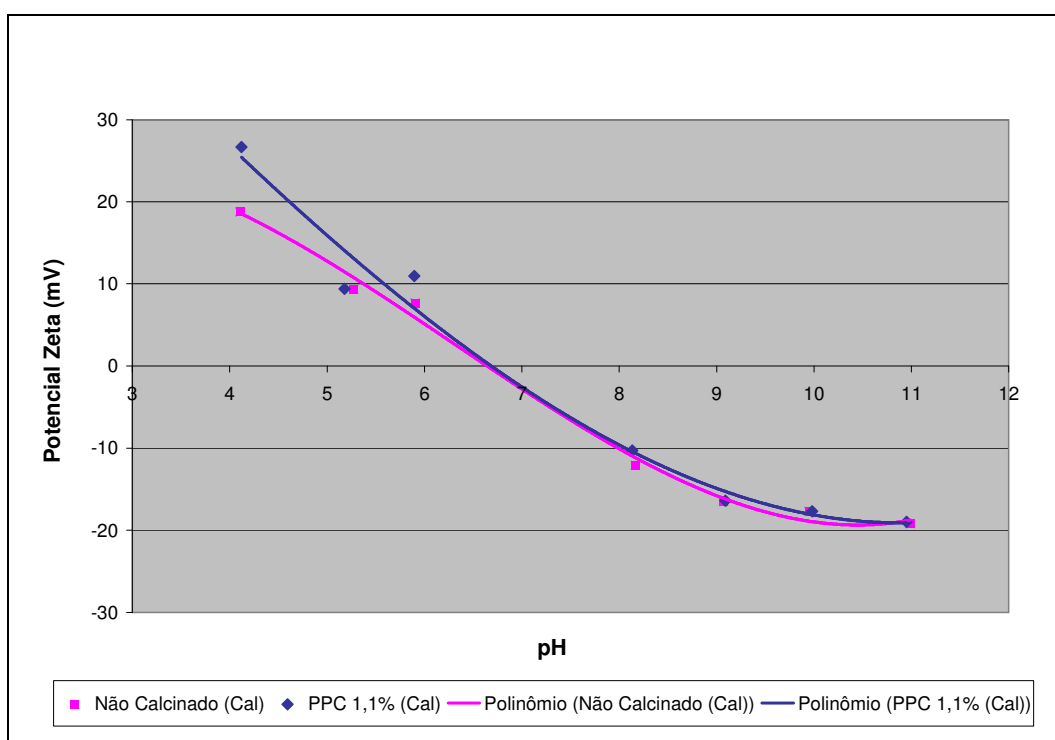


Figura 5.44 – Potencial zeta em função do pH. Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com NaOH – amostra 11.

A comparação dos resultados apresentados na Figura 5.43 e Figura 5.44 indicou que a adição de cal na amostra original causou um decréscimo nos valores absolutos de potencial zeta em toda a faixa de pH estudada. Os valores de PIE não sofreram alteração significativa.

A Figura 5.45, que apresenta o diagrama de composição de espécies para a dissociação da cal, auxilia no entendimento do efeito mencionado anteriormente, principalmente, pela presença do hidroxio-complexo CaOH^+ nas faixas alcalinas de pH de interesse desse trabalho. A ligação do hidroxio-complexo com a superfície hidroxilada das partículas ocorre por meio de pontes de hidrogênio.

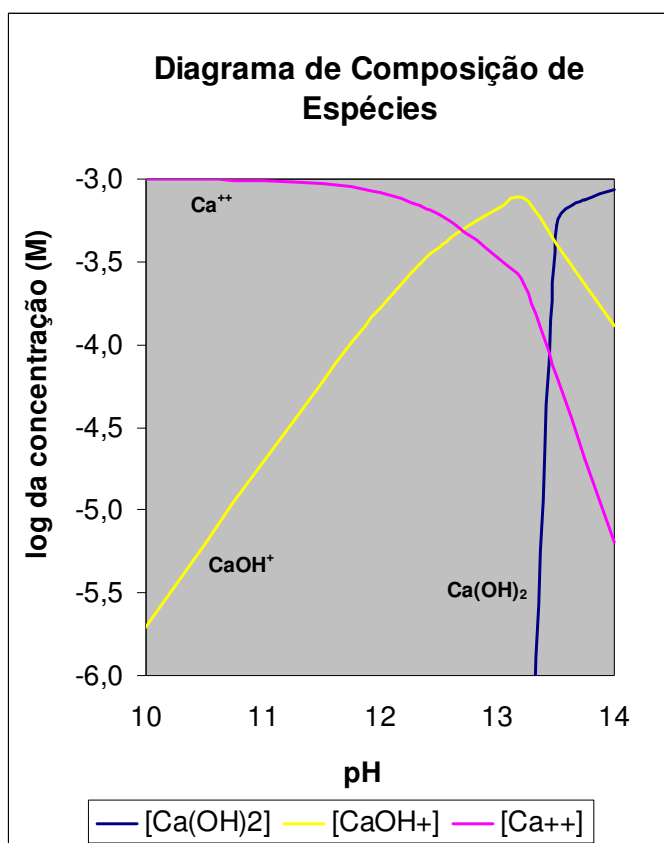


Figura 5.45 – Diagrama de composições de espécies para a dissociação da cal em função do pH para concentração molar de 10^{-3}M .

A Tabela 5.37 e a Figura 5.46 apresentam um resumo dos resultados obtidos em ensaios de potencial zeta em função do pH (ajustes com cal) para diferentes níveis de calcinação da amostra 11. Foi realizada a adição de cal na amostra original antes da calcinação.

Tabela 5.37 – Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com cal – amostra 11.

Amostra	pH médio	Número de partículas	PZ (mV)	Desvio padrão
finos de ciclonagem não calcinados (ajuste de pH com cal)	4,11	20	18,78	4,03
	5,91	20	14,24	2,73
	8,17	20	-13,70	3,84
	9,08	20	-14,20	2,91
	9,95	20	-10,40	1,88
	10,99	20	15,70	4,91
finos de ciclonagem calcinados PPC 1,0% (ajuste de pH com cal)	4,12	20	26,67	4,87
	5,90	20	18,84	3,20
	8,14	20	-10,00	2,19
	9,09	20	-14,20	2,64
	9,98	20	-8,24	1,62
	10,95	20	12,65	3,45

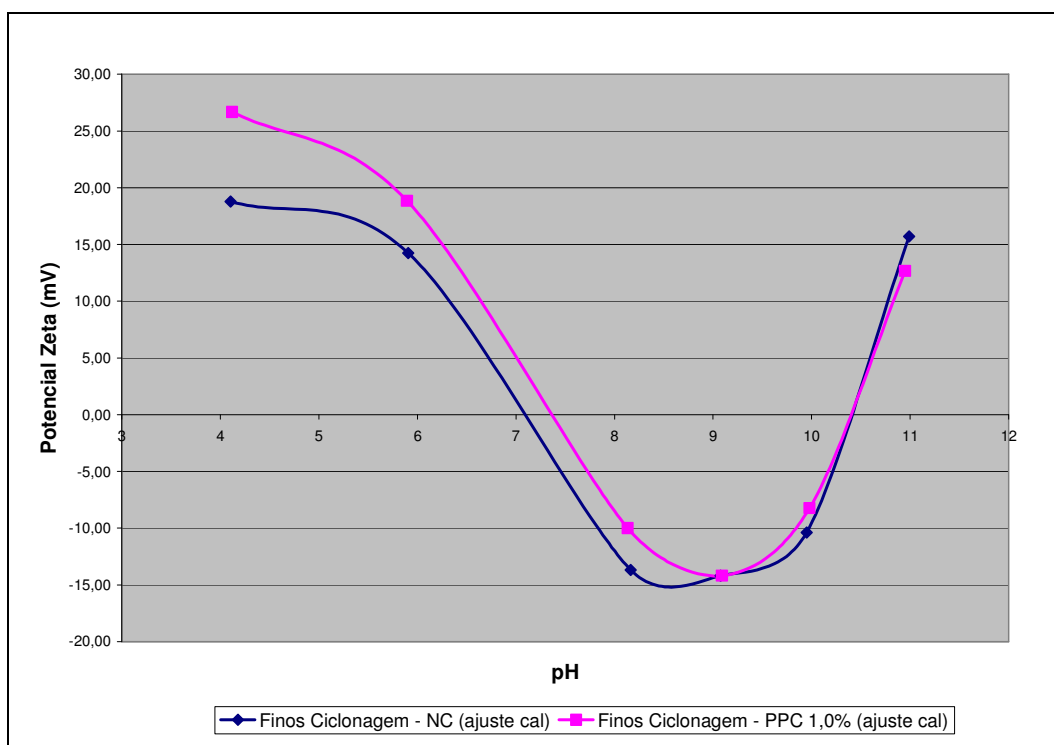


Figura 5.46 – Potencial zeta em função do pH. Finos de ciclonagem com adição de cal na amostra original e ajuste de pH com cal – amostra 11.

Os resultados apresentados na Figura 5.46 ilustram a variação do potencial zeta em situação de eventual controle de pH por meio da adição de cal. Os resultados indicaram

uma redução adicional dos valores absolutos de potencial zeta na faixa alcalina e sua reversão para valores positivos acima de pH 10,5.

Desse modo, as seguintes observações são relevantes para o presente estudo, com relação aos resultados obtidos nos estudos de potencial zeta:

- a adição de cal no mineroduto tem como resultado uma condição geral de baixa repulsão eletrostática e coagulação em pH próximo a 10,5;
- com a filtragem do concentrado remoído e eventual ajuste de umidade com água de processo, com pH mais baixo, deve ocorrer uma ligeira alteração no sistema;
- a indicação ideal para o pelotamento seria possibilitar aos sistemas uma condição de maior polaridade visando uma maior molhabilidade das partículas, que poderia ser obtida com a adição de NaOH para ajuste do filme de água para valores de pH acima de 9,0;
- em rota alternativa, com a utilização de calcinação, a possibilidade de ajuste de pH, naturalmente ocorreria devido à necessidade de ajuste da umidade da mistura. Assim, mesmo para elevado grau de calcinação, as superfícies das partículas de concentrado poderiam apresentar características mais adequadas de molhabilidade, caso garantido o filme de água com pH acima de 9,0.

5.2.4.3 Grau de dispersão em materiais calcinados

A Tabela 5.38 apresenta um resumo dos resultados de ensaios em tubo de dispersão, realizados com concentrado remoído final e finos de cicloneamento da amostra 11, após calcinação a diferentes níveis de PPC. Os ensaios foram realizados em diferentes valores de pH, ajustados com NaOH, visando verificar sua influência na dispersão dos produtos calcinados.

O estudo buscou identificar tendências significativas de variação, não se detendo, desse modo, na identificação precisa de nuances detalhadas dos efeitos e resultados dos ensaios. O levantamento de dados foi realizado em um conjunto de diferentes condições, sem muito adensamento de pontos, mas com algumas repetições em casos específicos.

Tabela 5.38 – Resultados de ensaios de dispersão em função do pH. Concentrado remoído final e finos de cicloneagem após calcinação a diferentes níveis de PPC – amostra 11.

Condição teste	Concentrado remoído final			Finos de cicloneagem	
	pH	Índice dispersão (%)	Incremento dispersão	Índice dispersão (%)	Incremento dispersão
concentrado não calcinado PPC 4,45%	7,00	26,33	1,00	28,93	1,00
	8,00	20,64	0,78	39,94	1,38
	9,00	30,51	1,16	42,29	1,46
	10,00	29,00	1,10	64,53	2,23
	11,00	29,01	1,10	53,80	1,86
	12,00	33,57	1,28	69,90	2,42
concentrado calcinado PPC 4,0%	7,00	32,88	1,00	26,67	1,00
	8,00	26,48	0,81	45,55	1,71
	9,00	19,63	0,60	36,39	1,36
	10,00	25,51	0,78	60,13	2,25
	11,00	29,25	0,89	75,41	2,83
	12,00	41,42	1,26	70,01	2,63
concentrado calcinado PPC 3,5%	7,00	26,09	1,00	42,24	1,00
	8,00	28,01	1,07	27,18	0,64
	9,00	23,11	0,89	40,11	0,95
	10,00	40,28	1,54	35,12	0,83
	11,00	40,36	1,55	53,31	1,26
	12,00	39,30	1,51	76,63	1,81
concentrado calcinado PPC 3,0%	7,00	26,44	1,00	40,21	1,00
	8,00	30,96	1,17	29,15	0,72
	9,00	24,19	0,92	32,01	0,80
	10,00	27,88	1,05	24,75	0,62
	11,00	33,83	1,28	55,69	1,38
	12,00	45,63	1,73	86,90	2,16
concentrado calcinado PPC 2,5%	7,00	27,50	1,00	27,61	1,00
	8,00	28,47	1,04	27,86	1,01
	9,00	29,00	1,05	26,81	0,97
	10,00	35,92	1,31	52,63	1,91
	11,00	40,20	1,46	71,30	2,58
	12,00	37,86	1,38	82,84	3,00
concentrado calcinado PPC 2,0%	7,00	22,28	1,00	21,59	1,00
	8,00	18,86	0,85	19,28	0,89
	9,00	26,12	1,17	20,45	0,95
	10,00	37,92	1,70	50,19	2,33
	11,00	36,88	1,66	83,28	3,86
	12,00	43,33	1,94	78,24	3,62
concentrado calcinado PPC 1,5%	7,00	16,07	1,00	26,70	1,00
	8,00	18,11	1,13	22,50	0,84
	9,00	25,66	1,60	25,39	0,95
	10,00	31,53	1,96	60,18	2,25
	11,00	33,26	2,07	62,56	2,34
	12,00	39,63	2,47	73,93	2,77
concentrado calcinado PPC 1,0%	7,00	19,22	1,00	29,24	1,00
	8,00	18,78	0,98	24,83	0,85
	9,00	18,52	0,96	22,46	0,77
	10,00	29,87	1,55	44,51	1,52
	11,00	40,40	2,10	80,53	2,75
	12,00	41,63	2,17	76,08	2,60
concentrado calcinado PPC 0,5%	7,00	22,61	1,00	40,40	1,00
	8,00	12,18	0,54	22,63	0,56
	9,00	26,08	1,15	39,89	0,99
	10,00	31,14	1,38	42,91	1,06
	11,00	38,45	1,70	77,33	1,91
	12,00	41,55	1,84	75,30	1,86
calcinação média a diferentes níveis	7,00	24,38	1,00	31,51	1,00
	8,00	22,50	0,93	28,77	0,96
	9,00	24,76	1,06	31,76	1,02
	10,00	32,12	1,38	48,33	1,67
	11,00	35,74	1,53	68,13	2,31
	12,00	40,44	1,73	76,65	2,54

O incremento de dispersão apresentado anteriormente foi considerado, para cada grau de calcinação, como sendo a relação entre o valor do índice de dispersão em determinado pH e o valor do índice de dispersão em pH 7,0.

A Figura 5.47 e a Figura 5.48 apresentam os resultados dos índices de dispersão em função do nível de calcinação, para diferentes valores de pH, para o concentrado tal qual e finos de ciclonagem da amostra 11, respectivamente.

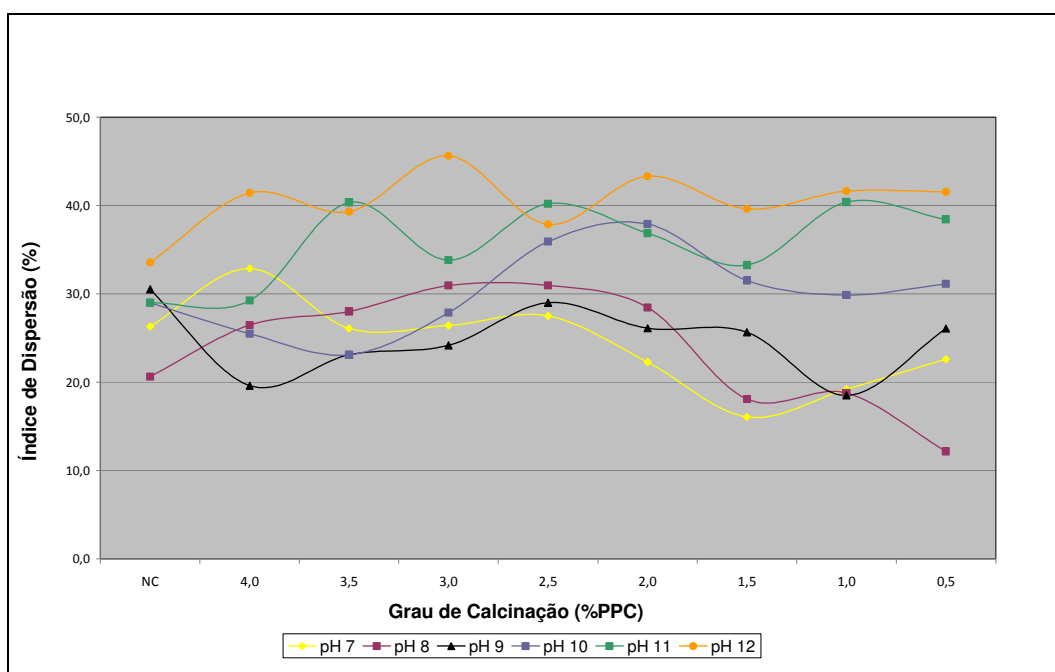


Figura 5.47 – Índices de dispersão em função do grau de calcinação para diferentes valores de pH. Concentrado tal qual – amostra 11.

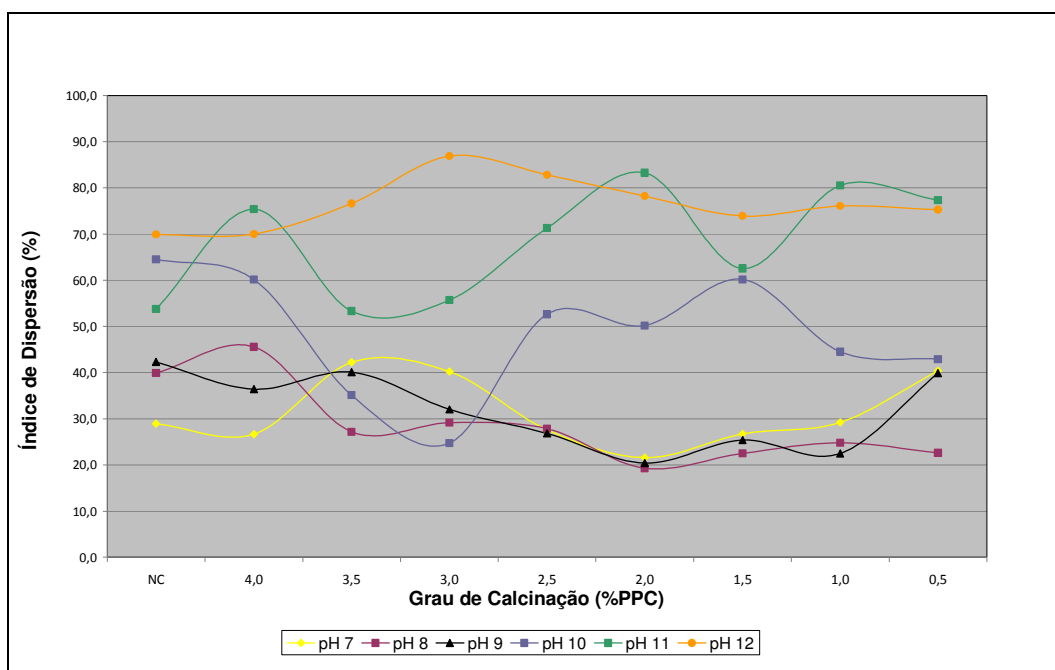


Figura 5.48 – Índices de dispersão em função do grau de calcinação para diferentes valores de pH. Finos de ciclonagem – amostra 11.

Não foram observadas, em ambas as amostras estudadas, tendências de redução do índice de dispersão com o aumento do grau de calcinação. Devido às diferenças nas distribuições granulométricas, os índices de dispersão observados para os finos de ciclonagem se apresentaram em patamar mais elevado, em comparação com os valores da amostra tal qual.

A Figura 5.49 e a Figura 5.50 apresentam os resultados de índice de dispersão em função do pH, em diferentes graus de calcinação, para o concentrado tal qual e finos de ciclonagem da amostra 11, respectivamente.

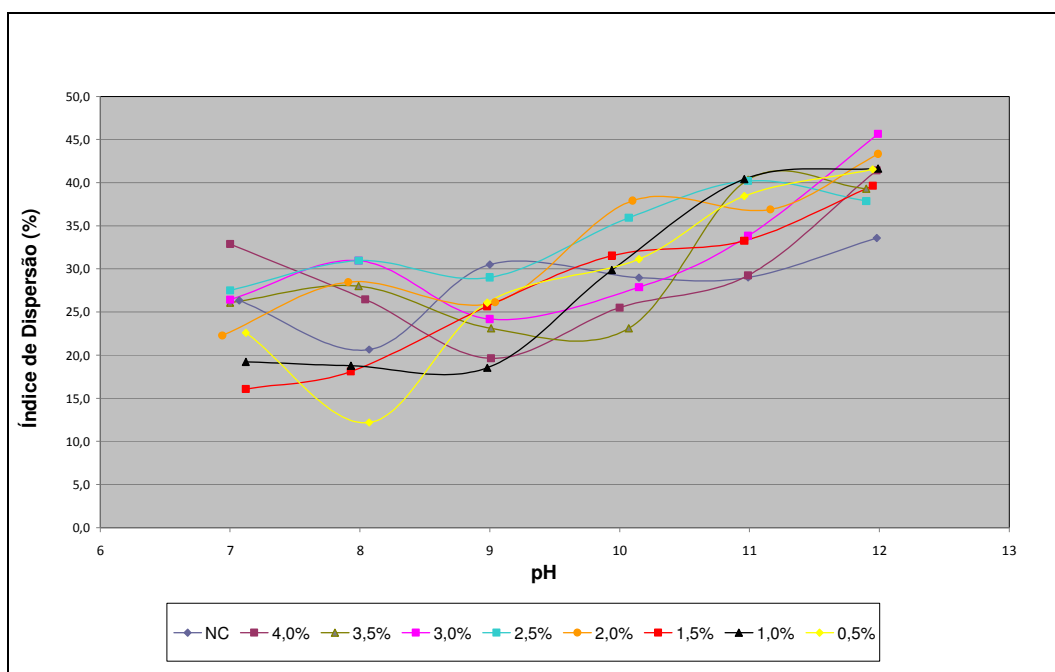


Figura 5.49 – Índices de dispersão em função do pH para diferentes graus de calcinação.
Concentrado tal qual – amostra 11.

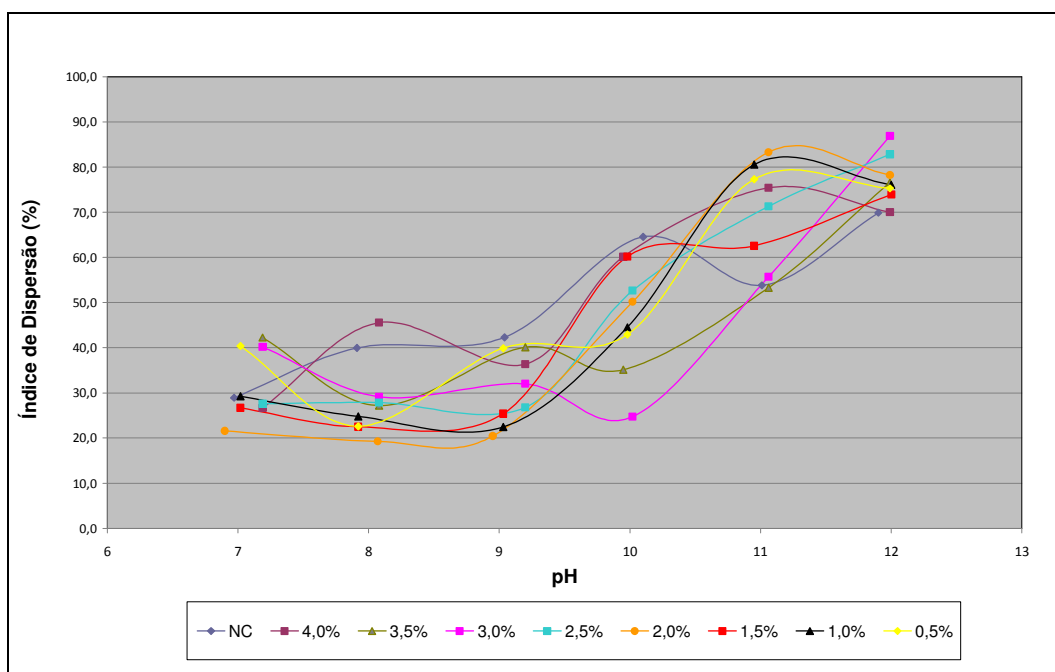


Figura 5.50 – Índices de dispersão em função do pH para diferentes graus de calcinação.
Finos de ciclone – amostra 11.

A partir da análise das curvas obtidas foram observadas tendências de elevação dos índices de dispersão com o aumento do pH, em ambas as amostras estudadas.

A Figura 5.51 ilustra, de outra forma, o efeito do pH na elevação do índice de dispersão das amostras calcinadas de concentrado remoído final e finos de ciclonagem, onde se verificou a variação do incremento médio de dispersão em função do pH.

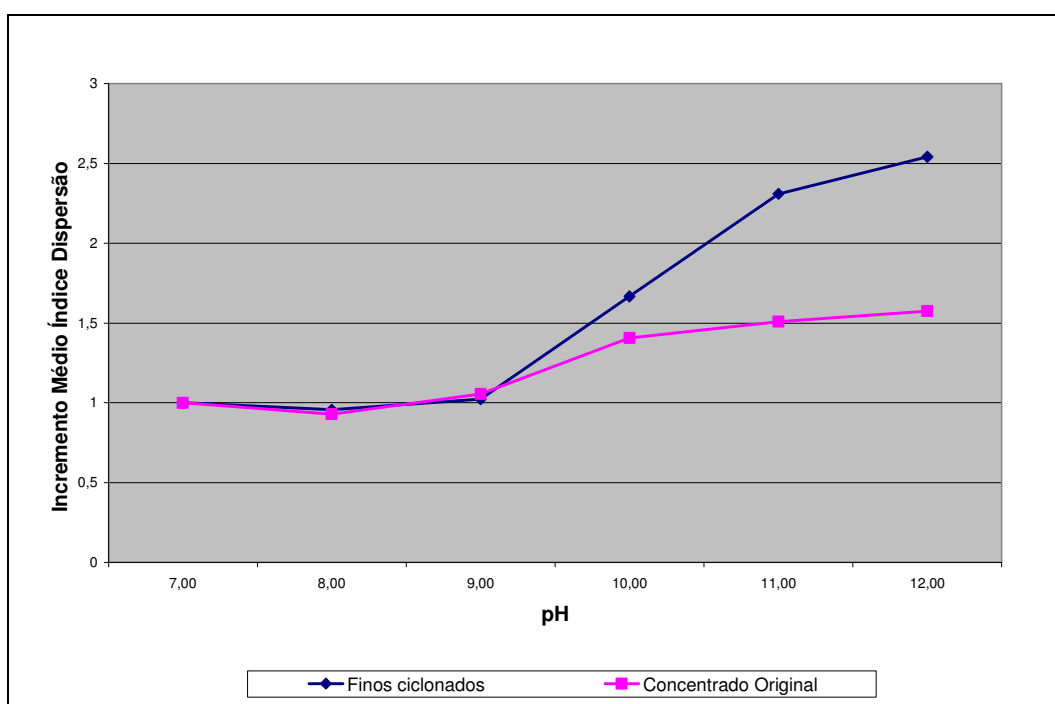


Figura 5.51 – Efeito do pH na elevação do índice de dispersão das amostras calcinadas de concentrado e finos de ciclonagem. Incremento médio do índice de dispersão – amostra 11.

Os finos de ciclonagem, devido à sua distribuição granulométrica, apresentam variação do índice de dispersão em faixa mais ampla, atingindo maiores valores absolutos e, conseqüentemente, maiores incrementos relativos, se comparados com aqueles da amostra de concentrado remoído final tal qual.

Foram confirmados os resultados obtidos nos estudos de potencial zeta, com forte tendência de elevação dos índices de dispersão a partir de valores de pH 9,0 e da potencialidade do pH atuar como variável importante na garantia da molhabilidade

adequada das superfícies de *pellet feed* calcinado. Este aspecto foi considerado nos ensaios de pelotamento, conforme apresentado a seguir.

5.2.4.4 Absorção de água em materiais calcinados

Devido ao significativo aumento da porosidade com a elevação do grau de calcinação das amostras estudadas, buscou-se caracterizar o impacto desse aspecto na absorção de água pelas amostras e consequente disponibilização de filme de água livre para atuar no processo de aglomeração.

Para esse objetivo, foi utilizada uma metodologia de medição da variação do peso específico aparente da amostra com diferentes níveis de adição de água, ou seja, com sua umidade. Foram realizados ensaios para as seguintes amostras:

- amostra representativa de *pellet feed* em condição atual de operação industrial - amostra 10 com valor de PPC de 2,89%;
- concentrado tal qual - amostra 11 com valor de PPC de 4,45%;
- concentrado tal qual calcinado para valor de PPC de 2,50% - amostra 11;
- finos de ciclonagem calcinados para valor de PPC de 1,20% - amostra 11.

A Figura 5.52 ilustra os resultados obtidos em um gráfico de peso específico aparente (g/cm^3) em função do percentual de umidade da amostra.

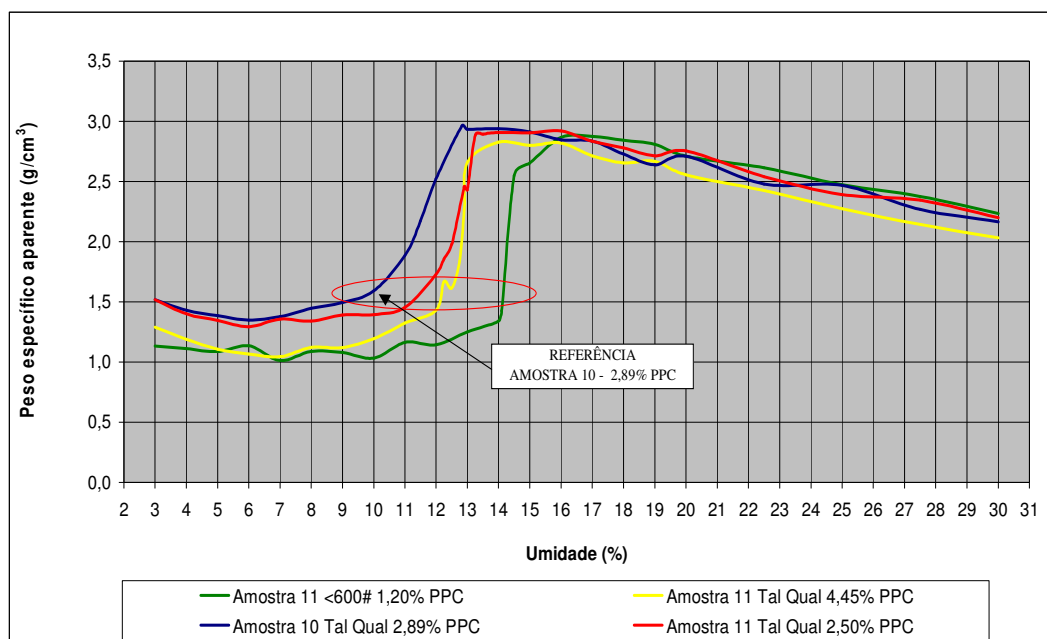


Figura 5.52 – Caracterização da absorção de água em amostras de *pellet feed* sem e com calcinação.

O aspecto geral das curvas apresentou três partes distintas bem individualizadas e refletindo diferentes fenômenos:

- parte 1: trecho mais à esquerda, de peso específico decrescente com o aumento da umidade, ilustrando absorção de água com aumento de volume. Interpreta-se este fenômeno como água adsorvida na dupla camada elétrica com força de adsorção maior que o efeito de capilaridade dos poros existentes;
- parte 2: trecho intermediário, de peso específico crescente com o aumento da umidade, ilustrando a absorção de água nos poros existentes, ou seja, aumento da adição de água no sistema e consequente aumento de massa total, sem aumento de volume;
- parte 3: trecho mais à direita, de peso específico decrescente com o aumento de umidade, ilustrando o preenchimento completo dos poros e aumento de água livre no sistema.

Verificou-se que o completo enchimento dos poros pela água ocorreu em umidades mais elevadas para as amostras com maior porosidade (calcinadas e de PPC mais alto),

indicando a necessidade de maior umidade no processo de pelotamento para uma aglomeração adequada.

Esta umidade teórica de enchimento dos poros, se considerada de forma absoluta, se apresentou significativamente acima da prática industrial usual do pelotamento, a qual se situa em torno de 10,0%, indicando a necessidade de calibração do método para utilização prática. Os valores máximos observados na faixa de umidade de 13 a 16% indicaram os pontos onde ocorreu, teoricamente, o completo enchimento dos poros com água.

Contudo, conforme assinalado nas curvas da Figura 5.52 verificou-se que:

- a amostra referência (amostra 10 com 2,89% PPC), necessitou de uma umidade de 10% para uma boa condição de pelotamento, conforme ensaios anteriormente realizados. Nessa faixa de umidade foi observada uma forte mudança na inclinação da curva, indicando efetivo enchimento de poros a partir deste ponto;
- considerando esse ponto como referência, as demais curvas se deslocaram para a direita, sugerindo necessidade de umidades maiores para atingir o mesmo patamar de enchimento de poros. Esse foi um critério de calibração utilizado no apoio à definição da umidade inicial nos ensaios de pelotamento piloto posteriores: 12% umidade para a amostra 11 tal qual; 11,5% umidade para a amostra 11 calcinada a 2,50% de PPC; 14% umidade (se em pelotamento isolado) para a amostra 11 de finos calcinados a 1,20% de PPC.

Deste modo, os resultados sugeriram a realização de pelotamento com maiores umidades (na faixa de 11,0 a 12,5%), quando consideradas amostras de alto PPC e/ou calcinadas.

5.2.4.5 Testes exploratórios de pelotamento em pneu

Buscando o estabelecimento preliminar de condições adequadas de pelotamento de *pellet feed* calcinado, testes de pequena escala em pneu foram realizados. Os resultados

destes estudos foram utilizados como referência nos testes piloto de pelotamento em disco e queima, em *pot grate*, propriamente ditos.

Visando preservar as amostras disponíveis para os estudos de queima piloto (concentrado remoído final calcinado a 2,50% PPC e finos de ciclonagem calcinados a 1,10% PPC - amostra 11), foram realizados testes exploratórios em pneu com amostra calcinada com valor de PPC de 1,66%. Essa amostra foi gerada em estudos anteriores de calcinação, estando identificada no presente trabalho como amostra 13.

Um planejamento fatorial foi elaborado, tendo como variáveis de entrada a dosagem de bentonita, o percentual de umidade do *pellet feed* e a dosagem de soda cáustica na mistura. Como variáveis de saída foram consideradas a compressão de pelotas cruas a úmido (CPCU), a compressão de pelotas cruas a seco (CPCS) e a resiliência. Foram também registrados os aspectos visuais de acabamento e umidade aparente das pelotas cruas.

A Tabela 5.39 ilustra as condições experimentais dos ensaios e os resultados obtidos, incluindo dois ensaios confirmatórios, ao final, com amostra 11 tal qual calcinada com valor de PPC de 2,50%.

Tabela 5.39 – Ensaio de pelotamento em pneu. Condições experimentais dos ensaios e resultados – amostras 13 e 11.

Ensaio	Amostra (PPC)	Variáveis de entrada						Variáveis resposta				
		Bentonita (%)	Umidade <i>pellet feed</i> (%)	Dosagem soda cáustica (%)	Umidade pelota crua (%)	pH		CPCU (kgf/pel)	CPCS (kgf/pel)	Resiliência (quedas)	Acabamento	Umidade aparente
						<i>Pellet feed</i>	Pelota crua					
1	1,66	0,60	13,0	0,029%	11,28	7,55 (s/soda)	8,93	2,44	11,45	9	ruim	alta
2	1,66	0,60	12,0	0,050%	10,54	7,55 (s/soda)	9,15	1,58	10,70	4	bom	normal/alta
3	1,66	0,60	11,0	0,070%	10,35	7,68 (s/soda)	9,85	1,59	9,27	5	bom	normal
4	1,66	0,70	13,0	0,050%	11,99	7,50 (s/soda)	9,31	2,18	10,84	25	regular	alta
5	1,66	0,70	12,0	0,070%	11	7,28 (s/soda)	9,39	1,71	11,93	12	bom	alta
6	1,66	0,70	11,0	0,029%	10,68	7,60 (s/soda)	8,97	1,58	9,02	4	bom	alta
7	1,66	0,80	13,0	0,070%	11,96	7,60 (s/soda)	9,56	2,08	10,72	12	bom	alta
8	1,66	0,80	12,0	0,029%	11,42	7,71 (s/soda)	9,22	2,30	11,99	21	bom	alta
9	1,66	0,80	11,0	0,050%	10,52	7,84 (s/soda)	9,5	1,76	10,87	8	bom	normal
10	2,50	0,80	11,0	0,050%	11,07	8,18 (c/soda)	9,36	1,68	8,91	3	bom	seco
11	2,50	0,80	12,0	0,029%	11,95	8,33 (c/soda)	8,62	1,48	7,70	4	bom	normal

(1) pH sem soda: medição de pH no *pellet feed* antes do ajuste de umidade

(2) pH com soda: medição de pH no *pellet feed* após ajuste de umidade com água com pH acima de 12

O ajuste da umidade do *pellet feed* foi realizado com a adição de água com elevado pH (acima de 12), pela dissolução da soda cáustica estipulada para os ensaios.

A análise de variância para os resultados obtidos foi realizada com a utilização do software Minitab®. A Tabela 5.40 ilustra os coeficientes e os valores de significância para os termos do modelo que apresentaram os melhores índices de regressão (R^2 ajustado). Esses resultados foram obtidos após análises sucessivas de retirada de termos com menor significância.

Tabela 5.40 – Significância dos termos do modelo de regressão para a CPCU, CPCS e resiliência considerando os melhores índices de regressão (R^2 ajustado).

Termos lineares			Termos quadráticos		
Variável resposta - CPCU - R ² (ajust) = 65,39%					
variável preditora	coeficiente	p-valor			
constante	-1,9011	0,161			
bentonita	0,8967	0,323			
umidade	0,2972	0,015			
soda cáustica	-7,6761	0,112			
Variável resposta - CPCS - R ² (ajust) = 51,82%					
variável preditora	coeficiente	p-valor	variável preditora	coeficiente	p-valor
constante	-168,414	0,069	(umidade) ²	-1,179	0,068
bentonita	3,587	0,277			
umidade	28,933	0,064			
Variável resposta - resiliência - R ² (ajust) = 35,1%					
variável preditora	coeficiente	p-valor			
constante	-73,722	0,074			
bentonita	38,333	0,169			
umidade	4,833	0,096			

Verificou-se que os modelos de superfície de resposta obtidos indicaram que a umidade foi a variável de maior influência para os três parâmetros de resposta estudados, com nível de significância de 10%. Como padrão referência para esses parâmetros de respostas foram considerados: CPCU acima de 1,5kgf/pelota; CPCS acima de 7,0kgf/pelota e resiliência entre 4 e 7 quedas. Para umidades de 13%, os resultados de resiliência foram muito elevados, com alta probabilidade de deformação acentuada. Os valores de CPCU e CPCS apresentaram variação em faixa satisfatória. A resiliência, de modo diferente, variou em ampla faixa e atingiu em diversos ensaios valores acima do recomendado. Avaliações específicas em alguns pontos com acabamento ruim e umidade aparente inadequadas mereceram atenção especial.

Com base nesses resultados, foram executados ensaios confirmatórios com os concentrados da amostra 11 (concentrado tal qual calcinado com valor de PPC residual de 2,50% e mistura de grossos não calcinados e finos calcinados com valor de PPC final na mistura em torno de 2,50%). A dosagem de bentonita foi fixada em limite intermediário de 0,70% e a umidade em 12%, com a dosagem de soda cáustica variando nos limites baixo e médio (0,029 e 0,50%). A soda cáustica foi diluída previamente na água utilizada para ajuste da umidade, visando garantir uniformidade de pH em todo o

filme líquido. As amostras foram prensadas, simulando o circuito industrial, na busca de maior superfície específica e consequente qualidade no pelotamento. Ensaio com aglomerante orgânico foi realizado para avaliação exploratória do seu efeito.

As condições experimentais e resultados obtidos nos ensaios confirmatórios estão apresentados na Tabela 5.41.

Tabela 5.41 – Ensaio de pelotamento em pneu. Concentrado tal qual calcinado com valor de PPC residual de 2,5% e mistura de grossos não calcinados e finos calcinados com valor de PPC final na mistura de 2,5% – amostra 11.

Ensaio	Amostra (PPC)	Variáveis de entrada						Variáveis resposta				
		Bentonita (%)	Umidade <i>pellet feed</i> (%)	Dosagem soda cáustica (%)	Umidade pelota crua (%)	pH		CPCU (kgf/pel)	CPCS (kgf/pel)	Resiliência (quedas)	Acabamento	Umidade aparente
						<i>Pellet feed</i>	Pelota crua					
12	2,5 Tal Qual	0,70	12,0	0,029%	12,55	8,77 (c/soda)	8,94	1,22	7,11	6	Regular	Normal
13	2,5 Tal Qual	0,70	12,0	0,050%	11,1	9,25 (c/soda)	9,12	1,44	8,45	5	Regular	Normal
14	2,5 blendado	0,70	12,0	0,029%	11,48	8,65 (c/soda)	8,95	1,76	8,58	5	Regular	Alta
15	2,5 blendado	0,70	12,0	0,050%	11,16	9,34 (c/soda)	9,24	1,64	9,28	3	Bom	Normal
16	2,25 Padrão s/calcinar	0,035 aglomerante	10,2	0,029%	9,79	9,55 (c/soda)	10,55	1,48	6,32	8	Bom	Normal

A partir do estabelecimento das variáveis nos níveis indicados, de modo geral, os resultados demonstraram a possibilidade de obtenção de boa qualidade no pelotamento de *pellet feed* calcinado. As seguintes condições foram recomendadas para a sequência dos ensaios de pelotamento em disco e queima em *pot grate* piloto: umidade de 12%; bentonita de 0,70% e soda de 0,50%, previamente diluída em água.

5.2.5 Testes piloto de pelotamento em discos e queima em *pot grate*

Após a identificação das condições adequadas para o pelotamento de materiais calcinados, conforme discutido anteriormente e objetivando avaliar o impacto da calcinação prévia dos materiais de alto valor de PPC, foram planejados e executados testes piloto de pelotamento em disco e queima em *pot grate*. A Tabela 5.42 apresenta os resultados completos dos ensaios pilotos de pelotamento e queima com amostras calcinadas.

Tabela 5.42 – Resultados completos dos ensaios piloto de pelletamento e queima.

Teste	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Identificação	83	86	87	89	92	95	98	101	102	192	203
	84			90	93		99			193	204
PPC (%)	4,45 % calcinado para 2,50%	4,45 % calcinado para 2,50%		4,45 %	2,50% (blendado fino calcinado + grosso)	4,45 %	2,89%	2,50% (blendado fino calcinado + grosso)	4,45 %	2,89%	4,45 %
Unidade PF (%)	12,00	12,00		11,20	13,00	11,20	10,00	12,50	11,20	10,00	11,20
Produtividade (t/m ² /dia)	30,50	30,50	26,50	26,50	26,50	26,50	26,50	26,50	30,5	30,5	30,5
C (%)	0,85	0,5		1,0	1,0	0,5	1,0	0,29% + Aquear	1,0	1,0	0,6
Bentonita (%)	0,70	0,70	0,70	0,40	0,70	0,40	0,40	0,6	0,40	0,40	0,40
Soda (%)	0,05	0,05	0,05	0,029	0,05	0,029	0,029	para ajuste pH água 10,5	0,029	0,029	0,029
Unidade pelotas cruas (%)	10,96	10,82		10,10	11,58	10,60	8,90	10,58	9,87	8,84	9,87
pH em mistura	8,94	9,08		9,80	9,10	9,90	10,20	7,34	-	-	-
Superfície específica (cm ² /g)	2753	2753		2589	2723	2589	2050	2723	2589	2050	2589
Perfil térmico	Usina 3 pudrão	Usina 3 pudrão	Usina 2 pudrão	Usina 2 pudrão	Usina 2 pudrão	Usina 2 pudrão	Usina 2 pudrão	Usina 2 pudrão	Usina 3 pudrão	Usina 3 pudrão	Forno industrial de referência modificado
Análises químicas											
FeT (%)	66,56	66,52	66,64	66,87	66,8	66,88	67,15	66,60	66,58	66,32	66,43
FeO (%)	0,51	0,43	0,18	1,10	1,58	1,62	0,13	0,11	0,11	1,72	0,4
SiO ₂ (%)	2,04	2,06	1,98	1,89	2,06	2,08	1,82	1,99	1,99	2,16	2,14
Al ₂ O ₃ (%)	0,52	0,5	0,5	0,5	0,53	0,53	0,46	0,48	0,48	0,51	0,53
CaO (%)	1,76	1,78	1,72	1,71	1,83	1,82	1,59	1,74	1,77	1,73	1,75
MgO (%)	0,2	0,2	0,19	0,17	0,19	0,16	0,16	0,20	0,20	0,20	0,21
P (%)	0,056	0,058	0,056	0,055	0,060	0,055	0,042	0,060	0,059	0,055	0,044
B 2	0,86	0,86	0,87	0,84	0,89	0,88	0,88	0,87	0,89	0,77	0,83
Testes físicos											
CPCU (gf/pel)	2533	2374		2388	2157	2029	2020	2438		2496	2496
CPCS (gf/pel)	13429	13447		11750	13359	11836	10928	11078		12111	12111
Resiliência (quedas)	12	9		11	17	14	6	11		7	7
Compressão -16,0 +12,5 mm											
Média (kgf/pel.)	238	256	279	270	230	356	329	329	304	271	319
Média do conjunto	247	279	304	269	232	338	321		317	264	341
DP	88	82	122	97	99	101	117	144	125	116	132
-200 (%)	34	24	19	20	39	43	8	25	16	32	23
Compressão -12,5 +10,0 mm											
Média (kgf/pel.)	251	265	259	274	203	308	256	272	262	247	234
DP	99	108	123	83	97	114	103	87	102	89	98
-200 (%)	29	32	38	27	25	18	22	25	32	39	34
Tamboramento (%)											
+ 6,3 mm	93,5	94,8	92,9	94,9	94,6	95,3	94,5	95,6	94,4	92,3	93
-6,3 +0,5 mm	2,5	1,6	2,4	1,1	1,8	0,8	1,1	1,5	1,4	1,8	1,1
-0,5 mm	4,0	3,5	4,7	3,9	3,6	3,7	4,1	4,1	4,1	5,4	5,9
Temperatura máxima atingida no leito de pelotas durante a queima (°C)											
Camada superior	1375	1375	1376	1379	1378	1377	-	-	-	1362	1368
Camada intermediária	1378	1376	1352	1374	1368	1370	1385	1376	1350	1359	1339
Camada inferior	1349	1329	1269	1339	1355	1364	1370	1283	1269	1232	1234
Caixa de vento	552	529	475	662	635	646	591	594	536	465	514

A Tabela 5.43 apresenta um resumo dos resultados de pelotamento e queima com *pellet feed* da amostra 11 (valor de PPC de 4,45%) calcinada para valores de PPC de 2,50% com perfil de térmico e produtividade da usina 3 da Samarco. São apresentados, também, os resultados de ensaios para referência comparativa (perfis de queima da usina 3 Samarco e do forno industrial de referência e produtividade de 30,5t/m²/dia, para as amostras 10 e amostra 11).

Tabela 5.43 – Resultados de pelotamento e queima com amostra 11 calcinada para valores de PPC de 2,50% e resultados de ensaios de referência comparativa (perfis de queima da usina 3 da Samarco e do forno industrial de referência e produtividade de 30,5 t/m²/dia – amostras 10 e 11).

Identificação dos testes Pot grate	Amostra	Perfil Térmico	Produtividade (t/m ² /dia)	C (%)	Bentonita (%)	Soda cáustica (%)	Umidade pelotas (%)	pH mistura	Superfície específica (cm ² /g)	CPCU (gf/pel)	CPCS (gf/pel)	Resiliência (quedas)	Compressão (kgf/pel)	Tamboramento (>6,3mm)
Amostras referências comparativas														
192	Amostra 10 Concentrado 2,89% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	1,0	0,4	0,029	8,8	-	2050	1.979	8.693	4	306	93,8 94,1
193	Amostra 10 Concentrado 2,89% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	1,0	0,4	0,029	8,8	-	2050	1.979	8.693	4	329	94,3
177	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	1,0	0,4	0,029	9,9	-	2589	2.496	12.111	7	271	92,8 92,6
178	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	1,0	0,4	0,029	9,9	-	2589	2.496	12.111	7	256	92,3
203	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Forno industrial de referência	30,5	0,6	0,4	0,029	9,9	-	2589	2.496	12.111	7	319	93,0 93,3
204	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Forno industrial de referência	30,5	0,6	0,4	0,029	9,9	-	2589	2.496	12.111	7	362	93,6
Amostras calcinadas														
83	Amostra 11 Calcinado 2,5% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	0,9	0,7	0,050	11,0	8,9	2753	2.533	13.429	12	238	93,5 94,2
84	Amostra 11 Calcinado 2,5% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	0,9	0,7	0,050	11,0	8,9	2753	2.533	13.429	12	256	94,8
86	Amostra 11 Calcinado 2,5% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	0,5	0,7	0,050	10,8	9,1	2753	2.374	13.447	9	279	92,9

Com relação aos resultados obtidos no pelotamento, são apresentados os seguintes comentários:

- foi confirmada tendência, já verificada anteriormente para as amostras referência, do efeito dos altos valores de PPC e da calcinação na elevação da umidade e na superfície específica da mistura, conduzindo a uma elevação nos valores de CPCU, CPCS e resiliência;
- tendo como referência os testes preliminares de pelotamento, buscou-se trabalhar nas umidades mais baixas permitidas. As amostras calcinadas apresentaram resiliência média de 10,5 quedas, enquanto as amostras referência 10 e 11 apresentaram resultados de 4 e 7 quedas, respectivamente.

Com relação aos resultados obtidos na queima são apresentados os seguintes comentários:

- conforme ilustrado na Figura 5.53, os índices de compressão com material calcinado (247kgf/pelota – testes 83 e 84) apresentaram-se abaixo daqueles verificados para as amostras de referência, sem calcinação (318kgf/pelota – testes 192 e 193 com a amostra 10 de 2,89% de PPC; 264kgf/pelota – testes 177 e 178 com a amostra 11 de 4,45% de PPC). Nos ensaios com material calcinado, utilizou-se uma dosagem de carbono mais baixa (0,85% C) considerando já ter ocorrido um gasto de energia na calcinação prévia do material para desidroxilação da goethita;

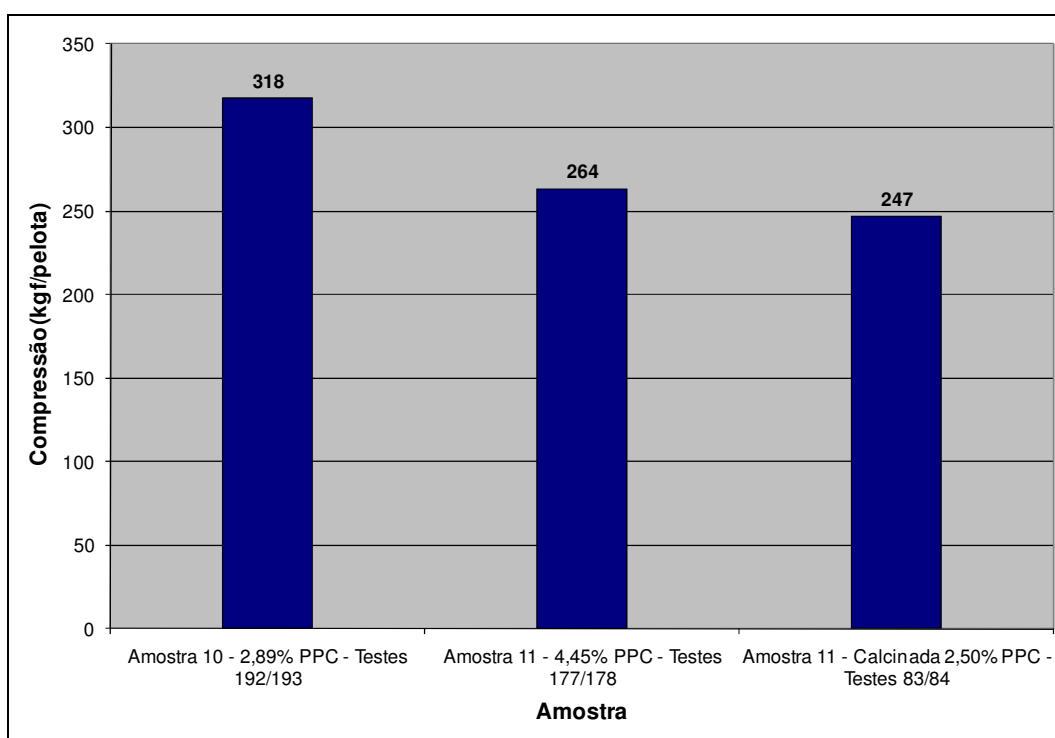


Figura 5.53 – Índices de compressão. Comparação entre amostras referência (não calcinadas) e amostras calcinadas – perfil térmico usina 3 da Samarco.

- a maior porosidade gerada na calcinação da amostra foi a principal causa da piora dos resultados de compressão, já que ocasionou necessidade de pelotamento com maior umidade e propiciou maior área superficial específica exposta aos gases redutores oriundos da queima do carvão, ocasionando a formação localizada de magnetita. Os teores de FeO nas pelotas queimadas confirmam esse aspecto;
- com relação aos resultados de tamboramento, verificou-se que o valor obtido para a amostra calcinada (94,2% >6,3mm), apresentou-se similar ao resultado da amostra referência de baixo PPC (94,1% >6,3mm) e superior ao da amostra de alto PPC (92,6% >6,3mm).

Visando confirmar tendência de melhoria da compressão, verificada anteriormente com as amostras de referência, foi realizado ensaio com redução no percentual de carbono de 0,85 para 0,5% C. Os resultados obtidos são comentados a seguir:

- os índices de compressão sofreram uma elevação atingindo um valor médio de 279kgf/pel para o material calcinado com 0,50% C, contra o 247kgf/pel para 0,85% C, confirmando tendência anterior;

- verificou-se redução significativa no resultado de tamboramento de 94,2% para 92,9%;
- com a redução do percentual de carbono, a dispersão dos valores de compressão não se alterou, apesar da ocorrência de queda na temperatura máxima da camada inferior.

A partir dos resultados de compressão verificados para a amostra calcinada, deduziu-se que, através de calcinação, dificilmente seriam obtidos resultados similares ou melhores do que aqueles verificados com a amostra referência para as condições otimizadas (341kgf/pel na amostra 11 de PPC 4,45% não calcinada, perfil de queima suave e percentual de carbono de 0,6% – testes 203 e 204). Desse modo, decidiu-se pela continuidade dos estudos com material calcinado utilizando-se como referência o perfil de queima da usina 2, cujos resultados estão apresentados a seguir. Buscou-se avaliar também o efeito da redução na dosagem de carbono ao sistema.

A Tabela 5.44 apresenta um resumo dos resultados de pelotamento e queima com *pellet feed* da amostra 11 (valor de PPC de 4,45%) em duas condições distintas, considerando perfil térmico e produtividades da usina 2 da Samarco de 26,5t/m²/dia:

- amostra tal qual calcinada para valores de PPC de 2,50%;
- mistura de grossos não calcinados e finos calcinados para valor de PPC residual de 1,20%, com valor final de PPC da mistura de 2,50%.

São apresentados, também, os resultados de ensaios considerados como padrões comparativos de referência (perfis de queima da usina 2 da Samarco para as amostras 10 e 11 sem calcinação). Esses ensaios, pelo próprio desenvolvimento do estudo, foram realizados cerca de oito meses após aqueles tidos como referência, nas condições da usina 3 da Samarco.

Tabela 5.44 – Resultados de pelotamento e queima com perfil térmico e produtividades da usina 2 da Samarco. Amostra 11 tal qual calcinada para valores de PPC de 2,50%; mistura de grossos não calcinados e finos calcinados com valor final de PPC da mistura de 2,50% e referências comparativas (amostras 10 e 11 sem calcinação).

Identificação dos testes Pot grate	Amostra	Perfil Térmico	Produtividade (t/m ² /dia)	C (%)	Bentonita (%)	Soda cáustica (%)	Umidade pelotas (%)	pH mistura	Superfície específica (cm ² /g)	CPCU (gf/pel)	CPCS (gf/pel)	Resiliência (quedas)	Compressão (kgf/pel)	Tamboramento (%>6,3mm)
Amostras referências comparativas														
98	Amostra 10 Concentrado 2,89% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	1,0	0,4	0,029	8,9	10,2	2050	2.020	10.928	6	329	94,6 95,1
99	Amostra 10 Concentrado 2,89% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	1,0	0,4	0,029	8,9	10,2	2050	2.020	10.928	6	313	95,6
89	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	1,0	0,4	0,029	10,1	9,8	2589	2.388	11.750	11	270	94,9 95,0
90	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	1,0	0,4	0,029	10,1	9,8	2589	2.388	11.750	11	268	95,0
95	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	0,5	0,4	0,029	10,6	9,9	2589	2.029	11.836	14	356	95,2 95,3
96	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	0,5	0,4	0,029	10,6	9,9	2589	2.029	11.836	14	319	95,0
Amostras calcinadas														
87	Amostra 11 Calcinado 2,5% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	0,50	0,7	0,05	10,8	9,1	2753	2.374	13.447	9	304	94,5 94,5
92	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado	Usina 2 Samarco	26,5	1,00	0,70	0,05	11,6	9,1	2723	2.157	13.339	17	230	94,6 94,5
93	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado	Usina 2 Samarco	26,5	1,00	0,70	0,05	11,6	9,1	2723	2.157	13.339	17	233	94,6
101	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado Com adição açúcar	Usina 2 Samarco	26,5	0,29	0,60	para ajuste pH inicial água 10,5	10,6	7,3	2723	2.438	11.078	11	329	94,4 94,0
102	Concentrado 4,45% PPC Blend grosso + fino calcinado Com adição açúcar	Usina 2 Samarco	26,5	0,29	0,60		10,6	7,3	2723	2.438	11.078	11	304	93,6

Com relação aos resultados obtidos para a amostra tal qual calcinada para valores de PPC residual de 2,50%, os seguintes comentários são apresentados.

Pelotamento

Foi confirmada a tendência do efeito dos altos valores de PPC e da calcinação na elevação da umidade e na superfície específica da mistura, conduzindo a uma elevação nos valores de CPCU, CPCS e resiliência. O ensaio com amostra calcinada tal qual se apresentou como exceção, devido ao menor valor de resiliência de 9 quedas (para este ensaio não foi realizado réplica experimental).

Queima

O índice de compressão (304kgf/pelota – teste 87) se apresentou abaixo daqueles verificados para a amostra de referência sem calcinação (338kgf/pelota – testes 95 e 96 - amostra 11 de 4,45% de PPC). Em ambas as amostras foi utilizado um percentual de carbono de 0,5%. Este aspecto está ilustrado na Figura 5.54.

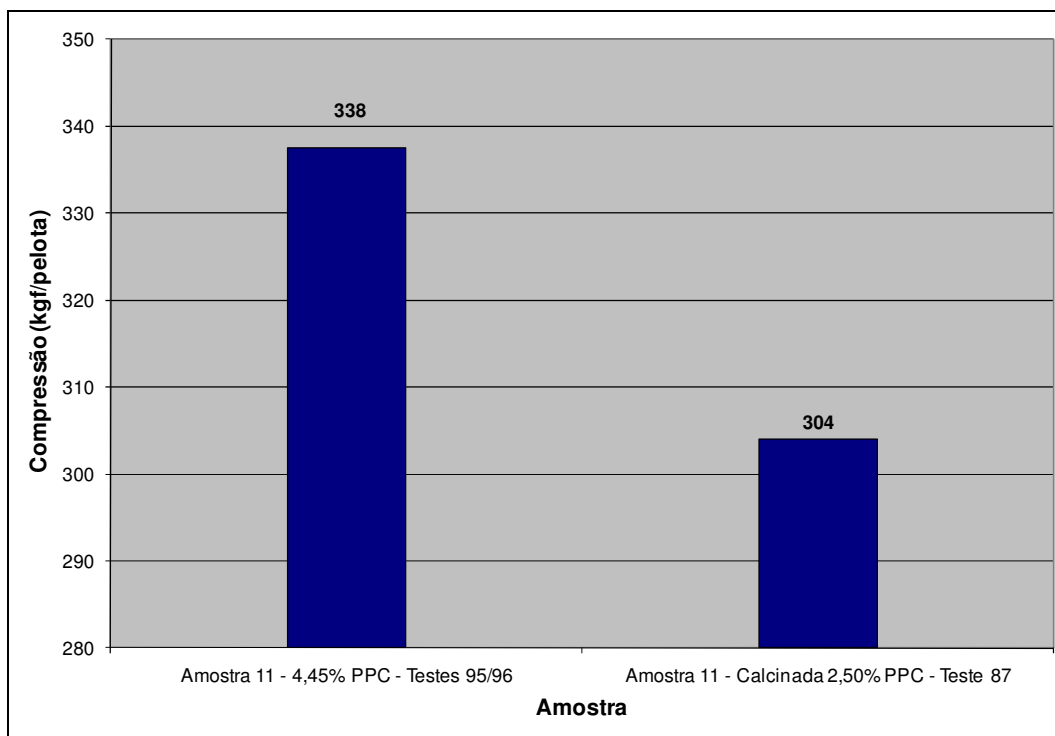


Figura 5.54 – Índices de compressão. Comparação entre amostra referência (não calcinada) e amostra calcinada – perfil térmico usina 2 da Samarco.

Não se verificaram diferenças significativas nas temperaturas máximas das camadas inferiores e nos desvios padrão da compressão nas condições estudadas.

O impacto negativo da calcinação no índice de compressão foi similar ao verificado nos testes com o perfil de queima da usina 3 apresentados anteriormente.

O valor do índice de tamboramento obtido para a amostra calcinada (94,5% <6,3mm) apresentou-se abaixo daquele verificado para a amostra referência de alto PPC sem calcinação (95,2% <6,3mm).

Com relação aos resultados obtidos na queima da mistura do material grosso não calcinado e finos calcinados da amostra 11, os seguintes comentários são apresentados.

Os índices de compressão (232kgf/pelota – testes 92 e 93) se apresentaram abaixo daqueles verificados para as amostras de referência sem calcinação (321kgf/pelota – testes 98 e 99 para a amostra 10 de 2,89% de PPC e 269kgf/pelota – testes 89 e 90 para a amostra 11 de 4,45% de PPC). Este aspecto está ilustrado na Figura 5.55.

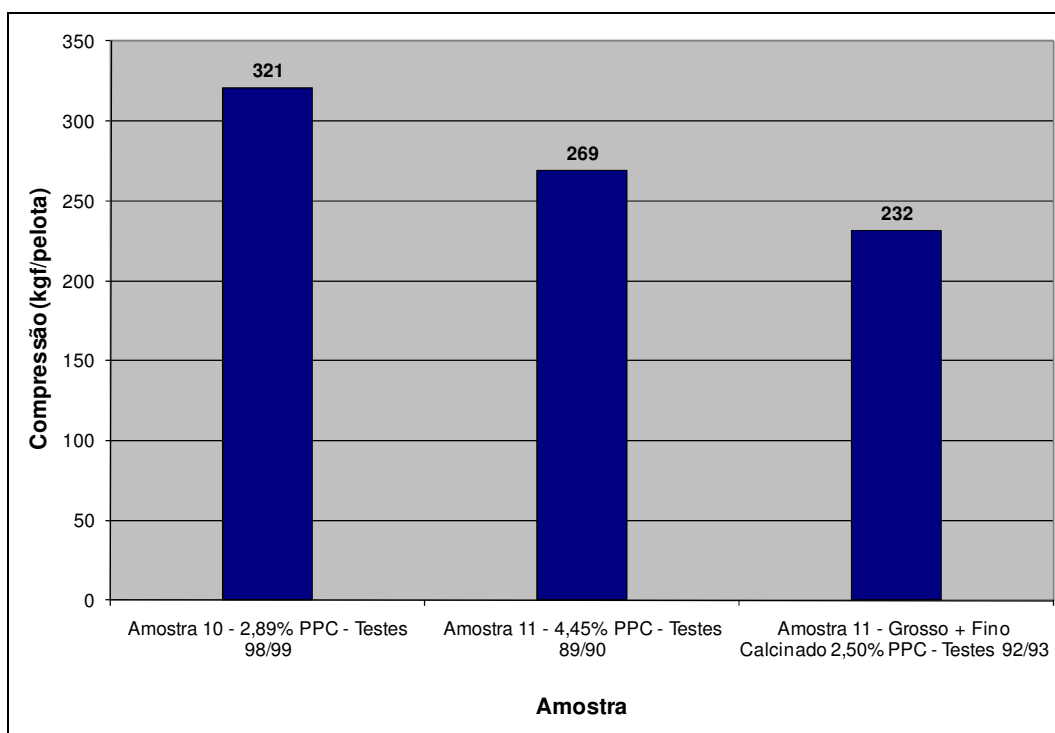


Figura 5.55 – Índices de compressão. Comparação entre amostras referência (não calcinadas) e amostra da mistura grossos não calcinados e finos calcinados – perfil térmico usina 2 da Samarco.

O impacto negativo da calcinação exclusiva do material fino (calcinado para valor residual de 1,20% de PPC para garantir a mistura com valor de PPC final de 2,5%) foi maior do que o impacto da calcinação de toda a amostra tal qual, para atingir o mesmo valor de PPC final. Tal fato, seguramente, está relacionado com a alta superfície específica de $5364\text{cm}^2/\text{g}$ obtida no material fino calcinado e à sua porosidade cerca de duas vezes maior, se comparada à amostra tal qual calcinada a 2,50%.

Os valores de 11,58% de umidade necessária no pelotamento e de 1,58% de FeO nas pelotas queimadas foram os mais altos de todo o conjunto dos testes realizados, evidenciando a influência direta da calcinação exclusiva do material fino.

Foram também realizados ensaios com adição de açúcar na mistura (açúcar tipo mascavo comercial), visando confirmar o seu efeito no fechamento de poros e redução na umidade do pelotamento, conforme sugestão de alguns autores apresentada na revisão da literatura (YANG e WITCHARD, 1998; YANG et al., 2000).

Simultaneamente foi realizada redução na dosagem de carbono, devido aos resultados ao benefício desse efeito e ao aporte energético do açúcar.

Os índices de compressão na condição com adição de açúcar (317kgf/pelota – testes 101 e 102) apresentaram-se acima daqueles dos testes sem açúcar (232kgf/pelota – testes 92 e 93). A maior parte desta diferença foi causada pela redução do percentual de carbono de 1,0 para 0,3% C. A Figura 5.56 ilustra esses aspectos.

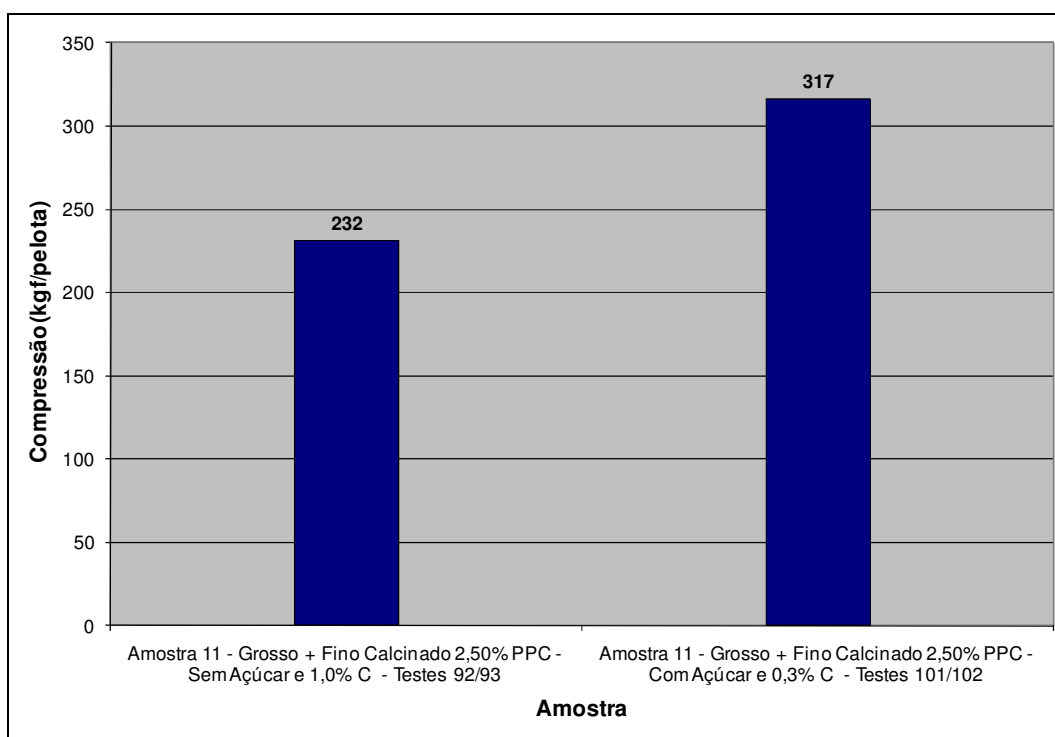


Figura 5.56 – Índices de compressão. Comparação entre misturas com e sem açúcar.

Amostra 11 (grossos não calcinados + finos calcinados) – perfil térmico usina 2 da Samarco.

O açúcar teve contribuição marginal no resultado, fato sugerido pela redução na umidade do pelotamento e aporte de energia ao sistema durante a combustão, compensando parte daquela perdida pela redução do percentual de carbono. Foram verificadas grandes diferenças nas temperaturas máximas da camada inferior e desvios padrão da resistência à compressão.

Na condição com adição de açúcar, os valores observados para os índices de tamboramento se apresentaram ligeiramente piores.

Como resumo geral dos estudos de pelotização de materiais de alto valor de PPC calcinados, os seguintes comentários são apresentados:

- o ajuste das condições da mistura no pelotamento (umidade e adição de soda cáustica diluída) garantiram resultados satisfatórios de acabamento da pelotas cruas e, conseqüentemente, de tamboramento;
- a calcinação apresentou piores resultados do que a condição otimizada sem calcinação para materiais com alto valor de PPC (dosagem de carvão reduzida e perfil de queima suave);
- os resultados da mistura de grossos não calcinados e finos calcinados foram piores do que aqueles com a calcinação da amostra tal qual para o mesmo valor final de PPC;
- a adição de açúcar apresentou uma melhoria marginal nos resultados de queima;
- a porosidade, tanto dos materiais de alto valor de PPC não calcinados, quanto aquela gerada por meio da calcinação, se mostrou como o parâmetro de maior relevância no desempenho da pelotização desses materiais. O seu efeito é tanto pior quanto maior for a dosagem de carbono.

5.2.6 Aplicação de metodologias analíticas alternativas

Foi realizado estudo específico da aplicabilidade de análises de suscetibilidade magnética e análises de imagem, como técnicas analíticas alternativas para apoio e confirmação dos resultados dos ensaios experimentais realizados em planta piloto.

Lotes de pelotas representativos de ensaios selecionados dos estudos de calcinação foram analisados para a obtenção de valores de suscetibilidade magnética e porosidade/rugosidade superficial por imagem.

5.2.6.1 Suscetibilidade magnética

A Tabela 5.45 apresenta os resultados de suscetibilidade magnética, assim como as estimativas do percentual de magnetita (através da calibração do método com amostras com alto conteúdo do mineral) para o conjunto de amostras dos estudos de calcinação.

Tabela 5.45 – Resultados de medições de suscetibilidade magnética – amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação.

Identificação dos testes Pot grate	Amostra	Perfil Térmico	Produtividade (t/m ² /dia)	C (%)	Compressão (kgf/pel)	Tamboramento (%>6,3mm)	Magnetismo		FeO (%)
							ΔL /massa (mH/g)	Magnetita (%)	
83/84	Amostra 11 Calcinado 2,50% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	0,85	247	94,2	0,00834	6,7	0,47
86	Amostra 11 Calcinado 2,50% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	0,50	279	92,9	0,00278	2,3	0,18
98	Amostra 10 Concentrado 2,89% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	1,00	329	94,6	0,00597	4,8	0,25
89	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	1,00	270	94,9	0,00768	6,2	1,10
95/96	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	0,50	337	95,1	0,00100	0,8	0,14
87	Amostra 11 Calcinado 2,50% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	0,50	304	94,5	0,00189	1,5	0,14
92/93	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado	Usina 2 Samarco	26,5	1,00	232	94,6	0,01265	10,3	1,60
101/102	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado Com adição açúcar	Usina 2 Samarco	26,5	0,30	317	94,0	0,00119	1,0	0,11

A Figura 5.57 apresenta a relação entre o percentual de FeO e de magnetita estimada por meio de medida de suscetibilidade magnética para o conjunto de amostras analisado nos estudos de calcinação.

A Figura 5.58 e a Figura 5.59 apresentam as relações entre o percentual de FeO e de magnetita com o índice de compressão para o conjunto de amostras analisado nos estudos de calcinação.

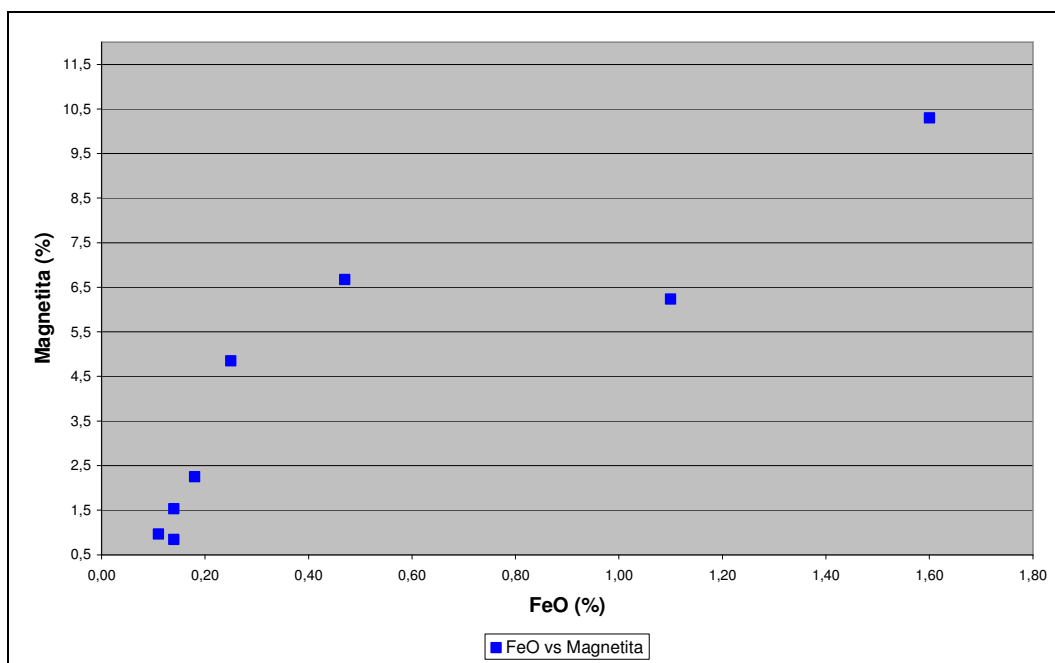


Figura 5.57 – Resultados de FeO (%) e magnetita estimada (%) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação ($R^2=0,7275$).

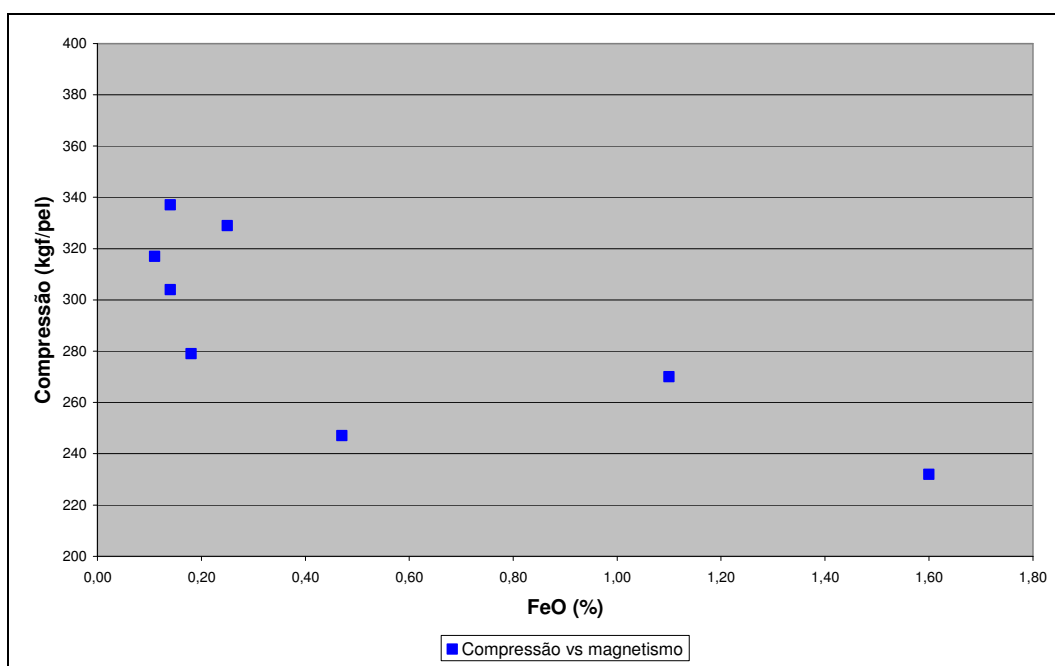


Figura 5.58 – Resultados de FeO (%) e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação ($R^2=0,5461$).

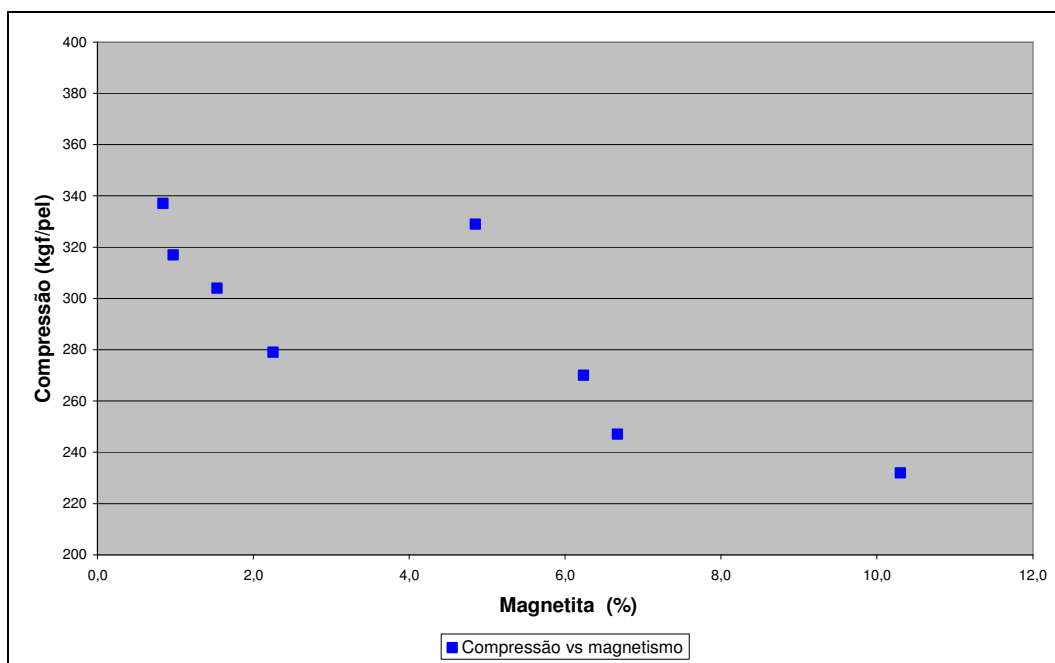


Figura 5.59 – Resultados de magnetita estimada(%) e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação ($R^2=0,5298$).

Os resultados sugerem uma relação entre os valores de FeO e magnetita. Ressalta-se que algum Fe^{2+} pode estar presente no sistema em outras fases que não a magnetita, assim como o próprio método de medição da suscetibilidade magnética pode ser aprimorado, em se tratando da primeira medição efetuada com o equipamento para pelotas da Samarco.

Desse modo, devido à sua simplicidade e disponibilização de resultados em tempo real, o método de medição de suscetibilidade magnética no controle de qualidade de ensaios experimentais apresentou potencialidade para continuidade de desenvolvimento.

A Figura 5.60 apresenta a relação entre o percentual de magnetita com o índice de tamboramento para o conjunto de amostras analisado nos estudos de calcinação.

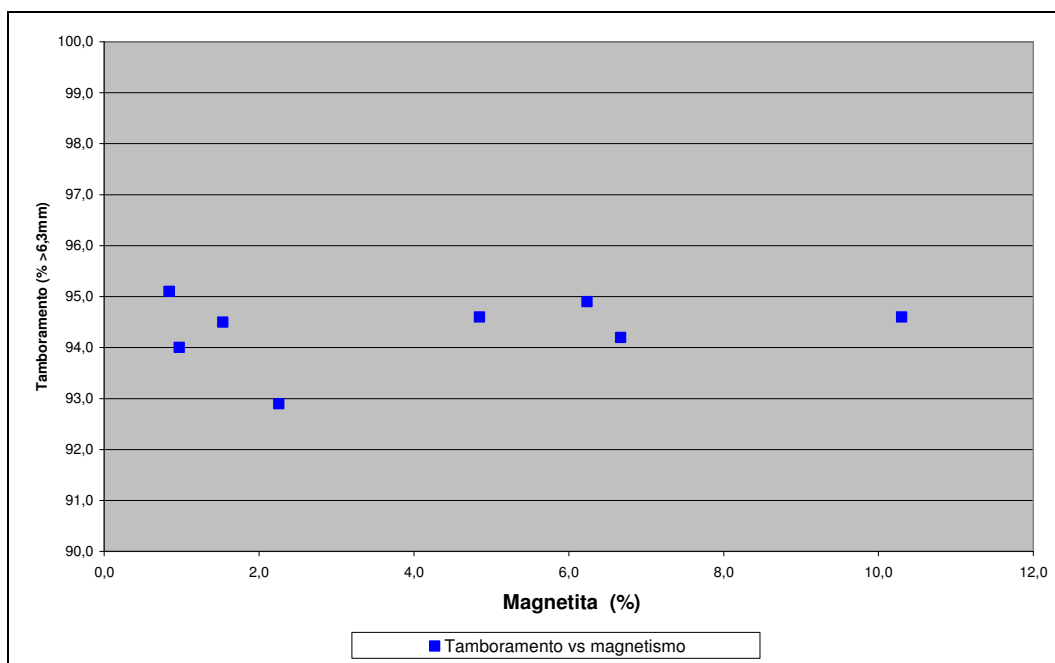


Figura 5.60 – Resultados de magnetita estimada (%) e índice de tamboramento (%>6,3mm) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação.

Os resultados demonstraram que não existe correlação entre esses dois parâmetros.

5.2.6.2 Análises de superfícies por imagem

A Tabela 5.46 apresenta os resultados de estimativas de vazios (poros + trincas) por análise de imagens para o conjunto de amostras dos estudos de calcinação. A técnica de análise de imagem utilizada foi ajustada para o presente estudo de modo a permitir a quantificação do percentual da área analisada ocupada por vazios de diferentes diâmetros. As faixas indicadas na tabela apresentam o valor médio dos diâmetros (mm) nas mesmas. Cada resultado representa a média de um lote de 32 pelotas analisadas.

Tabela 5.46 – Resultados de análise de imagem em amostras de pelotas queimadas selecionadas nos testes de calcinação.

Identificação dos testes Pot grate	Amostra	Perfil Térmico	Produtividade t/m ² /dia	Compressão (kgf/pe)	Tamboramento (%<6,3mm)	Imagem externa pelotas queimadas % de área com poros de diferentes diâmetros							
						0,14	0,20	0,28	0,40	0,56	0,80	1,13	total
84	Amostra 11 Calcinado 2,5% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	256	94,8	2,35	2,58	2,35	2,33	2,09	1,91	1,69	15,30
86	Amostra 11 Calcinado 2,5% PPC	Usina 3 Samarco	30,5	279	92,9	2,27	2,47	2,24	2,21	1,98	1,80	1,59	14,57
98	Amostra 10 Concentrado 2,89% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	329	94,6	2,37	2,55	2,28	2,23	1,97	1,78	1,57	14,76
89	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	270	94,9	2,50	2,74	2,51	2,53	2,31	2,14	1,91	16,65
95	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	356	95,3	2,35	2,58	2,35	2,33	2,09	1,91	1,69	15,30
96	Amostra 11 Concentrado 4,45% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	319	95	2,40	2,64	2,42	2,43	2,21	2,06	1,83	16,00
87	Amostra 11 Calcinado 2,5% PPC	Usina 2 Samarco	26,5	304	94,5	2,43	2,65	2,41	2,40	2,17	1,98	1,74	15,77
92	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado	Usina 2 Samarco	26,5	230	94,6	2,53	2,79	2,57	2,62	2,41	2,26	2,03	17,22
93	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado	Usina 2 Samarco	26,5	233	94,5	2,61	2,87	2,63	2,64	2,39	2,22	1,99	17,34
101	Amostra 11 Blend grosso + fino calcinado Com adição açúcar	Usina 2 Samarco	26,5	329	94,4	2,13	2,36	2,19	2,25	2,08	1,96	1,76	14,73

A Figura 5.61 apresenta a relação entre o percentual de vazios estimados pelas análises de imagem da superfície das pelotas queimadas e o índice de compressão do conjunto de amostras analisadas do estudo de calcinação.

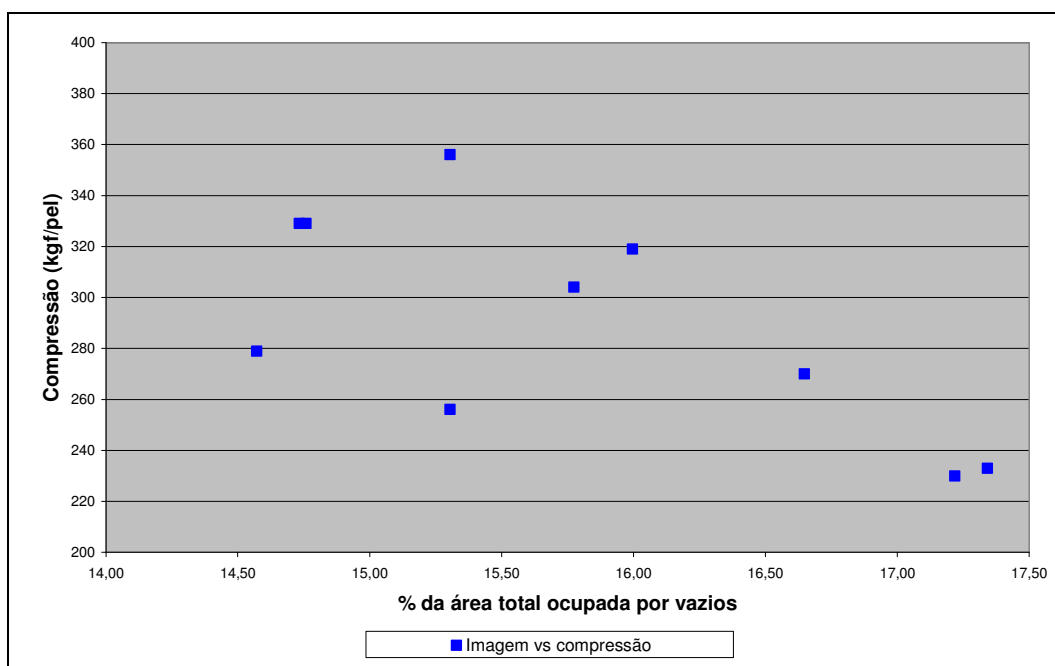


Figura 5.61 – Resultados de percentual da área superficial específica ocupada por vazios e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas selecionadas nos testes de calcinação.

A Figura 5.62 apresenta a relação entre o percentual de vazios estimados pelas análises de imagem da superfície das pelotas queimadas e o índice de compressão nas amostras analisadas do estudo de calcinação, com perfil de queima da usina 2 da Samarco.

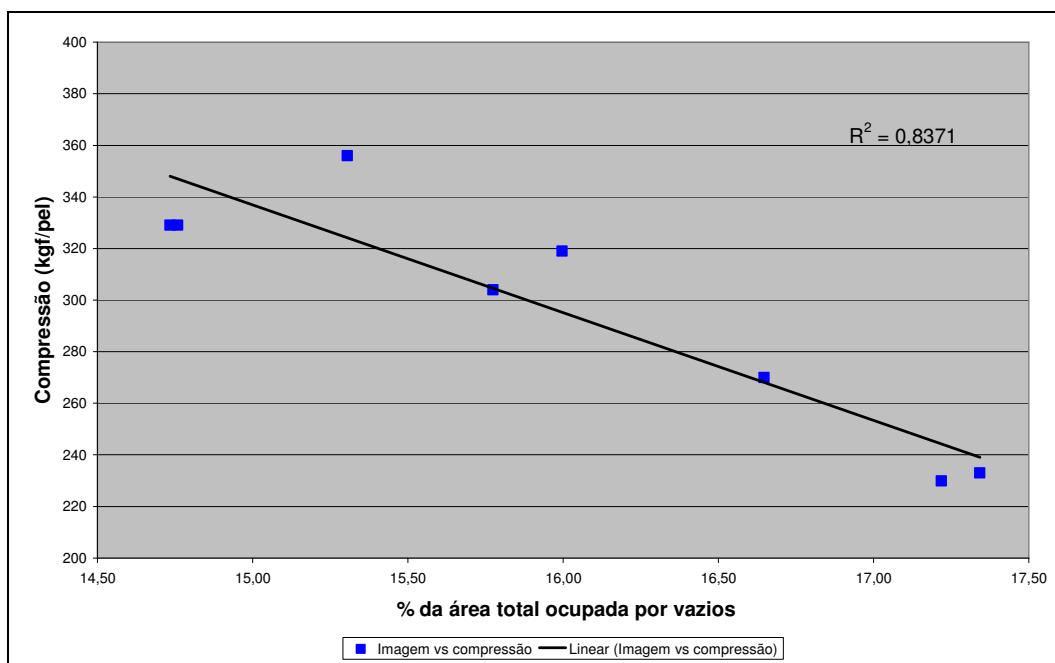


Figura 5.62 – Resultados de percentual da área superficial específica ocupada por vazios e índice de compressão (kgf/pel) - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação com perfil térmico da usina 2 da Samarco.

A Figura 5.63 apresenta a relação entre o percentual de vazios estimados pelas análises de imagem da superfície das pelotas queimadas e o índice de tamboramento nas amostras analisadas do estudo de calcinação com perfil de queima da usina 2 da Samarco.

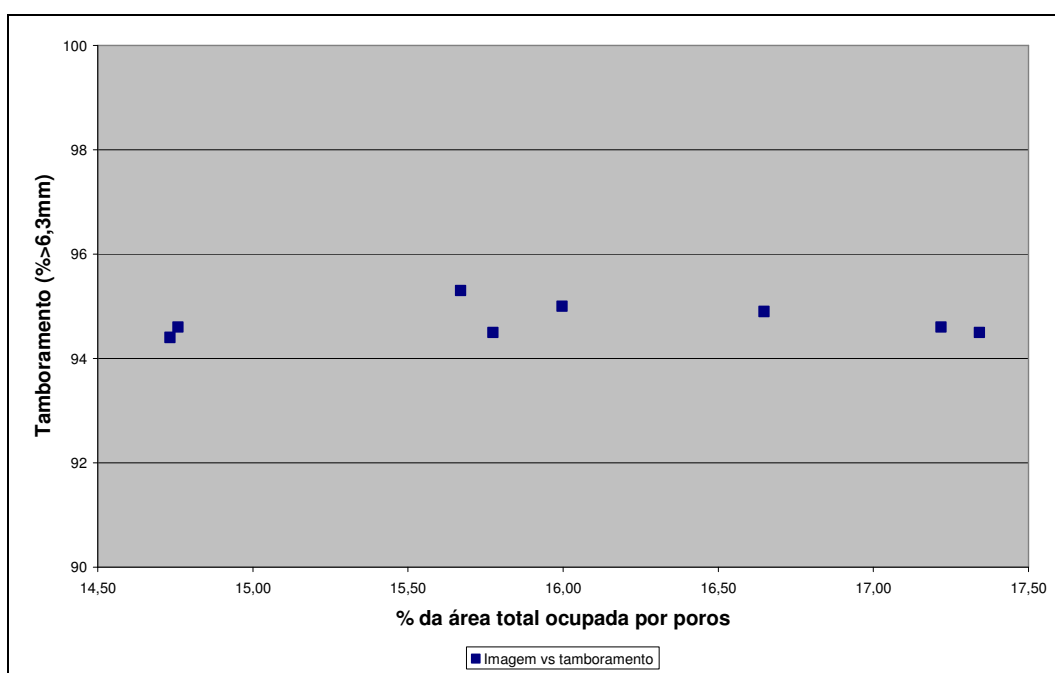


Figura 5.63 – Resultados de percentual da área superficial específica ocupada por vazios e índice de tamboramento - amostras de pelotas queimadas do conjunto de testes de calcinação com perfil térmico da usina 2 da Samarco.

Verificou-se uma correlação significativa entre os valores de percentual da superfície ocupado por vazios e o índice de compressão da pelota queimada. Os resultados demonstraram que não existe correlação entre o percentual de superfície ocupado por vazios e o índice de tamboramento.

Ficou evidenciada a potencialidade do método no controle de qualidade de ensaios experimentais devido a sua simplicidade e disponibilização de resultados em tempo real.

A Figura 5.64 apresenta uma ilustração de detalhes das imagens em pelotas individuais de dois diferentes grupos de qualidade.

A Figura 5.65 e a Figura 5.66 apresentam os conjuntos de imagens dos lotes de pelotas representativos dos testes 93 e 95, respectivamente.



(a) – qualidade ruim de compressão – teste 93



(b) – qualidade boa de compressão – teste 95

Figura 5.64 – Imagem de pelota queimada – testes 93 e 95.

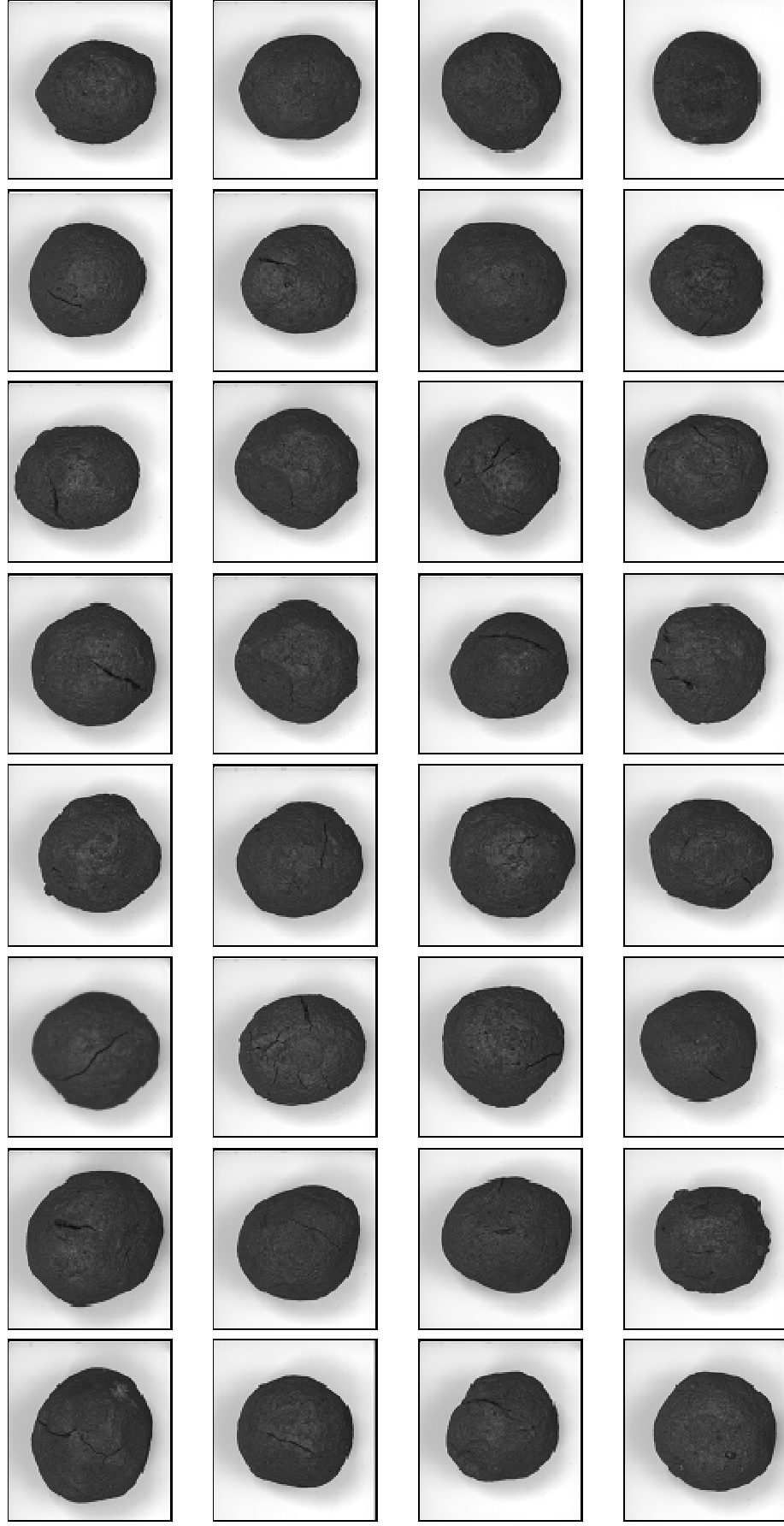


Figura 5.65 – Conjunto de imagens de pelotas queimadas – teste 93.

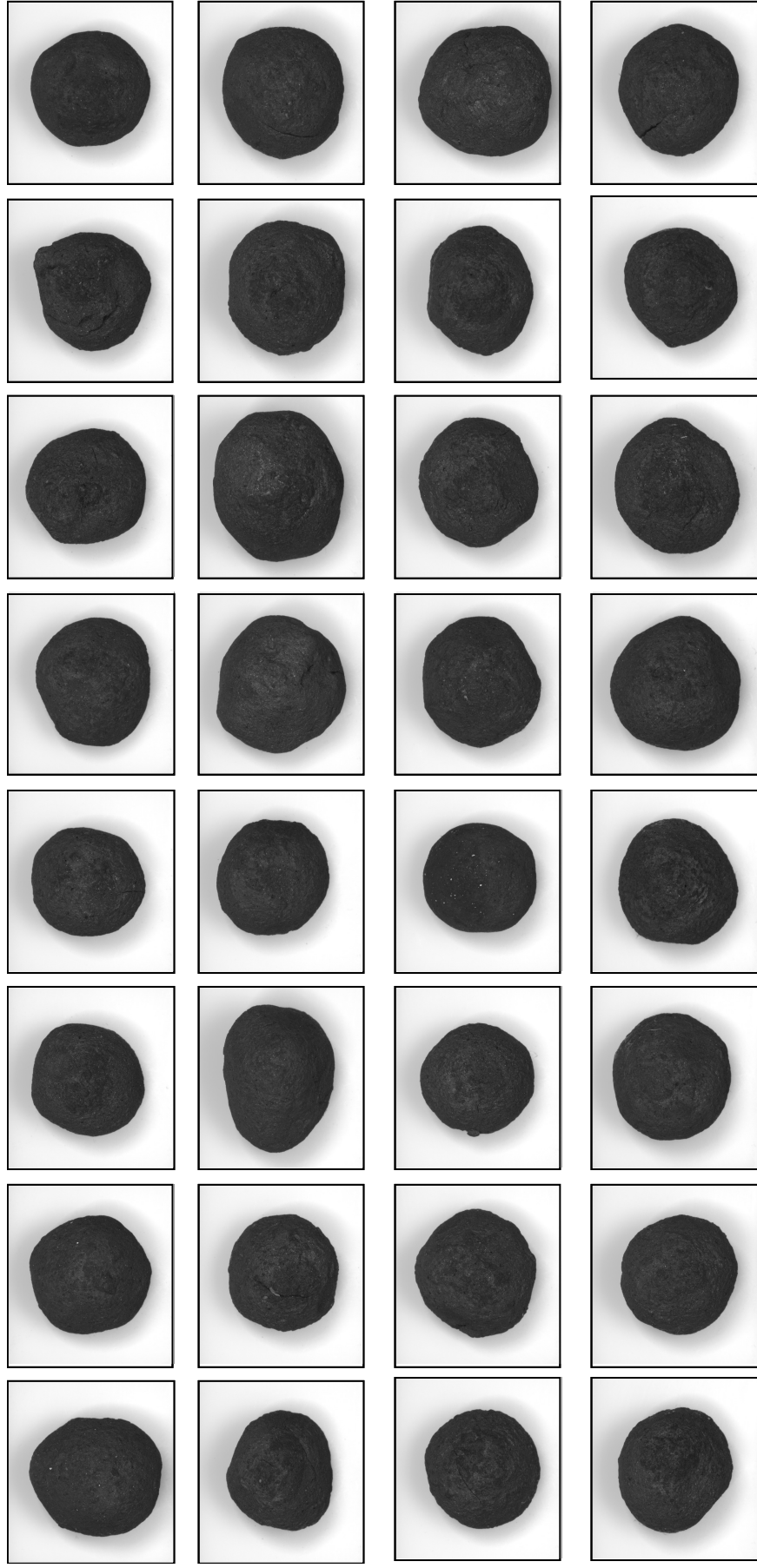


Figura 5.66 – Conjunto de imagens de pelotas queimadas – teste 95.

6. CONCLUSÕES

Estudos piloto de pelotização com amostras de concentrado de minério de ferro com altos valores de PPC na faixa de 3,83 a 4,45% apresentaram impactos negativos significativos na produtividade e qualidade, em diferentes etapas do processo de pelotização, citando-se como valores médios relativos: perda de 30% na produtividade e aumento de 25% na umidade da filtragem; queda de 17% no índice de compressão, queda de 0,4% no índice de tamboramento e elevação de 6% no índice de abrasão de pelotas queimadas. Foram considerados como referências os resultados de testes com amostra de baixo valor de PPC e parâmetros industriais da usina 3 da Samarco.

Estudos preliminares de adequação do processo de pelotização para processamento desses concentrados, por meio de redução na dosagem de carvão e utilização de perfil de queima mais suave que o da usina 3 da Samarco, indicaram melhoria significativa dos resultados, citando-se como valores médios relativos: índice de compressão 8% acima da amostra referência de baixo PPC; queda de 0,4% no índice de tamboramento e elevação de 5% no índice de abrasão de pelotas queimadas. Contudo, foi verificada queda de cerca de 50°C na temperatura máxima da camada inferior do forno e elevação de 28% no desvio padrão da compressão das pelotas queimadas na faixa de 16 a 12,5mm. Os teores de P dessas amostras não atenderam especificações.

Análises químicas e mineralógicas, por faixas de tamanho, demonstraram a ocorrência de acumulações direta e inversa de P, PPC e goethita.

A separação granulométrica por ciclones em concentrado remoído final e a filtragem separada de finos (filtragem a pressão) e de grossos (filtragem a vácuo) se mostraram, de forma preliminar, tecnicamente viáveis.

Os estudos de calcinação a baixa temperatura demonstraram a ocorrência de pico de desidroxilação da goethita em torno de 350°C. Teste em calcinador piloto tipo *flash* demonstrou a viabilidade técnica de utilização dessa tecnologia para concentrados remoídos de minério de ferro.

Análises de porosimetria nas amostras estudadas demonstraram que: amostra de alto valor de PPC têm porosidade cerca de 1,5 vezes maior que a da amostra de referência de baixo valor de PPC; a calcinação de amostra de alto valor de PPC, em baixas temperaturas, visando atingir valores residuais de PPC de 2,50%, ocasionou uma porosidade final cerca de 3 vezes maior que aquela apresentada por amostra de referência, originalmente, com baixo valor de PPC; um forte aumento de porosidade foi observado na calcinação da fração fina do concentrado de alto valor de PPC, com a ocorrência de um aumento na porosidade acima de 5 vezes, em relação à amostra referência de baixo valor de PPC.

Estudos de carga de superfície demonstraram que o grau de calcinação tem pequeno efeito nos valores de potencial zeta. A faixa de PIE's para os materiais calcinados ocorreu entre valores de pH de 6,5 a 7,0. Ajustes de pH com soda, para valores acima de pH 9,0, teve efeito significativo na elevação da carga negativa das partículas. Esse efeito foi confirmado em estudos de dispersão em tubo em escala de bancada.

Estudos de absorção de água por meio de traçado de curvas de densidade aparente em função da umidade demonstraram que, para amostras com alto valor de PPC e/ou calcinadas, ocorreu a necessidade de umidades no pelotamento de até 2%, em valor absoluto, acima de padrão usual (10% para 12%). Esse aumento de umidade se fez necessário para o enchimento dos poros até que água livre para o processo de aglomeração fosse disponibilizada.

Estudos piloto de pelotamento com materiais de alto valor de PPC e/ou calcinados apresentaram resultados CPCU e CPCS acima dos limites mínimos recomendados. Contudo, devido às altas umidades requeridas e altas superfícies específicas intrínsecas a esses materiais, os valores de resiliência das pelotas cruas se apresentaram significativamente mais elevados que os da amostra referência (6 quedas contra 11 a 17 quedas nas amostras de alto PPC e/ou calcinadas).

Os resultados de ensaios piloto de queima de materiais com alto valor de PPC, calcinados, apresentaram-se piores em todas as condições estudadas (perfis de queima,

dosagem de insumos, produtividades), se comparados com aqueles de amostra referência de baixo valor de PPC ou amostras de alto PPC sem calcinação. O efeito da calcinação se mostrou mais sensível na piora do índice de compressão. A calcinação exclusiva de material fino apresentou pior resultado que a calcinação global da amostra tal qual, para o mesmo valor final de PPC.

A porosidade gerada pela calcinação foi, seguramente, o parâmetro de maior impacto no desempenho do processo de pelletização como um todo. Seu efeito negativo se potencializou nas dosagens de carvão mais elevadas, devido à formação de magnetita e consequente geração adicional de trincas.

O estudo de metodologias analíticas alternativas, suscetibilidade magnética e análise de imagem, mostrou-se útil no apoio a trabalhos experimentais, propiciando estimativas em tempo real relativas à geração de magnetita e de porosidade/trincas no processo.

7. CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS AO CONHECIMENTO

Levantamento detalhado e integrado do impacto da utilização de concentrados com altos valores de PPC nas diferentes operações unitárias do processo de pelletização por grelha móvel.

Caracterização da desidroxilação de goethita e de seu impacto nas características de porosidade, estado de dispersão, carga de superfície e absorção de água em concentrados de minérios de ferro com altos valores de PPC.

Caracterização do impacto da calcinação, como operação unitária adicional, na pelletização de concentrado remoído com alto valor de PPC.

8. RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Geração de conhecimentos fundamentais e de dados tecnológicos referenciados em prática industrial, sobre a utilização de minérios com altos valores de PPC em processos de pelletização, propiciando agregação de informações básicas para a continuidade do desenvolvimento de rotas alternativas para o seu aproveitamento, assim como para melhorias incrementais nas rotinas operacionais industriais.

Validação de técnicas analíticas alternativas para utilização em apoio de desenvolvimentos experimentais.

9. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Caracterização do impacto da calcinação, realizada em temperaturas elevadas, na pelotização de materiais com alto valor de PPC.

Verificação da redução do conteúdo de fósforo, a partir das calcinações realizadas nesse estudo, por meio de técnicas de moagem/flotação e lixiviação.

Avaliação da utilização de ciclonagem e filtração a pressão de finos, como alternativa para o aumento de capacidade nas filtrações concentradas de altos valores de PPC.

Avaliação do benefício e aplicabilidade de dosagens de carvão e/ou outros energéticos de forma diferenciada nas camadas e/ou etapas do processo de endurecimento de pelotas.

10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AIZAWA, T., SUWA, Y. Meso-porous modeling for theoretical analysis of sinter ores by the phase-field, unit-cell method, **ISIJ International**, v. 45, n. 4, p. 587-593, 2005.

BALEK, V., ŠUBRT, J. Thermal behaviour of iron(III) oxide hydroxides, **Pure & Appl. Chem.**, v. 67, n. 11, p. 1839-1842, 1995.

BALEK, V., ŠUBRT, J., MITSUHASHI, T., BECKMAN, I. N., GYORYOVÁ, K. Emanation Thermal Analysis, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 67, p. 15-35, 2002.

CASQUET, R. Q. Caracterização mineralógica e tecnológica do minério de ferro itabirítico da mina de alegria sul. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 1996. 240p. Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

CORNELL, R. M., SCHWERTMANN, U. *The iron oxides – structure, properties, reactions, occurrences and uses*. 2.ed. Wiley-VCH GmbH & Co. KGaA, 2003. 664p.

COSTA, A. G. D. Caracterização dos parâmetros intrínsecos de porosidade pelo método de adsorção de nitrogênio de concentrados remoídos de minérios itabiríticos do complexo alegria. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2005. 113p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

COSTA, R. V. P. Otimização da resistência à compressão de pelotas de minério de ferro para redução direta pela aplicação de projeto robusto. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2008. 113p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

DIAMANDESCU, L., MIHĂILĂ-TĂRĂBĂȘANU, D., CALOGERO, S. Mössbauer study of the solid phase transformation $\alpha\text{-FeOOH} \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$, **Material Chemistry and Physics**, v. 48, p. 170-173, 1997.

DING, P., PACEK, A.W. Effect of pH on deagglomeration and rheology/morphology of aqueous suspensions of goethite nanopowder, **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 325, p. 165-172, 2008.

DONDA, J. D. Estudo do comportamento de um itabirito do quadrilátero ferrífero quanto à superfície. São Paulo: Escola Politécnica da USP, 1998. 160p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral da Escola Politécnica da USP.

DONDA, J. D. Um método para prever o consumo específico de energia na (re)moagem de concentrados de minérios de ferro em moinhos de bolas. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2003. 137p. Tese de doutorado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

FAN, H., SONG, B., LI, Q. Thermal behavior of goethite during transformation to hematite, **Materials Chemistry and Physics**, v. 98, p. 148-153, 2006.

DE FARIA, J. L. Dehydration of goethite and diasporite. **Z. Kristallographie**, v. 119, p. 176-203, 1963.

FEITOSA, V. M. N., SILVA, J. S., RABELO, P. J. B., COELHO, L. H. Estudos de caracterização mineralógica e suas implicações no processo da mina de Alegria. In: Simpósio de Geologia de Minas Gerais, 7º, 1993, Belo Horizonte. Anais do workshop geologia estrutural dos minérios de ferro. Belo Horizonte: FAPEMIG, 1993. p. 369-373.

FONSECA, M. C. Influência da distribuição granulométrica do *pellet feed* no processo de aglomeração e na qualidade da pelota de minério de ferro para redução direta. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2004. 126p. Dissertação de mestrado apresentada ao

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

FONSECA, V. O. Envelhecimento de pelotas de minério de ferro com diferentes basicidades e teores de MgO. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2003. 229p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

GILBERT, B., LU, G., KIM, S. C. Stable cluster formation in aqueous suspensions of iron oxihydroxide nanoparticles, **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 313, p. 152-159, 2007.

GONZÁLEZ, G., SAGARZAZU, A., VILLALBA, R. Study of the mechano-chemical transformation of goethite to hematite by TEM and XRD, **Material Research Bulletin**, v. 35, p. 2295-2308, 2000.

GOULART, C. L. Otimização das operações unitárias de espessamento e filtragem da Samarco Mineração S.A. através da metodologia de superfície de resposta. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 1997. 189p. Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

HARRIS, D. C. *Análise química quantitativa*. 5. ed. LTC: Livros Técnicos e Científicos Editora, 2001. 862p.

HIBST, H. Magnetic pigments for recording information, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 74, p. 193-202, 1988.

KAWAGUSHI, T., USUI, T. Summarized achievements of the porous meso-mosaic texture sinter research project, **ISIJ International**, v. 45, n. 4, p. 414-426, 2005.

LANDERS, M., GILKES, R. J., WELLS, M. A. Rapid dehydroxylation of nickelferous goethite in lateritic nickel ore: x-ray diffraction and TEM investigation, **Clays and Clay Material**, v. 57, n. 6, p. 751-770, 2009.

LOO, C. E. A perspective of goethitic ore sintering fundamentals, **ISIJ International**, v. 45, n. 4, p. 436-448, 2005.

LOPES, F. S. Estudo do fenômeno de colagem das pelotas Samarco durante o processo de redução direta. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2004. 136p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

LÓPEZ, F. A., RAMIREZ, M. C., PONS, J. A., LÓPEZ-DELGADO, A., ALGUACIL, F. J. Kinetic study of the thermal decomposition of low-grade nickeliferous laterite ores, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 94, n. 2, p. 517-522, 2008.

MACHIDA, S., NUSHIRO, K., ICHIKAWA, K., NODA, H., SAKAI, H. Experimental evaluation of chemical composition and viscosity of melts during iron ore sintering, **ISIJ International**, v. 45, n. 4, p. 513-521, 2005.

MAGALHÃES, M. S. Minérios de ferro e sínteres industriais: mineralogia, microestruturas, química mineral, comportamento magnético e controle de qualidade. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2003. 355p. Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

MAGALHÃES, M. S., BRANDÃO, P. R., TAVARES, R. P. Types of goethite from quadrilátero ferrífero's iron ores and their implications in the sintering process, **Trans. Inst. Min. Metall. C**, v. 116, n. 1, p. 54-64, 2007.

MANGABEIRA, A. P. A. Avaliação do efeito da porosidade nas etapas de beneficiamento de minérios de ferro da Samarco. Belo Horizonte: Escola de Engenharia

da UFMG, 2009. 134p. Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

VAN DER MAREL, H.W. Gamma ferric oxide in sediments, **Journal of Sedimentary Petrology**, v. 21, n. 1, p. 12-21, 1951.

MATOS, A. P. Influência da temperatura, pressão, produção e granulometria no processo de secagem das pelotas cruas. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2007. 114p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

MITOV, I., PANEVA, D., KUNEV, B. Comparative study of the thermal decomposition of iron oxyhydroxides, **Thermochimica Acta**, v. 386, p. 179-188, 2002.

MOROZOV, V. V., VASIL'EV, S. V. Effect of isomorphic substitutions on the mössbauer and magnetic parameters of goethite, **Mineralogy and Micromorphology of Soils**, v. 43, n. 7, p. 795-801, 2010.

NAONO, H., NAKAI, K., SUEYOSHI, T., YAGI, H. Porous texture in hematite derived from goethite: mechanism of thermal decomposition of goethite, **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 120, n. 2, p. 439-450, 1987.

NETTO, S. M. Caracterização cristaloquímica da incorporação de íons cobre (II) em goethita (α -FeOOH) sintética. Campinas: Instituto de Geociências da UNICAMP, Pós-Graduação na área de Metalogênese, 2001.103p. Tese apresentada ao Instituto de Geociências da UNICAMP.

O'CONNOR, F., CHEUNG, W. H., VALIX, M. Reduction roasting of limonite ores: effects of dehydroxylation, **International Journal of Mineral Processing**, v. 80, p. 88-89, 2006.

OKAZAKI, J., HIGUCHI, K. Marra Mamba ore, its mineralogical properties and evaluation for utilization, **ISIJ International**, v. 45, n. 4, p. 427-435, 2005.

OTAVIANO, M. M. Estudo fenomenológico da deposição de carbono em ferro esponja produzido. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2003. 122p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

OTOMO, T., TAKASAKI, Y., KAWAGUCHI, T. Properties of core ore in quasi-particle required for large amounts usage of limonitic ores in iron ore sintering process, **ISIJ International**, v. 45, n. 4, p. 523-537, 2005.

PARKS, G. A. The isoelectric points of solid oxides, solid hydroxides, and aqueous hydroxo complex systems, **Chem. Rev.**, v. 65, n. 2, p. 177-198, 1965.

PÉREZ-MAQUEDA, L. A., CRIADO, J. M., REAL, C., ŠUBRT, J., BOHÁČEK, J. The use of constant rate thermal analysis (CRTA) for controlling the texture of hematite obtained from thermal decomposition of goethite, **J. Mater. Chem.**, v. 9, p. 1839-1845, 1999.

POURGHARAMANI, P., ALTIN, E., MALLEMBAKAM, M. R., PEUKERT, W., FORSSBERG, E. Microestrutural characterization of hematite during wet and dry millings using Rietveld and XRD line profile analyses, **Powder Technology**, v. 9, p. 1839-1845, 1999.

PRASAD, P. S. R., PRASAD, K. S., CHAITANYA, V. K., BABU, E. V. S. S. K., SREEDHAR, B., MURTHY, S. R. In situ FTIR study on the dehydration of natural goethite, **Journal of Asian Earth Sciences**, v. 27, p. 503-511, 2006.

RABELO, P. J. B. Estudos de caracterização e redução do teor em fósforo do minério de ferro das minas de alegria, Mariana, MG. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da

UFMG, 1994. 2 vol. Dissertação de Mestrado apresentada ao curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

RESENDE, A. J. C. Influência da perda por calcinação na sedimentação de concentrados de minério de ferro da Samarco Mineração S.A. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2009. 68p. Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

RENDON, J. L., CORNEJO, J., DE ARRAMBARRI, P., SERNA, C. J. Pore structure of thermally treated goethite (α -FeOOH), **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 92, n. 2, p. 508-516, 1983.

ROCHA, J. M. P. Caracterização de minérios goethíticos-limoníticos da mina de alegria, MG. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 1997. 257p. Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

ROCHA, J. M. P. Definição da tipologia e caracterização mineralógica e micro estrutural dos itabiritos anfibolíticos das minas de alegria da Samarco Mineração S.A. – Minas Gerais. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2008. 345p. Tese de doutorado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

ROCHESTER, C. H., TOPHAM, S. A. Infrared study of surface hydroxyl groups on goethite, **Journal of Chemical Society**, v. 75, p. 591-602, 1979.

ROSIÉRE, C. A., QUADE, H., CHEMALE JR, F., SIEMES, H. As características mineralógicas, texturais e de anisotropia dos minérios de ferro como parâmetros geometalúrgicos. In: Simpósio Brasileiro de minério de ferro: caracterização, beneficiamento e pelotização, 1º, 1996, Ouro Preto, MG. p. 163-179.

SAMARCO MINERAÇÃO S.A. Considerações gerais sobre o concentrador do projeto terceira pelotização (segundo concentrador germano). DONDA, J. D. 2005. (Relatório Interno).

SAMARCO MINERAÇÃO S.A. Value improvement practices – seleção de tecnologias. ROSA, A. C. 2008. (Relatório Interno).

SAMARCO MINERAÇÃO S.A. Relatório informativo, DIEMME, 2011 a. (Relatório Interno).

SAMARCO MINERAÇÃO S.A. Flash drying and flash calcination of iron ore, FLSmidth, 2011 b. (Relatório Interno).

SANTOS, L.D.; BRANDÃO, P.R.G. Morphological varieties of goethite in iron ores from Minas Gerais, Brasil, **Minerals Engineering**, v. 16, p. 1285-1289, 2003.

SIGG, L., STUMM, W. The interaction of anions and weak acids with the hydrous goethite (α -FeOOH) surface, **Colloid and Surfaces**, v. 2, p. 101-117, 1981.

SILVA, A. M. Caracterização do processo de degradação de uma fibra de poliamida utilizada como meio filtrante na indústria mineral. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2006. 97p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

SILVA, G. A. M. Estudo do estado de agregação de suspensões de um minério de ferro. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 1994. 145p. Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

SOUZA JUNIOR, M. Caracterização mineralógica e tecnológica do minério itabirítico-anfibolítico da jazida de alegria. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG,

1994. 200p. Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG.

TORIBIO, N. M. Estudo das características intrínsecas dos concentrados de minério de ferro do complexo alegria. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2001. 101p. Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT da UFOP.

VERÍSSIMO, C. U. V. Jazida de Alegria: gênese e tipologia dos minérios de ferro; minas 3,4 e 5 – porção ocidental. Rio Claro: Instituto de Geociências e Ciências Exatas da UNESP, 1999. 2 vol. Tese de Doutorado elaborada junto ao Curso de Pós-Graduação em Geociências da UNESP.

WALTER, D., BUXBAUM, G., LAQUA, W. The mechanism of the thermal transformation from goethite to hematite, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 63, p. 733-748, 2001.

WATARI, F., DELAVIGNETTE, P., VAN LANDUYT, J., AMELINCKX, S. Electron microscopic study of dehydration transformations I. Twin formation and mosaic structure in hematite derived from goethite, **Journal of Solid State Chemistry**, v. 29, p. 137-150, 1979 (a).

WATARI, F., DELAVIGNETTE, P., AMELINCKX, S. Electron microscopic study of dehydration transformations II. The formation of “superstructures” on the dehydration of goethite and diasporite, **Journal of Solid State Chemistry**, v. 29, p. 417-427, 1979 (b).

WATARI, F., DELAVIGNETTE, P., AMELINCKX, S. Electron microscopic study of dehydration transformations. Part III: high resolution observation of the reaction process $\text{FeOOH} \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$, **Journal of Solid State Chemistry**, v. 48, p. 49-67, 1983.

YANG, L. X., WITCHARD, D. Sintering of blends containing magnetite concentrate and hematite or/and goethite ores, **ISIJ International**, v. 38, n. 10, p. 1069-1076, 1998.

YANG, L. X., WITCHARD, D., YU, Z. N. Introduction of pisolitic goethite ore into a Chinese ore blend, **ISIJ International**, v. 40, n. 7, p. 647-653, 2000.

ZHANG, W-J., HUO, C-F., FENG, G., LI, Y-W., WANG, J., JIAO, H. Dehydration of goethite to hematite from molecular dynamics simulation, **Journal of Molecular Structure: THEOCHEM**, v. 950, p. 20-26, 2010.

ANEXOS

ANEXO I
RESULTADOS DOS TESTES DE SEDIMENTAÇÃO DE CARACTERIZAÇÃO

PPC da amostra (%)	pH	Dosagem de reagente (ppm)	Velocidade de Sedimentação %Sólidos (cm/min)	Velocidade de Sedimentação R2 (cm/min)	Diâmetro do espessador (m)	Tempo para atingir o início da zona de compactação (min)	Altura do ponto de compactação (cm)
Amostra 10 2,89	7	1	0,263	0,241	31,71	60	19,00
			0,272	0,302	32,22	55	19,68
		2	0,257	0,287	32,51	60	19,76
			0,150	3,762	32,01	70	19,57
		3	0,228	0,251	33,76	60	20,44
			0,227	0,228	33,58	60	20,33
	11,5	1	0,228	0,247	36,08	60	21,28
			0,236	0,247	35,15	55	21,09
		2	0,236	0,238	32,13	75	21,09
			0,243	0,247	32,07	60	21,09
		3	0,236	0,247	34,58	60	21,09
			0,231	0,260	34,93	55	21,47
Amostra 12 3,83	7	1	0,141	0,160	43,88	75	25,65
			0,135	0,136	45,64	90	25,54
		2	0,153	0,114	42,54	75	25,46
			0,143	0,106	44,01	75	25,46
		3	0,176	0,191	40,92	55	23,90
			0,172	0,110	42,17	50	26,33
	11,5	1	0,152	0,167	42,23	75	25,84
			0,161	0,176	40,73	75	24,66
		2	0,150	0,161	41,09	75	25,80
			0,150	0,166	41,24	60	26,52
		3	0,164	0,186	39,41	60	26,26
			0,184	0,204	38,62	55	25,46
Amostra 11 4,45	7	1	0,127	0,076	45,73	75	26,60
			0,113	0,068	46,43	75	26,60
		2	0,131	0,130	43,65	75	26,60
			0,131	0,042	42,79	75	26,98
		3	0,148	0,134	42,02	75	27,17
			0,148	0,087	43,34	75	26,98
	11,5	1	0,158	0,158	40,22	55	25,92
			0,164	0,171	40,09	50	25,65
		2	0,172	0,185	39,36	55	25,54
			0,162	0,174	38,23	60	25,84
		3	0,190	0,076	36,92	60	25,84
			0,150	0,114	41,18	60	25,54

ANEXO II
ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA OS TESTES DE QUEIMA

Response Surface Regression: Comp versus PPC; Produt.; C; Perf.

The analysis was done using uncoded units.

Estimated Regression Coefficients for Comp

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	935,89	142,351	6,575	0,022
PPC	-211,11	72,483	-2,913	0,100
Produt.	-11,20	1,189	-9,418	0,011
C	388,96	92,513	4,204	0,052
Perf.	19,67	4,450	4,420	0,048
PPC*PPC	25,93	9,515	2,725	0,112
C*C	-321,53	51,914	-6,194	0,025

S = 10,8996 PRESS = 3570,82
R-Sq = 99,54% R-Sq(pred) = 93,03% R-Sq(adj) = 98,14%

Analysis of Variance for Comp

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	6	50993,9	50993,9	8498,98	71,54	0,014
Linear	4	45554,7	15965,9	3991,47	33,60	0,029
Square	2	5439,2	5439,2	2719,58	22,89	0,042
Residual Error	2	237,6	237,6	118,80		
Total	8	51231,5				

Response Surface Regression: Tamb versus PPC; Produt.; Perf.

The analysis was done using uncoded units.

Estimated Regression Coefficients for Tamb

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	122,050	7,22681	16,888	0,000
PPC	-12,438	3,80588	-3,268	0,031
Produt.	-0,231	0,06242	-3,700	0,021
Perf.	0,392	0,23364	1,676	0,169
PPC*PPC	1,605	0,49961	3,212	0,033

S = 0,572307 PRESS = 5,71600
R-Sq = 87,37% R-Sq(pred) = 44,91% R-Sq(adj) = 74,74%

Analysis of Variance for Tamb

Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	4	9,0649	9,06486	2,26621	6,92	0,044
Linear	3	5,6849	8,90158	2,96719	9,06	0,030
Square	1	3,3800	3,38000	3,38000	10,32	0,033
Residual Error	4	1,3101	1,31014	0,32754		
Total	8	10,3750				

ANEXO III
AMOSTRAS DE 1 A 4 – CONCENTRADO CONVECCIONAL INDUSTRIAL
TABELAS DE ANÁLISES MINERALÓGICAS POR FAIXA

Amostra	Análise Granulométrica				Análise Mineralógica (%)			
	Abertura (µm)	% Retida	% Retida acum.	% Passante	Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita
Amostra 1	210	5,59	5,59	94,41	5,46	36,68	44,02	1,93
	150	8,93	14,52	85,48	8,89	46,10	37,02	2,34
	105	11,48	25,99	74,01	13,12	51,47	29,53	3,10
	74	11,01	37,01	62,99	12,53	55,67	28,04	2,99
	53	16,11	53,11	46,89	22,17	50,61	23,98	2,89
	44	7,49	60,60	39,40	29,42	45,33	21,33	3,12
	37	2,23	62,84	37,16	33,81	43,66	20,13	2,08
	25,8	19,07	81,90	18,10	44,71	39,93	12,07	3,23
	19,1	8,83	90,73	9,27	44,04	40,16	12,70	2,88
	13,1	4,01	94,75	5,25	41,09	14,94	32,22	10,49
	9,4	3,76	98,51	1,49				
	-9,40	1,49	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	26,74	43,27	24,56	3,59
Amostra 2	105	0,83	0,83	99,17	-	-	-	-
	74	2,38	3,21	96,8	9,9	42,7	41,3	5,0
	53	11,95	15,16	84,8	15,4	48,7	31,7	3,7
	44	3,25	18,41	81,6	13,16	55,17	28,28	2,32
	37	1,39	19,80	80,2	28,21	44,96	22,05	4,53
	25,8	22,51	42,31	57,7	38,09	41,16	15,19	5,31
	19,1	14,58	56,90	43,1	35,86	42,49	16,38	4,84
	13,1	15,38	72,28	27,7	37,75	35,02	22,81	3,40
	9,4	7,69	79,97	20,0				
	7,50	3,77	83,73	16,3				
	-7,50	16,26	100,00	0,0				
	Total	-	-	-	33,06	40,17	21,98	4,11
Amostra 3	105	0,72	0,72	99,28	12,90	38,10	41,00	2,7
	74	2,85	3,57	96,4	3,36	43,64	48,47	2,85
	53	17,11	20,68	79,3	24,74	43,34	28,69	2,9
	44	2,16	22,83	77,2	23,11	45,33	27,51	3,24
	37	1,37	24,20	75,8	30,42	46,23	20,31	2,65
	25,8	26,66	50,86	49,1	40,84	41,06	11,66	5,78
	19,1	14,54	65,40	34,6	41,32	36,54	18,67	3,46
	13,1	14,39	79,78	20,2	41,63	34,27	24,57	0,00
	9,4	6,59	86,37	13,6				
	7,5	2,65	89,02	11,0				
	-7,5	10,98	100,00	0,0				
	Total	-	-	-	36,64	38,66	21,78	2,74
Amostra 4	105	1,58	1,58	98,42	10,61	37,76	43,49	3,84
	74	4,05	5,63	94,4	13,00	42,90	38,10	5,00
	53	16,75	22,38	77,6	19,80	48,65	27,42	3,65
	44	3,36	25,74	74,3	9,77	61,01	25,22	2,97
	37	1,30	27,04	73,0	23	52,6	22,7	1,5
	25,8	26,09	53,13	46,9	37,94	44,97	13,55	3,14
	19,1	13,92	67,05	32,9	32,10	43,00	20,94	3,95
	13,1	13,41	80,46	19,5	34,56	33,46	28,70	2,49
	9,4	6,41	86,88	13,1				
	7,5	6,41	93,29	6,7				
	-7,5	6,70	100,00	0,0				
	Total	-	-	-	30,39	41,96	23,87	3,18

Amostra	Análise Granulométrica				Distribuição Simples (%)			
	Abertura (µm)	% Retida	% Retida acum.	% Passante	Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita
Amostra 1	74	11,01	37,01	62,99	14,90	42,07	49,84	27,91
	53	16,11	53,11	46,89	13,36	18,84	15,73	12,97
	44	7,49	60,60	39,40	8,24	7,85	6,50	6,51
	37	2,23	62,84	37,16	2,82	2,25	1,83	1,29
	25,8	19,07	81,90	18,10	31,88	17,59	9,37	17,17
	19,1	8,83	90,73	9,27	14,55	8,20	4,57	7,09
	13,1	4,01	94,75	5,25	14,24	3,20	12,15	27,07
	9,4	3,76	98,51	1,49				
	-9,40	1,49	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 2	74	2,38	3,21	96,8	0,96	3,41	6,04	3,89
	53	11,95	15,16	84,8	5,58	14,50	17,24	10,86
	44	3,25	18,41	81,6	1,29	4,46	4,18	1,83
	37	1,39	19,80	80,2	1,18	1,55	1,39	1,53
	25,8	22,51	42,31	57,7	25,94	23,07	15,56	29,07
	19,1	14,58	56,90	43,1	15,81	15,42	10,87	17,17
	13,1	15,38	72,28	27,7	49,22	37,58	44,72	35,65
	9,4	7,69	79,97	20,0				
	7,50	3,77	83,73	16,3				
	-7,50	16,26	100,00	0,0				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 3	74	2,85	3,57	96,4	0,51	3,93	7,70	3,67
	53	17,11	20,68	79,3	11,55	19,18	22,54	18,07
	44	2,16	22,83	77,2	1,36	2,53	2,72	2,55
	37	1,37	24,20	75,8	1,14	1,63	1,27	1,32
	25,8	26,66	50,86	49,1	29,72	28,31	14,27	56,09
	19,1	14,54	65,40	34,6	16,40	13,74	12,47	18,30
	13,1	14,39	79,78	20,2	39,32	30,68	39,03	0,00
	9,4	6,59	86,37	13,6				
	7,5	2,65	89,02	11,0				
	-7,5	10,98	100,00	0,0				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 4	74	4,05	5,63	94,4	2,28	5,56	9,34	8,27
	53	16,75	22,38	77,6	10,91	19,42	19,24	19,23
	44	3,36	25,74	74,3	1,08	4,89	3,55	3,14
	37	1,30	27,04	73,0	0,99	1,64	1,24	0,61
	25,8	26,09	53,13	46,9	32,57	27,96	14,81	25,71
	19,1	13,92	67,05	32,9	14,70	14,26	12,21	17,27
	13,1	13,41	80,46	19,5	37,47	26,27	39,61	25,78
	9,4	6,41	86,88	13,1				
	7,5	6,41	93,29	6,7				
	-7,5	6,70	100,00	0,0				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00

ANEXO IV (A)
AMOSTRAS DE 5 A 8 – CONCENTRADO REMOÍDO INDUSTRIAL
TABELAS DE ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS E ANÁLISES QUÍMICAS
POR FAIXA

Amostra	Análise Granulométrica				Análise Química (%)				
	Abertura (µm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 5	105	1,40	1,40	98,60	45,55	29,38	0,91	0,049	4,42
	74	3,34	4,74	95,26	63,84	2,80	0,68	0,060	5,05
	53	17,46	22,20	77,80	65,85	1,48	0,41	0,048	3,79
	44	2,32	24,52	75,48	66,80	0,92	0,32	0,041	3,10
	37	1,53	26,05	73,95	67,08	0,85	0,29	0,038	2,83
	25,8	24,38	50,43	49,57	67,93	0,56	0,18	0,035	1,99
	19,1	13,59	64,02	35,98	67,34	0,63	0,29	0,045	2,56
	13,1	13,45	77,47	22,53	67,06	0,67	0,34	0,050	2,86
	9,4	6,72	84,19	15,81	66,64	0,74	0,38	0,055	3,33
	7,5	3,18	87,37	12,63	66,15	0,87	0,41	0,064	3,81
	-7,5	12,63	100,00	-	62,82	2,47	0,68	0,146	5,94
	Total	-	-	-	66,09	1,50	0,37	0,058	3,32
Amostra 6	105	0,83	0,83	99,17	53,10	17,97	0,94	0,058	5,02
	74	2,38	3,21	96,79	64,37	2,52	0,60	0,059	4,65
	53	11,95	15,16	84,84	65,95	1,40	0,40	0,050	3,74
	44	3,25	18,41	81,59	66,52	1,10	0,33	0,042	3,30
	37	1,39	19,80	80,20	66,90	1,00	0,29	0,039	2,92
	25,8	22,51	42,31	57,69	68,00	0,56	0,17	0,033	1,89
	19,1	14,58	56,90	43,10	67,58	0,61	0,24	0,037	2,33
	13,1	15,38	72,28	27,72	67,36	0,63	0,29	0,041	2,57
	9,4	7,69	79,97	20,03	66,97	0,69	0,33	0,048	3,01
	7,5	3,77	83,73	16,27	66,43	0,91	0,37	0,055	3,50
	-7,5	16,26	100,00	-	64,00	2,08	0,69	0,114	5,03
	Total	-	-	-	66,53	1,16	0,35	0,053	3,09
Amostra 7	105	0,72	0,72	99,28	53,25	17,30	0,95	0,059	5,44
	74	2,85	3,57	96,43	64,25	2,21	0,57	0,060	5,15
	53	17,11	20,68	79,32	65,96	1,48	0,31	0,041	3,74
	44	2,16	22,83	77,17	66,73	1,06	0,34	0,045	3,03
	37	1,37	24,20	75,80	67,08	1,00	0,27	0,037	2,68
	25,8	26,66	50,86	49,14	68,10	0,50	0,18	0,035	1,72
	19,1	14,54	65,40	34,60	67,55	0,59	0,24	0,046	2,34
	13,1	14,39	79,78	20,22	67,25	0,64	0,29	0,053	2,65
	9,4	6,59	86,37	13,63	66,78	0,70	0,33	0,059	3,22
	7,5	2,65	89,02	10,98	66,30	0,80	0,37	0,068	3,73
	-7,5	10,98	100,00	-	60,44	4,67	0,97	0,175	6,38
	Total	-	-	-	66,30	1,37	0,35	0,06	3,12
Amostra 8	105	1,58	1,58	98,42	57,46	11,90	0,57	0,064	5,19
	74	4,05	5,63	94,37	64,61	2,22	0,43	0,062	4,78
	53	16,75	22,38	77,62	66,10	1,26	0,32	0,052	3,75
	44	3,36	25,74	74,26	66,84	0,96	0,26	0,043	3,06
	37	1,30	27,04	72,96	67,08	0,84	0,25	0,041	2,84
	25,8	26,09	53,13	46,87	67,88	0,56	0,19	0,035	1,98
	19,1	13,92	67,05	32,95	67,27	0,65	0,25	0,044	2,70
	13,1	13,41	80,46	19,54	67,05	0,69	0,29	0,047	2,93
	9,4	6,41	86,88	13,12	66,60	0,76	0,32	0,055	3,43
	7,5	6,41	93,29	6,71	66,28	0,81	0,34	0,061	3,80
	-7,5	6,70	100,00	-	62,42	3,20	0,57	0,139	5,53
	Total	-	-	-	66,49	1,18	0,30	0,05	3,16

Amostra	Análise Granulométrica				Distribuição Simples (%)				
	Abertura (μm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 5	105	1,40	1,40	98,60	0,96	27,43	3,42	1,18	1,86
	74	3,34	4,74	95,26	3,23	6,24	6,10	3,45	5,08
	53	17,46	22,20	77,80	17,40	17,24	19,22	14,41	19,93
	44	2,32	24,52	75,48	2,34	1,42	1,99	1,63	2,16
	37	1,53	26,05	73,95	1,55	0,87	1,19	1,00	1,30
	25,8	24,38	50,43	49,57	25,06	9,11	11,78	14,67	14,61
	19,1	13,59	64,02	35,98	13,85	5,71	10,59	10,52	10,48
	13,1	13,45	77,47	22,53	13,64	6,01	12,28	11,56	11,58
	9,4	6,72	84,19	15,81	6,78	3,32	6,86	6,36	6,74
	7,5	3,18	87,37	12,63	3,18	1,84	3,50	3,50	3,65
	-7,5	12,63	100,00	-	12,01	20,81	23,07	31,72	22,60
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 6	105	0,83	0,83	99,17	0,66	12,82	2,20	0,90	1,35
	74	2,38	3,21	96,79	2,30	5,15	4,03	2,64	3,58
	53	11,95	15,16	84,84	11,85	14,38	13,51	11,23	14,47
	44	3,25	18,41	81,59	3,25	3,07	3,03	2,57	3,47
	37	1,39	19,80	80,20	1,39	1,19	1,14	1,02	1,31
	25,8	22,51	42,31	57,69	23,01	10,83	10,81	13,96	13,77
	19,1	14,58	56,90	43,10	14,81	7,64	9,88	10,14	11,00
	13,1	15,38	72,28	27,72	15,57	8,33	12,60	11,85	12,80
	9,4	7,69	79,97	20,03	7,74	4,56	7,17	6,94	7,49
	7,5	3,77	83,73	16,27	3,76	2,94	3,94	3,89	4,27
	-7,5	16,26	100,00	-	15,64	29,07	31,70	34,85	26,48
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 7	105	0,72	0,72	99,28	0,58	9,10	1,96	0,72	1,26
	74	2,85	3,57	96,43	2,76	4,60	4,64	2,89	4,70
	53	17,11	20,68	79,32	17,02	18,50	15,16	11,85	20,51
	44	2,16	22,83	77,17	2,17	1,67	2,10	1,64	2,10
	37	1,37	24,20	75,80	1,38	1,00	1,06	0,85	1,17
	25,8	26,66	50,86	49,14	27,38	9,74	13,72	15,77	14,70
	19,1	14,54	65,40	34,60	14,81	6,27	9,98	11,30	10,91
	13,1	14,39	79,78	20,22	14,60	6,73	11,93	12,89	12,22
	9,4	6,59	86,37	13,63	6,64	3,37	6,22	6,57	6,80
	7,5	2,65	89,02	10,98	2,65	1,55	2,80	3,05	3,17
	-7,5	10,98	100,00	-	10,01	37,47	30,45	32,47	22,46
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 8	105	1,58	1,58	98,42	1,37	15,98	3,04	1,93	2,59
	74	4,05	5,63	94,37	3,94	7,64	5,89	4,78	6,12
	53	16,75	22,38	77,62	16,65	17,94	18,12	16,58	19,85
	44	3,36	25,74	74,26	3,38	2,74	2,95	2,75	3,25
	37	1,30	27,04	72,96	1,32	0,93	1,10	1,02	1,17
	25,8	26,09	53,13	46,87	26,64	12,42	16,76	17,38	16,33
	19,1	13,92	67,05	32,95	14,08	7,69	11,76	11,66	11,88
	13,1	13,41	80,46	19,54	13,52	7,86	13,15	12,00	12,42
	9,4	6,41	86,88	13,12	6,42	4,14	6,94	6,72	6,95
	7,5	6,41	93,29	6,71	6,39	4,42	7,37	7,45	7,70
	-7,5	6,70	100,00	-	6,29	18,24	12,92	17,74	11,72
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Amostra	Abertura (μm)	Distribuição Acumulada Direta (%)					Distribuição Acumulada Inversa (%)				
		Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 5	105	0,96	27,43	3,42	1,18	1,86	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	74	4,19	33,68	9,52	4,63	6,95	99,04	72,57	96,58	98,82	98,14
	53	21,59	50,91	28,75	19,04	26,88	95,81	66,32	90,48	95,37	93,05
	44	23,93	52,33	30,74	20,67	29,04	78,41	49,09	71,25	80,96	73,12
	37	25,48	53,20	31,93	21,67	30,34	76,07	47,67	69,26	79,33	70,96
	25,8	50,54	62,31	43,71	36,35	44,95	74,52	46,80	68,07	78,33	69,66
	19,1	64,39	68,02	54,30	46,87	55,43	49,46	37,69	56,29	63,65	55,05
	13,1	78,03	74,03	66,57	58,43	67,01	35,61	31,98	45,70	53,13	44,57
	9,4	84,81	77,34	73,43	64,79	73,76	21,97	25,97	33,43	41,57	32,99
	7,5	87,99	79,19	76,93	68,28	77,40	15,19	22,66	26,57	35,21	26,24
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	12,01	20,81	23,07	31,72	22,60
Amostra 6	105	0,66	12,82	2,20	0,90	1,35	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	74	2,97	17,97	6,24	3,54	4,93	99,34	87,18	97,80	99,10	98,65
	53	14,82	32,35	19,74	14,78	19,40	97,03	82,03	93,76	96,46	95,07
	44	18,06	35,43	22,77	17,34	22,88	85,18	67,65	80,26	85,22	80,60
	37	19,46	36,62	23,91	18,36	24,19	81,94	64,57	77,23	82,66	77,12
	25,8	42,47	47,45	34,72	32,32	37,96	80,54	63,38	76,09	81,64	75,81
	19,1	57,28	55,10	44,60	42,47	48,96	57,53	52,55	65,28	67,68	62,04
	13,1	72,85	63,42	57,20	54,32	61,76	42,72	44,90	55,40	57,53	51,04
	9,4	80,60	67,98	64,37	61,26	69,25	27,15	36,58	42,80	45,68	38,24
	7,5	84,36	70,93	68,30	65,15	73,52	19,40	32,02	35,63	38,74	30,75
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	15,64	29,07	31,70	34,85	26,48
Amostra 7	105	0,58	9,10	1,96	0,72	1,26	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	74	3,34	13,70	6,60	3,61	5,96	99,42	90,90	98,04	99,28	98,74
	53	20,36	32,20	21,76	15,46	26,47	96,66	86,30	93,40	96,39	94,04
	44	22,53	33,87	23,85	17,10	28,57	79,64	67,80	78,24	84,54	73,53
	37	23,91	34,87	24,91	17,95	29,74	77,47	66,13	76,15	82,90	71,43
	25,8	51,29	44,61	38,63	33,72	44,44	76,09	65,13	75,09	82,05	70,26
	19,1	66,11	50,88	48,60	45,02	55,35	48,71	55,39	61,37	66,28	55,56
	13,1	80,70	57,61	60,53	57,91	67,57	33,89	49,12	51,40	54,98	44,65
	9,4	87,34	60,98	66,75	64,48	74,37	19,30	42,39	39,47	42,09	32,43
	7,5	89,99	62,53	69,55	67,53	77,54	12,66	39,02	33,25	35,52	25,63
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	10,01	37,47	30,45	32,47	22,46
Amostra 8	105	1,37	15,98	3,04	1,93	2,59	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
	74	5,30	23,62	8,93	6,70	8,71	98,63	84,02	96,96	98,07	97,41
	53	21,95	41,56	27,05	23,28	28,57	94,70	76,38	91,07	93,30	91,29
	44	25,33	44,30	30,00	26,03	31,82	78,05	58,44	72,95	76,72	71,43
	37	26,64	45,23	31,10	27,05	32,99	74,67	55,70	70,00	73,97	68,18
	25,8	53,28	57,65	47,86	44,44	49,32	73,36	54,77	68,90	72,95	67,01
	19,1	67,36	65,34	59,63	56,10	61,20	46,72	42,35	52,14	55,56	50,68
	13,1	80,89	73,21	72,77	68,10	73,62	32,64	34,66	40,37	43,90	38,80
	9,4	87,31	77,35	79,71	74,81	80,57	19,11	26,79	27,23	31,90	26,38
	7,5	93,71	81,76	87,08	82,26	88,28	12,69	22,65	20,29	25,19	19,43
	-7,5	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	6,29	18,24	12,92	17,74	11,72

Amostra	Abertura (μm)	(Dist. Acum. Direta) / (Massa Acum.)					(Dist.Acum.Inversa) / (Massas Acum.)				
		Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 5	105	0,69	19,60	2,44	0,84	1,33	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	74	0,88	7,10	2,01	0,98	1,46	1,00	0,74	0,98	1,00	1,00
	53	0,97	2,29	1,29	0,86	1,21	1,01	0,70	0,95	1,00	0,98
	44	0,98	2,13	1,25	0,84	1,18	1,01	0,63	0,92	1,04	0,94
	37	0,98	2,04	1,23	0,83	1,16	1,01	0,63	0,92	1,05	0,94
	25,8	1,00	1,24	0,87	0,72	0,89	1,01	0,63	0,92	1,06	0,94
	19,1	1,01	1,06	0,85	0,73	0,87	1,00	0,76	1,14	1,28	1,11
	13,1	1,01	0,96	0,86	0,75	0,87	0,99	0,89	1,27	1,48	1,24
	9,4	1,01	0,92	0,87	0,77	0,88	0,97	1,15	1,48	1,84	1,46
	7,5	1,01	0,91	0,88	0,78	0,89	0,96	1,43	1,68	2,23	1,66
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,95	1,65	1,83	2,51	1,79
Amostra 6	105	0,80	15,44	2,65	1,09	1,63	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	74	0,92	5,60	1,94	1,10	1,54	1,00	0,88	0,99	1,00	0,99
	53	0,98	2,13	1,30	0,97	1,28	1,00	0,85	0,97	1,00	0,98
	44	0,98	1,92	1,24	0,94	1,24	1,00	0,80	0,95	1,00	0,95
	37	0,98	1,85	1,21	0,93	1,22	1,00	0,79	0,95	1,01	0,95
	25,8	1,00	1,12	0,82	0,76	0,90	1,00	0,79	0,95	1,02	0,95
	19,1	1,01	0,97	0,78	0,75	0,86	1,00	0,91	1,13	1,17	1,08
	13,1	1,01	0,88	0,79	0,75	0,85	0,99	1,04	1,29	1,33	1,18
	9,4	1,01	0,85	0,80	0,77	0,87	0,98	1,32	1,54	1,65	1,38
	7,5	1,01	0,85	0,82	0,78	0,88	0,97	1,60	1,78	1,93	1,54
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,96	1,79	1,95	2,14	1,63
Amostra 7	105	0,80	12,64	2,72	1,00	1,74	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	74	0,94	3,84	1,85	1,01	1,67	1,00	0,92	0,99	1,00	0,99
	53	0,98	1,56	1,05	0,75	1,28	1,00	0,89	0,97	1,00	0,98
	44	0,99	1,48	1,04	0,75	1,25	1,00	0,85	0,99	1,07	0,93
	37	0,99	1,44	1,03	0,74	1,23	1,00	0,86	0,99	1,07	0,93
	25,8	1,01	0,88	0,76	0,66	0,87	1,00	0,86	0,99	1,08	0,93
	19,1	1,01	0,78	0,74	0,69	0,85	0,99	1,13	1,25	1,35	1,13
	13,1	1,01	0,72	0,76	0,73	0,85	0,98	1,42	1,49	1,59	1,29
	9,4	1,01	0,71	0,77	0,75	0,86	0,95	2,10	1,95	2,08	1,60
	7,5	1,01	0,70	0,78	0,76	0,87	0,93	2,86	2,44	2,61	1,88
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,91	3,41	2,77	2,96	2,05
Amostra 8	105	0,86	10,11	1,93	1,22	1,64	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	74	0,94	4,20	1,59	1,19	1,55	1,00	0,85	0,99	1,00	0,99
	53	0,98	1,86	1,21	1,04	1,28	1,00	0,81	0,97	0,99	0,97
	44	0,98	1,72	1,17	1,01	1,24	1,01	0,75	0,94	0,99	0,92
	37	0,99	1,67	1,15	1,00	1,22	1,01	0,75	0,94	1,00	0,92
	25,8	1,00	1,09	0,90	0,84	0,93	1,01	0,75	0,94	1,00	0,92
	19,1	1,00	0,97	0,89	0,84	0,91	1,00	0,90	1,11	1,19	1,08
	13,1	1,01	0,91	0,90	0,85	0,91	0,99	1,05	1,23	1,33	1,18
	9,4	1,01	0,89	0,92	0,86	0,93	0,98	1,37	1,39	1,63	1,35
	7,5	1,00	0,88	0,93	0,88	0,95	0,97	1,73	1,55	1,92	1,48
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,94	2,72	1,93	2,65	1,75
Média	105	0,79	14,45	2,44	1,04	1,59	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
	74	0,92	5,18	1,85	1,07	1,55	1,00	0,85	0,98	1,00	0,99
	53	0,98	1,96	1,21	0,91	1,26	1,00	0,81	0,96	1,00	0,98
	44	0,98	1,82	1,18	0,89	1,23	1,01	0,76	0,95	1,02	0,93
	37	0,98	1,75	1,15	0,88	1,21	1,01	0,76	0,95	1,03	0,93
	25,8	1,00	1,08	0,84	0,75	0,90	1,01	0,76	0,95	1,04	0,93
	19,1	1,01	0,95	0,82	0,75	0,87	1,00	0,93	1,16	1,25	1,10
	13,1	1,01	0,87	0,83	0,77	0,87	0,99	1,10	1,32	1,43	1,22
	9,4	1,01	0,84	0,84	0,79	0,88	0,97	1,49	1,59	1,80	1,45
	7,5	1,01	0,83	0,85	0,80	0,90	0,96	1,91	1,86	2,17	1,64
	-7,5	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	0,94	2,39	2,12	2,56	1,80

ANEXO IV(B)
AMOSTRAS DE 5 A 8 – CONCENTRADO REMOÍDO INDUSTRIAL
TABELAS DE ANÁLISES MINERALÓGICAS POR FAIXA

Amostra	Análise Granulométrica				Análise Mineralógica (%)			
	Abertura (µm)	% Retida	% Retida acum.	% Passante	Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita
Amostra 5	74	3,34	4,74	95,26	4,93	49,39	40,81	3,62
	53	17,46	22,20	77,80	17,88	50,00	29,10	2,89
	44	2,32	24,52	75,48	19,63	49,04	28,31	2,56
	37	1,53	26,05	73,95	20,34	54,53	22,06	2,65
	25,8	24,38	50,43	49,57	36,52	45,44	14,15	3,70
	19,1	13,59	64,02	35,98	32,45	45,39	17,76	4,30
	13,1	13,45	77,47	22,53	30,21	38,59	29,95	1,62
	9,4	6,72	84,19	15,81				
	7,5	3,18	87,37	12,63				
	-7,5	12,63	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	28,30	44,18	24,65	2,85
Amostra 6	105	0,83	0,83	99,17	-	-	-	-
	74	2,38	3,21	96,79	9,90	42,67	41,33	4,98
	53	11,95	15,16	84,84	15,44	48,72	31,71	3,74
	44	3,25	18,41	81,59	13,16	55,17	28,28	2,32
	37	1,39	19,80	80,20	28,21	44,96	22,05	4,53
	25,8	22,51	42,31	57,69	38,09	41,16	15,19	5,31
	19,1	14,58	56,90	43,10	35,86	42,49	16,38	4,84
	13,1	15,38	72,28	27,72	37,75	35,02	22,81	3,40
	9,4	7,69	79,97	20,03				
	7,5	3,77	83,73	16,27				
	-7,5	16,26	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	33,06	40,17	21,98	4,11
Amostra 7	105	0,72	0,72	99,28	12,90	38,10	41,00	2,70
	74	2,85	3,57	96,43	3,36	43,64	48,47	2,85
	53	17,11	20,68	79,32	24,74	43,34	28,69	2,90
	44	2,16	22,83	77,17	23,11	45,33	27,51	3,24
	37	1,37	24,20	75,80	30,42	46,23	20,31	2,65
	25,8	26,66	50,86	49,14	40,84	41,06	11,66	5,78
	19,1	14,54	65,40	34,60	41,32	36,54	18,67	3,46
	13,1	14,39	79,78	20,22	41,63	34,27	24,57	0,00
	9,4	6,59	86,37	13,63				
	7,5	2,65	89,02	10,98				
	-7,5	10,98	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	36,64	38,66	21,78	2,74
Amostra 8	105	1,58	1,58	98,42	10,61	37,76	43,49	3,84
	74	4,05	5,63	94,37	13,00	42,90	38,10	5,00
	53	16,75	22,38	77,62	19,80	48,65	27,42	3,65
	44	3,36	25,74	74,26	9,77	61,01	25,22	2,97
	37	1,30	27,04	72,96	23,00	52,60	22,70	1,50
	25,8	26,09	53,13	46,87	37,94	44,97	13,55	3,14
	19,1	13,92	67,05	32,95	32,10	43,00	20,94	3,95
	13,1	13,41	80,46	19,54	34,56	33,46	28,70	2,49
	9,4	6,41	86,88	13,12				
	7,5	6,41	93,29	6,71				
	-7,5	6,70	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	30,39	41,96	23,87	3,18

Amostra	Análise Granulométrica				Distribuição Simples (%)			
	Abertura (µm)	% Retida	% Retida acum.	% Passante	Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita
Amostra 5	105	1,40	1,40	98,60	0,00	0,00	0,00	0,00
	74	3,34	4,74	95,26	0,83	5,30	7,85	6,03
	53	17,46	22,20	77,80	11,03	19,76	20,61	17,74
	44	2,32	24,52	75,48	1,61	2,57	2,66	2,08
	37	1,53	26,05	73,95	1,10	1,89	1,37	1,42
	25,8	24,38	50,43	49,57	31,46	25,08	14,00	31,72
	19,1	13,59	64,02	35,98	15,58	13,97	9,79	20,54
	13,1	13,45	77,47	22,53	38,40	31,43	43,71	20,47
	9,4	6,72	84,19	15,81				
	7,5	3,18	87,37	12,63				
	-7,5	12,63	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 6	105	0,83	0,83	99,17	0,00	0,00	0,00	0,00
	74	2,38	3,21	96,79	0,96	3,41	6,04	3,89
	53	11,95	15,16	84,84	5,58	14,50	17,24	10,86
	44	3,25	18,41	81,59	1,29	4,46	4,18	1,83
	37	1,39	19,80	80,20	1,18	1,55	1,39	1,53
	25,8	22,51	42,31	57,69	25,94	23,07	15,56	29,07
	19,1	14,58	56,90	43,10	15,81	15,42	10,87	17,17
	13,1	15,38	72,28	27,72	49,22	37,58	44,72	35,65
	9,4	7,69	79,97	20,03				
	7,5	3,77	83,73	16,27				
	-7,5	16,26	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 7	105	0,72	0,72	99,28	0,00	0,00	0,00	0,00
	74	2,85	3,57	96,43	0,51	3,93	7,70	3,67
	53	17,11	20,68	79,32	11,55	19,18	22,54	18,07
	44	2,16	22,83	77,17	1,36	2,53	2,72	2,55
	37	1,37	24,20	75,80	1,14	1,63	1,27	1,32
	25,8	26,66	50,86	49,14	29,72	28,31	14,27	56,09
	19,1	14,54	65,40	34,60	16,40	13,74	12,47	18,30
	13,1	14,39	79,78	20,22	39,32	30,68	39,03	0,00
	9,4	6,59	86,37	13,63				
	7,5	2,65	89,02	10,98				
	-7,5	10,98	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00
Amostra 8	105	1,58	1,58	98,42	0,00	0,00	0,00	0,00
	74	4,05	5,63	94,37	2,28	5,56	9,34	8,27
	53	16,75	22,38	77,62	10,91	19,42	19,24	19,23
	44	3,36	25,74	74,26	1,08	4,89	3,55	3,14
	37	1,30	27,04	72,96	0,99	1,64	1,24	0,61
	25,8	26,09	53,13	46,87	32,57	27,96	14,81	25,71
	19,1	13,92	67,05	32,95	14,70	14,26	12,21	17,27
	13,1	13,41	80,46	19,54	37,47	26,27	39,61	25,78
	9,4	6,41	86,88	13,12				
	7,5	6,41	93,29	6,71				
	-7,5	6,70	100,00	0,00				
	Total	-	-	-	100,00	100,00	100,00	100,00

Amostra	Abertura (μm)	(Dist. acum. direta) / (Massas Acum.)					(Dist. acum. inversa) / (Massas Acum.)			
		Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita	Quartzo	Hematita especular	Hematita porosa	Goethita	Magnetita
Amostra 5	74	0,17	1,12	1,66	1,27	11,96	1,05	1,05	1,05	1,05
	53	0,53	1,13	1,28	1,07	3,61	1,27	1,22	1,18	1,21
	44	0,55	1,13	1,27	1,05	3,56	1,17	0,99	0,95	1,01
	37	0,56	1,13	1,25	1,05	3,35	1,17	0,98	0,93	1,00
	25,8	0,91	1,08	0,92	1,17	1,73	1,72	1,42	1,36	1,47
	19,1	0,96	1,07	0,88	1,24	1,56	1,50	1,26	1,49	1,14
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,70	1,39	1,94	0,91
Amostra 6	74	0,30	1,06	1,88	1,21	5,96	1,03	1,03	1,03	1,03
	53	0,43	1,18	1,54	0,97	4,08	1,17	1,14	1,11	1,13
	44	0,43	1,21	1,49	0,90	3,82	1,15	1,01	0,94	1,04
	37	0,46	1,21	1,46	0,91	3,65	1,15	0,97	0,90	1,04
	25,8	0,83	1,11	1,05	1,11	2,36	1,58	1,32	1,23	1,42
	19,1	0,89	1,10	0,97	1,13	1,76	1,51	1,23	1,29	1,23
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,78	1,36	1,61	1,29
Amostra 7	74	0,14	1,10	2,16	1,03	10,59	1,04	1,04	1,04	1,04
	53	0,58	1,12	1,46	1,05	3,26	1,25	1,21	1,16	1,21
	44	0,59	1,12	1,44	1,06	3,07	1,14	1,00	0,90	1,01
	37	0,60	1,13	1,41	1,06	2,93	1,14	0,98	0,88	1,00
	25,8	0,87	1,09	0,95	1,61	1,97	1,74	1,48	1,34	1,51
	19,1	0,93	1,06	0,93	1,53	1,53	1,61	1,28	1,49	0,53
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,95	1,52	1,93	0,00
Amostra 8	74	0,41	0,99	1,66	1,47	8,07	1,06	1,06	1,06	1,06
	53	0,59	1,12	1,28	1,23	3,43	1,26	1,22	1,17	1,18
	44	0,55	1,16	1,25	1,19	3,31	1,17	1,01	0,96	0,98
	37	0,56	1,16	1,23	1,16	3,15	1,18	0,96	0,93	0,95
	25,8	0,90	1,12	0,91	1,07	1,88	1,81	1,46	1,42	1,47
	19,1	0,93	1,10	0,90	1,11	1,49	1,58	1,23	1,57	1,31
	-19,1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,92	1,34	2,03	1,32

ANEXO V (A)
AMOSTRA 9 – CONCENTRADO REMOÍDO DE BANCADA
TABELAS DE ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS E ANÁLISES QUÍMICAS
POR FAIXA

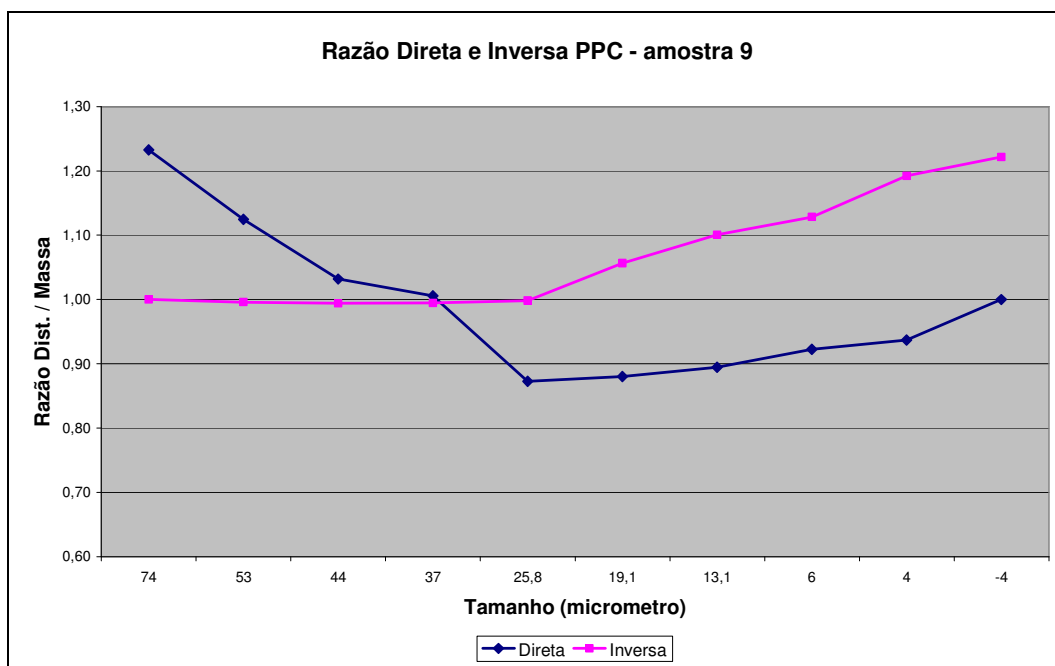
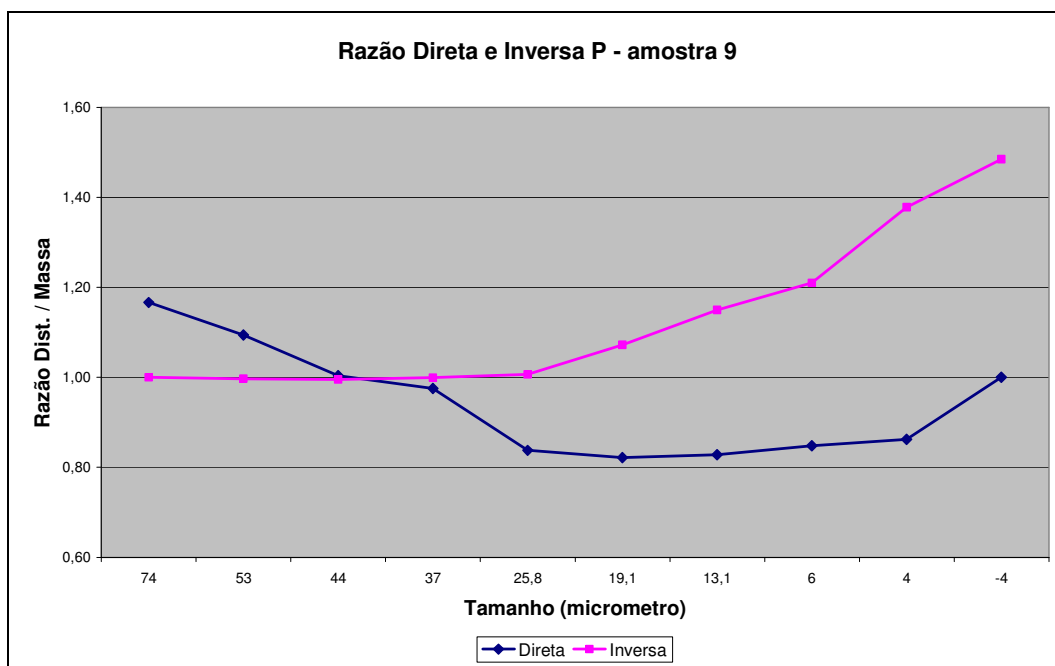
Amostra	Análise Granulométrica				Análise Química (%)				
	Abertura (μm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 9	74	1,68	1,68	98,32	59,98	4,27	0,69	0,10	8,32
	53	2,91	4,59	95,41	60,87	4,49	0,41	0,092	7,17
	44	9,60	14,19	85,81	62,16	3,26	0,37	0,084	6,66
	37	6,67	20,85	79,15	62,74	3,02	0,35	0,080	6,41
	25,8	9,95	30,80	69,20	65,87	1,06	0,21	0,048	4,01
	19,1	14,87	45,67	54,33	63,68	1,99	0,34	0,069	6,04
	13,1	9,27	54,95	45,05	62,63	3,07	0,44	0,075	6,52
	6	16,37	71,32	28,68	62,46	2,93	0,53	0,080	6,86
	4	6,56	77,89	22,11	62,01	2,82	0,67	0,089	7,38
	-4	22,11	100,00	-	62,07	2,12	0,64	0,130	8,24
	Total	-	-	-	62,78	2,54	0,47	0,09	6,75

Amostra	Análise Granulométrica				Dist. Simples (%)	
	Abertura (μm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	P	PPC
Amostra 9	74	1,68	1,68	98,32	1,96	2,07
	53	2,91	4,59	95,41	3,06	3,09
	44	9,60	14,19	85,81	9,22	9,48
	37	6,67	20,85	79,15	6,10	6,34
	25,8	9,95	30,80	69,20	5,46	5,91
	19,1	14,87	45,67	54,33	11,74	13,32
	13,1	9,27	54,95	45,05	7,95	8,96
	6	16,37	71,32	28,68	14,98	16,64
	4	6,56	77,89	22,11	6,68	7,18
	-4	22,11	100,00	-	32,84	27,01

Amostra	Abertura (μm)	Dist. Acum. Direta (%)		Dist. Acum. Inversa (%)	
		P	PPC	P	PPC
Amostra 9	74	1,96	2,07	100,00	100,00
	53	5,02	5,16	98,04	97,93
	44	14,24	14,64	94,98	94,84
	37	20,34	20,98	85,76	85,36
	25,8	25,80	26,89	79,66	79,02
	19,1	37,54	40,20	74,20	73,11
	13,1	45,49	49,17	62,46	59,80
	6	60,48	65,80	54,51	50,83
	4	67,16	72,99	39,52	34,20
	-4	100,00	100,00	32,84	27,01

Amostra	Abertura (μm)	(Dist. Acum.Direta)/(Massa Acum.)		(Dist. Acum.Inversa)/(Massa Acum.)	
		P	PPC	P	PPC
Amostra 9	74	1,17	1,23	1,00	1,00
	53	1,09	1,12	1,00	1,00
	44	1,00	1,03	1,00	0,99
	37	0,98	1,01	1,00	0,99
	25,8	0,84	0,87	1,01	1,00
	19,1	0,82	0,88	1,07	1,06
	13,1	0,83	0,89	1,15	1,10
	6	0,85	0,92	1,21	1,13
	4	0,86	0,94	1,38	1,19
	-4	1,00	1,00	1,49	1,22

ANEXO V (B)**AMOSTRA 9 – CONCENTRADO REMOÍDO DE BANCADA
FIGURAS DE RAZÃO DIRETA E INVERSA DE P E PPC**



ANEXO VI
AMOSTRA 11 – CONCENTRADO REMOÍDO PILOTO (PPC 4,45%)
TABELAS DE ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS E ANÁLISES QUÍMICAS
POR FAIXA

Amostra	Análise Granulométrica				Análise Química (%)				
	Abertura (μm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 11	297	0,10	0,10	99,90	65,50	1,03	0,25	0,06	4,41
	210	0,10	0,20	99,80	64,53	1,48	0,29	0,07	5,26
	150	0,10	0,30	99,70	64,39	1,71	0,31	0,07	5,27
	105	0,42	0,71	99,29	64,22	1,91	0,34	0,07	5,34
	74	1,13	1,85	98,15	64,17	1,70	0,31	0,07	5,56
	53	5,78	7,63	92,37	64,74	1,42	0,29	0,07	5,07
	44	3,35	10,97	89,03	65,34	1,15	0,26	0,06	4,59
	37	5,14	16,11	83,89	65,76	1,06	0,25	0,06	4,01
	25,8	10,19	26,30	73,70	66,98	0,98	0,27	0,03	2,61
	19,1	15,50	41,80	58,20	65,95	1,27	0,34	0,04	3,75
	13,1	10,58	52,38	47,62	65,60	1,69	0,40	0,04	4,19
	6	17,85	70,23	29,77	65,18	1,71	0,43	0,04	4,77
	4	7,20	77,43	22,57	63,71	2,17	0,53	0,05	5,65
	-4	22,57	100,00	0,00	65,78	1,36	0,26	0,13	5,20
	Total	-	-	-	65,55	1,45	0,34	0,064	4,47

Amostra	Análise Granulométrica				Dist.Simples (%)	
	Abertura (μm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	P	PPC
Amostra 11	297	0,10	0,10	99,90	0,10	0,10
	210	0,10	0,20	99,80	0,10	0,12
	150	0,10	0,29	99,71	0,11	0,12
	105	0,42	0,71	99,29	0,47	0,50
	74	1,13	1,85	98,15	1,29	1,41
	53	5,78	7,63	92,37	6,21	6,55
	44	3,35	10,97	89,03	3,33	3,44
	37	5,14	16,11	83,89	4,80	4,60
	25,8	10,19	26,30	73,70	4,28	5,94
	19,1	15,50	41,80	58,20	8,69	12,99
	13,1	10,58	52,38	47,62	6,42	9,90
	6	17,85	70,23	29,77	11,95	19,02
	4	7,20	77,43	22,57	5,27	9,10
	-4	22,57	100,00	0,00	46,98	26,23

Amostra	Abertura (μm)	Dist. Acum. Direta (%)		Dist. Acum. Inversa (%)	
		P	PPC	P	PPC
Amostra 11	297	0,10	0,10	100,00	100,00
	210	0,20	0,21	99,90	99,90
	150	0,30	0,33	99,80	99,79
	105	0,77	0,83	99,70	99,67
	74	2,06	2,24	99,23	99,17
	53	8,27	8,78	97,94	97,76
	44	11,61	12,22	91,73	91,22
	37	16,41	16,82	88,39	87,78
	25,8	20,69	22,76	83,59	83,18
	19,1	29,38	35,75	79,31	77,24
	13,1	35,80	45,65	70,62	64,25
	6	47,75	64,67	64,20	54,35
	4	53,02	73,77	52,25	35,33
	-4	100,00	100,00	46,98	26,23

Amostra	Abertura (μm)	(Dist. Acum.Direta)/(Massa Acum.)		(Dist. Acum.Inversa)/(Massa Acum.)	
		P	PPC	P	PPC
Amostra 11	297	0,98	0,99	1,00	1,00
	210	1,01	1,08	1,00	1,00
	150	1,03	1,11	1,00	1,00
	105	1,08	1,16	1,00	1,00
	74	1,12	1,21	1,00	1,00
	53	1,08	1,15	1,00	1,00
	44	1,06	1,11	0,99	0,99
	37	1,02	1,04	0,99	0,99
	25,8	0,79	0,87	1,00	0,99
	19,1	0,70	0,86	1,08	1,05
	13,1	0,68	0,87	1,21	1,10
	6	0,68	0,92	1,35	1,14
	4	0,68	0,95	1,76	1,19
	-4	1,00	1,00	2,08	1,16

ANEXO VII (A)
AMOSTRA 12 – CONCENTRADO REMOÍDO PILOTO (PPC 3,83%)
TABELAS DE ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS E ANÁLISES QUÍMICAS
POR FAIXA

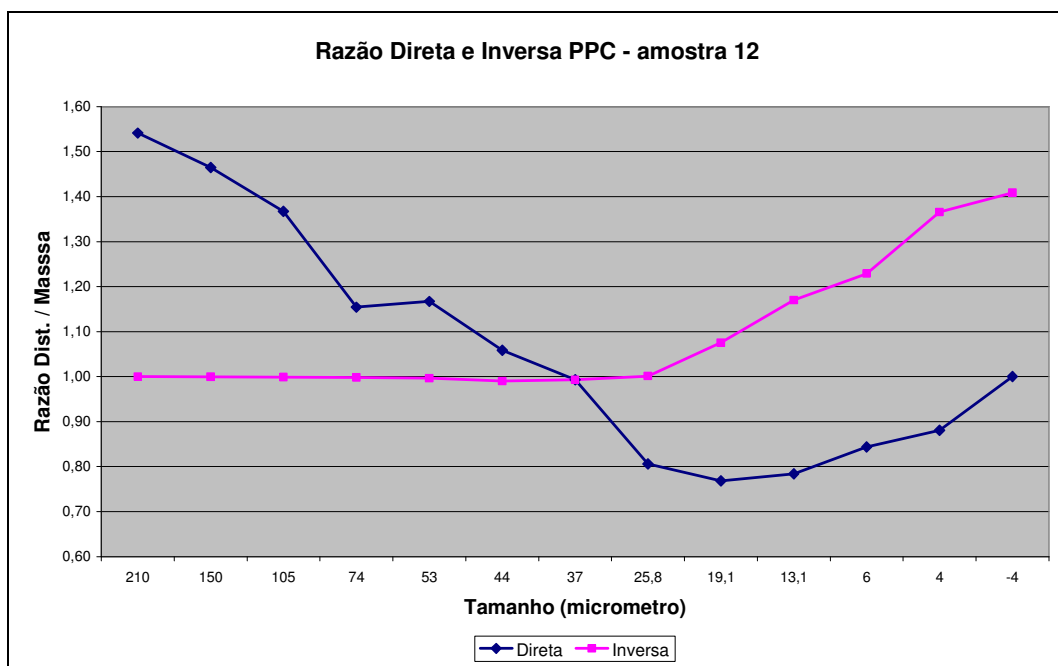
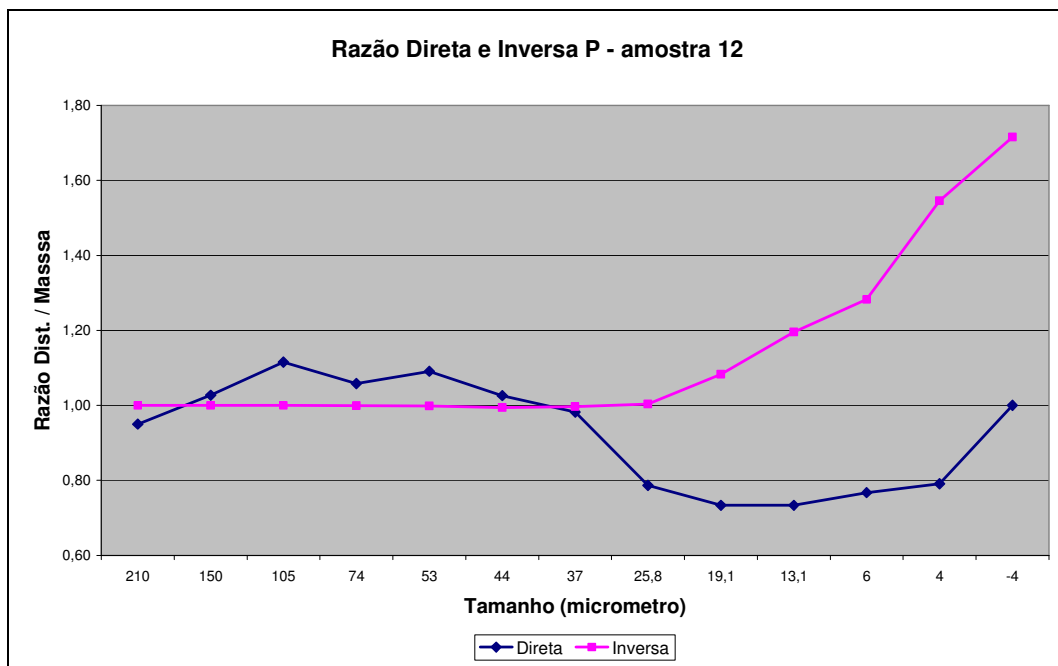
Amostra	Análise Granulométrica				Análise Química (%)				
	Abertura (μm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P	PPC
Amostra 12	210	0,05	0,05	99,95	64,04	1,71	0,37	0,053	5,80
	150	0,14	0,19	99,81	64,00	2,11	0,43	0,059	5,39
	105	0,34	0,53	99,47	64,45	1,87	0,41	0,07	4,93
	74	1,65	2,18	97,82	65,55	1,88	0,33	0,06	4,08
	53	3,53	5,71	94,29	65,09	2,04	0,36	0,062	4,42
	44	4,86	10,57	89,43	66,32	1,54	0,27	0,053	3,50
	37	6,90	17,46	82,54	66,66	0,56	0,25	0,051	3,36
	25,8	10,62	28,08	71,92	67,72	0,87	0,24	0,026	1,87
	19,1	14,27	42,35	57,65	67,09	0,92	0,27	0,035	2,61
	13,1	9,11	51,46	48,54	66,68	1,18	0,35	0,041	3,22
	6	18,65	70,11	29,89	66,04	1,32	0,43	0,048	3,80
	4	7,31	77,42	22,58	64,97	1,66	0,61	0,057	4,63
	-4	22,58	100,00	0,00	65,36	1,30	0,27	0,096	5,30
	Total	-	-	-	66,20	1,22	0,33	0,056	3,76

Amostra	Análise Granulométrica				Dist. Simples (%)	
	Abertura (μm)	% Retida	% Retida Acum.	% Passante	P	PPC
Amostra 12	210	0,05	0,05	99,95	0,05	0,08
	150	0,14	0,19	99,81	0,15	0,20
	105	0,34	0,53	99,47	0,40	0,45
	74	1,65	2,18	97,82	1,71	1,79
	53	3,53	5,71	94,29	3,92	4,15
	44	4,86	10,57	89,43	4,62	4,52
	37	6,90	17,46	82,54	6,30	6,16
	25,8	10,62	28,08	71,92	4,95	5,29
	19,1	14,27	42,35	57,65	8,95	9,90
	13,1	9,11	51,46	48,54	6,70	7,81
	6	18,65	70,11	29,89	16,05	18,84
	4	7,31	77,42	22,58	7,47	9,00
	-4	22,58	100,00	0,00	38,74	31,81

Amostra	Abertura (μm)	Dist. Acum. Direta (%)		Dist. Acum. Inversa (%)	
		P	PPC	P	PPC
Amostra 12	210	0,05	0,08	100,00	100,00
	150	0,20	0,28	99,95	99,92
	105	0,59	0,73	99,80	99,72
	74	2,31	2,52	99,41	99,27
	53	6,23	6,66	97,69	97,48
	44	10,84	11,19	93,77	93,34
	37	17,15	17,35	89,16	88,81
	25,8	22,10	22,64	82,85	82,65
	19,1	31,05	32,54	77,90	77,36
	13,1	37,75	40,35	68,95	67,46
	6	53,80	59,19	62,25	59,65
	4	61,26	68,19	46,20	40,81
	-4	100,00	100,00	38,74	31,81

Amostra	Abertura (μm)	(Dist. Acum.Direta)/(Massa Acum.)		(Dist. Acum.Inversa)/(Massa Acum.)	
		P	PPC	P	PPC
Amostra 12	210	0,95	1,54	1,00	1,00
	150	1,03	1,46	1,00	1,00
	105	1,12	1,37	1,00	1,00
	74	1,06	1,15	1,00	1,00
	53	1,09	1,17	1,00	1,00
	44	1,03	1,06	0,99	0,99
	37	0,98	0,99	1,00	0,99
	25,8	0,79	0,81	1,00	1,00
	19,1	0,73	0,77	1,08	1,08
	13,1	0,73	0,78	1,20	1,17
	6	0,77	0,84	1,28	1,23
	4	0,79	0,88	1,55	1,37
	-4	1,00	1,00	1,72	1,41

ANEXO VII (B)**AMOSTRA 12 – CONCENTRADO REMOÍDO PILOTO (PPC 3,83%)****FIGURAS DE RAZÃO DIRETA E INVERSA PARA P E PPC**



ANEXO VIII
RESULTADOS DOS TESTES DE POROSIDADE PARA A AMOSTRA 11 –
FRAÇÃO >600# (GROSSOS)

Grau de calcinação (% PPC)	Densidade (g/cm ³)	Porosidade				Área superficial - BET (m ² /g)
		Volume total de poros (cm ³ /g)	Diâmetro médio (Å)	Volume dos poros t-method (cm ³ /g)	Volume dos poros BJH (cm ³ /g)	
NC	4,89	0,00694	112,8	-	0,007	2,45
4,0	4,8	0,00804	84	-	0,008	3,80
3,5	4,81	0,01260	43,4	0,00334	0,009	11,45
3,0	4,89	0,01440	35,3	0,00595	0,008	16,20
2,5	4,95	0,01990	35,1	0,00829	0,011	22,45
2,0	4,93	0,02140	32,9	0,00996	0,011	25,70
1,5	4,94	0,02400	30,5	0,0127	0,011	31,25
1,0	4,91	0,02740	30,9	0,0142	0,014	35,05
0,5	4,85	0,02321	39,4	0,00811	0,016	23,25

