

**Universidade Federal de Minas Gerais  
Escola de Engenharia  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica,  
Materiais e de Minas**

Márcio Salgado Pereira

**Avaliação dos produtos de oxidação e ocorrência do efeito *preg-robbing* da  
Oxidação sob Pressão em autoclave de bancada e industrial para o Minério sulfetado da  
Mina I de Córrego do Sítio, Minas Gerais**

Belo Horizonte

2020

Márcio Salgado Pereira

**Avaliação dos produtos de oxidação e ocorrência do efeito *preg-  
robbing* da Oxidação sob Pressão em autoclave de bancada e industrial para  
o Minério sulfetado da Mina I de Córrego do Sítio, Minas Gerais**

Dissertação de mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre.

Área de concentração: Tecnologia Mineral e Meio Ambiente, na linha de pesquisa sobre Caracterização e Beneficiamento de Minérios.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Sônia Denise Ferreira Rocha

Belo Horizonte

2020

P436a

Pereira, Márcio Salgado.

Avaliação dos produtos de oxidação e ocorrência do efeito preg-robbing da oxidação sob pressão em autoclave de bancada e industrial para o minério sulfetado da mina I de Córrego do Sítio, Minas Gerais [recurso eletrônico] / Márcio Salgado Pereira. – 2020.  
1 recurso online (76 f. : il., color.) : pdf.

Orientadora: Sônia Denise Ferreira Rocha.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Anexos: f. 60-76.

Bibliografia: f. 56-59.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia de minas - Teses. 2. Tecnologia mineral - Teses.  
3. Lixiviação - Teses. 4. Ouro - Teses. 5. Oxidação - Teses. I. Rocha, Sônia Denise Ferreira. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 622(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA,  
MATERIAIS E DE MINAS/MP

UFMG

## ATA DA DEFESA DA DISSERTAÇÃO DO ALUNO MÁRCIO SALGADO PEREIRA

Realizou-se, no dia 24 de março de 2020, às 09:00 horas, 1010, da Universidade Federal de Minas Gerais, a defesa de dissertação, intitulada *Avaliação dos produtos de oxidação e ocorrência do efeito preg-robbing da Oxidação sob Pressão em autoclave de bancada e industrial para o Minério sulfetado da Mina 1 de Córrego do Sítio, Minas Gerais*, apresentada por MÁRCIO SALGADO PEREIRA, número de registro 2017756002, graduado no curso de ENGENHARIA METALÚRGICA, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em ENGENHARIA METALÚRGICA, MATERIAIS E DE MINAS, à seguinte Comissão Examinadora: Prof(a). Profa. Dra. Sonia Denise Ferreira Rocha - Orientador (UFMG), Prof(a). Carolina Maria Ferreira Santos (Centro Universitário de BH), Prof(a). Gilberto Rodrigues da Silva (UFMG).

A Comissão considerou a dissertação:

Aprovada

Reprovada

Finalizados os trabalhos, lavrei a presente ata que, lida e aprovada, vai assinada por mim e pelos membros da Comissão.  
Belo Horizonte, 24 de março de 2020.

  
Prof(a). Profa. Dra. Sonia Denise Ferreira Rocha ( Doutora )

  
Prof(a). Carolina Maria Ferreira Santos ( Doutora )

  
Prof(a). Gilberto Rodrigues da Silva ( Doutor )

## AGRADECIMENTOS

A presente dissertação não poderia se concretizar sem o incondicional apoio da Dra. Sônia Denise Ferreira Rocha, com sua orientação, conhecimento, acolhimento, e por sempre ter acreditado e confiado em mim ao longo desta jornada. Meu eterno obrigado.

À minha namorada, Carolina Trigueiro por ter caminhado ao meu lado e pela sua paciência, compreensão e ajuda durante a elaboração da presente dissertação.

À UFMG pelo ensino público e de qualidade.

À equipe do laboratório de processo da unidade Córrego do Sítio (CdS) – Marcus Magalhães, Grasyelle Ferreira e Samuel Lima – pelo apoio. Em especial, ao Dayvid Correia e à Tatiane Fernandes pelo metódico e exemplar trabalho realizado no desenvolvimento dos testes.

À equipe do laboratório químico da planta CdS, sob o comando de Theobaldo Millard, por todas as análises químicas e pela ajuda.

À Mariana Lemos pelo valioso auxílio na caracterização das amostras, discussões e ensinamentos.

À AngloGold Ashanti, nas figuras de Guilherme Peixoto e Vinicius Assis, por permitir, viabilizar e incentivar o desenvolvimento do mestrado.

Ao Ralph Brandão, Glécio de Oliveira, Alderney Moreira e Felipe Paiva pelo apoio.

Aos meus pais, José Caetano Pereira e Maria Mazarelo Salgado, à minhas irmãs, Márcia Salgado e Marcélia Salgado, e aos meus cunhados, Igor Cheloni e Rita Germano. Vocês sempre me apoiaram incondicionalmente. Esse título também é de vocês, amo vocês.

À Wilson Trigueiro e Maria José Ferro pelo estímulo em toda a trajetória deste trabalho.

A todos que de alguma forma contribuíram para que esta etapa se efetivasse, meu muito obrigado.

## RESUMO

Este trabalho foi desenvolvido com base em amostras de minério sulfetado da Mina I de Córrego do Sítio (“planta CdS”, em Santa Bárbara, Minas Gerais), de propriedade da empresa Anglo Gold Ashanti. O ouro desse minério está parcialmente contido em uma matriz de sulfetos, a qual foi submetida à etapa de oxidação sob pressão. Cloretos presentes nesta etapa lixiviam o ouro que posteriormente é adsorvido por matéria carbonosa existente no produto oxidado proveniente do minério, fenômeno este que é chamado de efeito *preg-robbing*.

O objetivo central deste texto é estabelecer uma metodologia de experimento de oxidação sob pressão em escala de bancada que possibilite uma avaliação comparativa entre os seus produtos e os da autoclave industrial, bem como correlacionar a ocorrência do efeito de *preg-robbing* com os parâmetros utilizados na etapa de oxidação sob pressão. Nesse sentido, questionou-se acerca da influência do pH, entendimento da cinética de oxidação, da caracterização dos produtos de oxidação, da ocorrência do efeito *preg-robbing* e da recuperação metalúrgica na etapa de cianetação. Inicialmente foram realizados testes com sistema totalmente fechado, contudo, neles foram obtidos baixos graus de oxidação do concentrado, em comparação com os resultados alcançados no mesmo período na autoclave industrial. Uma nova metodologia foi desenvolvida, chamada de sistema semiaberto, o que melhorou os graus de oxidação. Ainda, foram feitos ensaios com variação no valor de pH do concentrado alimentado e ensaios de lixiviação, sendo que esses indicaram uma recuperação metalúrgica dos produtos de oxidação inferior para o pH alcalino quando comparados aos ensaios em pH ácido. A caracterização por MLA (*Mineral Liberation Analyser*) indicou que, após a oxidação, as partículas de ouro estão associadas predominantemente com minerais das rochas e fases transformadas, como óxido e sulfatos.

Os resultados do estudo demonstraram que a oxidação sob pressão em bancada em sistema semiaberto gera produtos de oxidação compatíveis com os produtos da autoclave industrial, contudo, o sistema é sensível à variação do fluxo de oxigênio. O concentrado oxidado sob análise teve a presença do efeito *preg-robbing*, em se tratando do impacto na recuperação global do ouro na planta metalúrgica. Por fim, ressaltou-se a importância do controle do valor do pH na alimentação da autoclave, pois, apesar de ter-se alcançado um alto grau de oxidação em ensaios tanto com alimentação ácida quanto com a alcalina, na alcalina verificou-se impacto negativo na recuperação de ouro.

Palavras-chave: ouro, *preg-robbing*, oxidação sob pressão, lixiviação, autoclave de bancada.

## ABSTRACT

This work studied samples of sulfide ore from Mine I of Córrego do Sítio (“CdS plant”, in Santa Bárbara, Minas Gerais), owned by the AngloGold Ashanti company. The gold from this ore is partially contained in a sulfide matrix, which was submitted to the oxidation stage under pressure. Chlorides present in this stage leach the gold which is subsequently adsorbed by carbonaceous matter in the oxidized product from the ore, a phenomenon which is called the *preg-robbing* effect.

The main objective of this work is to present methodology of oxidation under pressure at a bench scale that allows a comparative evaluation with an industrial autoclave, as well as to correlate the *preg-robbing* occurrence with the parameters used in the pressure oxidation stage. In this sense, it was investigated the influence of pH, oxidation kinetics, the characterization of oxidation products, the occurrence of the *preg-robbing* effect and the metallurgical recovery in the cyanidation stage. To achieve the objectives, the experimental methodology on tests of oxidation under pressure on a bench scale was used. The initial tests took place with a totally closed system, however, low degrees of oxidation of the concentrate were obtained in them, in comparison with the results achieved in the same period in the industrial autoclave. A new methodology was developed, called the semi-open system, which improved the degrees of oxidation. In addition, tests were performed with variation in the pH value of the feed concentrate and leaching tests, which indicated a metallurgical recovery of oxidation products with an alkaline pH below those of acid pH. The characterization by MLA (Mineral Liberation Analyzer) indicated that gold particles after oxidation are predominantly associated with minerals from rocks and transformed phases, such as oxide and sulfates.

The results of the study demonstrated that the oxidation under pressure in bench with a semi-open system generates oxidation products compatible with the products of the industrial autoclave, however, the system is sensitive to the variation of the oxygen flow. The oxidized concentrate under analysis had the presence of the *preg-robbing* effect, in terms of the impact on the gold global recovery in the metallurgical plant. Finally, the importance of controlling the pH value in the autoclave feed was emphasized, because, although a high degree of oxidation was achieved in tests with both acid and alkaline feeds, in the alkaline one there was a negative impact in the gold recovery.

Keyword: gold, *preg-robbing*, pressure oxidation, leaching, bench autoclave.

## Sumário

1. Introdução.....	1
2. Objetivos .....	3
2.1 Objetivo global .....	3
2.2 Objetivos específicos .....	3
3. Revisão bibliográfica.....	4
3.1 A metalurgia do ouro .....	4
3.2 Processamento de minérios sulfetados.....	7
3.3 Temperatura e pressão de oxigênio.....	9
3.4 Acidez e alcalinidade .....	9
3.5 Agitação .....	10
3.6 Concentração de sólidos na polpa.....	10
3.7 Tamanho das partículas .....	11
3.8 Tempo de reação .....	11
3.9 Oxidação ácida.....	11
3.10 Oxidação alcalina e neutra .....	13
3.11 Minérios auríferos carbonosos e o efeito <i>preg-robbing</i> .....	15
3.12 Planta de beneficiamento Córrego do Sítio portaria II (CdS II).....	17
3.12.1 Segurança na operação da autoclave - Ignição do titânio .....	19
4. Materiais e Métodos .....	21
4.1 Amostragem do concentrado de flotação e material oxidado.....	21
4.1.1 Determinação do teor de ouro .....	21
4.1.2 Análise granulométrica .....	21
4.1.3 Determinação dos teores de carbono e enxofre total.....	21
4.2 Ensaio de oxidação .....	22
4.2.1 Descrição da autoclave de bancada.....	22
4.2.2 Preaquecimento e ensaios.....	23
4.2.2.1 Sistema totalmente fechado.....	23
4.2.2.2 Sistema com válvula 1 e 4 semiabertas .....	24
4.2.3 Resfriamento, filtragem e amostragem .....	25
4.3 Medidas do pH e do Eh.....	25
4.4 Determinação das concentrações de ouro, ferro e cloro em solução .....	26
4.5 Determinação da concentração de cianeto livre em solução .....	26

4.6	Ensaio de lixiviação .....	26
4.6.1	Avaliação do potencial <i>preg-robbing</i> .....	27
4.7	Análise mineralógica do concentrado de flotação .....	27
4.8	Liberação mineralógica.....	28
5.	Resultados e discussões.....	29
5.1	Caracterização dos sólidos.....	29
5.1.1	Concentrado de flotação .....	29
5.1.2	Modo de operação e ensaios de oxidação .....	33
5.1.2.1	Sistema fechado .....	33
5.1.2.2	Sistema semiaberto .....	36
5.1.3	Oxidação .....	38
5.1.4	Avaliação do efeito <i>preg-robbing</i> .....	40
5.1.5	Produtos de Oxidação dos ensaios em diferentes tempos de reação .....	42
5.1.6	Distribuição do tamanho das partículas de ouro .....	49
5.1.7	Efeito do pH na oxidação.....	50
5.1.7.1	Produtos de oxidação dos ensaios de avaliação do efeito do pH.....	51
6.	Conclusões .....	53
7.	Sugestões para trabalhos futuros .....	55
8.	Referências Bibliográficas .....	57
ANEXO A: Análise de Ouro pelo Método Fire Assay – Síntese do procedimento utilizado na unidade Mina Córrego do Sítio .....		61
ANEXO B: Determinação de Cianeto Total em Efluentes Líquidos pelo Método HCL – HH – Síntese do procedimento utilizado na unidade Mina Córrego do Sítio .....		63
ANEXO C: Ficha técnica carvão ativado.....		67
ANEXO D: Análise de EDS, imagens eletrônicas e microanálises das fases mineralógicas. .		69
Quartzo .....		69
Sulfatos .....		70
Oxidos (Fe, As e Sb) .....		71
Ti oxide.....		73
Espécies – ouro.....		74

## Lista de figuras

Figura 1: Participação das principais substâncias metálicas no valor da produção mineral comercializada em 2017 - Anuário ANM 2018. ....	5
Figura 2: Principais produtores de ouro no mundo 2018 (site world Gold council). ....	6
Figura 3: Partículas de ouro inclusas em uma matriz de arsenopirita (Análise de MLA minério da Mina I Anglogold Ashanti – Córrego do Sítio). ....	7
Figura 4: Fluxograma da planta de beneficiamento CdS II. ....	17
Figura 5: Variação pH na alimentação da autoclave. ....	18
Figura 6: Circuito de oxidação sob pressão. ....	18
Figura 7: Dados de ignição para titânio puro em um sistema de oxigênio e sulfato (Fonte: Manual Sherritt). ....	20
Figura 8: Autoclave Parr e Diagrama esquemático da autoclave. ....	23
Figura 9: Evolução típica da temperatura e pressão durante ensaio de oxidação em autoclave de bancada ....	24
Figura 10: Diagrama esquemático do processo de oxidação. ....	25
Figura 11: Distribuição granulométrica (passante acumulado) do concentrado de flotação. ....	29
Figura 12: Mineralogia modal do concentrado de flotação. ....	30
Figura 13: Mineralogia modal da amostra de concentrado de flotação (A) Distribuição dos minerais no espaço da amostra analisada (B) Partícula de ouro nativo e ankerita (C) Quartzo e arsenopirita (D) Partícula de pirita (E) Ouro nativo e moscovita (F) Legenda. ....	32
Figura 14: Material filtrado após ensaio de oxidação de uma hora com sistema fechado. ....	33
Figura 15: Régua de oxidação da polpa. ....	34
Figura 16: Curva pressão e temperatura em ensaio de oxidação com 120 minutos e com sistema fechado. ....	35
Figura 17: Autoclave de bancada e vaso auxiliar. ....	36
Figura 18: Material filtrado após ensaio de oxidação de uma hora com sistema semiaberto. .	37
Figura 19: Grau de oxidação dos sulfetos em relação ao tempo. ....	38
Figura 20: Conversão $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ em relação ao tempo de reação. ....	39
Figura 21: Potencial de oxi/redução (Eh) em relação ao tempo de oxidação. ....	40
Figura 22: Potencial preg-robbing em relação ao pH. ....	41
Figura 23: Análise de MLA do concentrado, tempos de reação e descarga da POX CdS. ....	42

Figura 24: Proporção relativa componentes minerais do concentrado de flotação, produtos de oxidação em diferentes tempos de reação e produto oxidado na autoclave industrial da POX-CdS. ....	43
Figura 25: (A) Microscopia eletrônica de varredura e (B) Análise de EDS e micrografia eletrônica de varredura de partículas do grupo da moscovita. ....	44
Figura 26: Microanálise da partícula do grupo moscovita. ....	45
Figura 27: Fases mineralógicas associadas ao cloro. ....	46
Figura 28: Fontes de ouro liberadas no concentrado, oxidação de bancada e oxidação do minério de CdS. ....	47
Figura 29: Microscopia eletrônica de varredura e Microanálise da partícula no ponto 1. ....	47
Figura 30: Associação das fases mineralógicas com o ouro. ....	48
Figura 31: Distribuição granulométrica do ouro. ....	49
Figura 32: Efeito do pH no grau de oxidação. ....	50
Figura 33: Fases mineralógicas dos testes de oxidação variando pH. ....	51
Figura 34: Proporção relativa das fases mineralógicas dos ensaios variando o pH. ....	52
Figura 35: Compostos minerais associados ao cloro. ....	52
Figura 36: Diagrama esquemático da autoclave para experimentos futuros. ....	56

## Lista de tabelas

Tabela 1: Condições operacionais de plantas metalúrgicas que utilizam oxidação sob pressão (modificado de (MARSDEN; HOUSE, 2009)).	15
Tabela 2: Parâmetro dos ensaios de oxidação para sistema semiaberto (SS).	24
Tabela 3: Teor de ouro (Au), enxofre (S) e carbono (C) na amostra de alimentação da autoclave.	31
Tabela 4: Resultados dos ensaios de oxidação e lixiviação.	35
Tabela 5: Análise por EDS da moscovita no concentrado.	45
Tabela 6: Microanálise da partícula no ponto 1.	48

## 1. Introdução

A unidade de negócio da AngloGold Ashanti possui uma unidade industrial onde é processado o minério sulfetado da Mina I de Córrego do Sítio (planta CdS), situada no município de Santa Bárbara, Minas Gerais. A lavra do minério é subterrânea (*sublevel stopping*), sendo que grande parte do ouro (cerca de 98,5%) está contida em uma matriz de sulfetos, em especial a arsenopirita. Diante disso, para a recuperação do metal, foi instalada na planta CdS uma etapa de oxidação sob pressão que, ao realizar a oxidação dos minerais de enxofre, libera o ouro contido nestes sulfetos (CHRYSSOULIS; DUNNE; COETZEE, 2004; PANGUM; BROWNERT, 1996), o que possibilita a recuperação do metal na etapa de lixiviação.

Para determinados minérios, a recuperação de ouro por cianetação é limitada pela presença de material carbonáceo, de ocorrência natural, que adsorve o complexo formado  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  da solução alcalina. Esse fenômeno é chamado de efeito *preg-robbing*. Esses minérios podem ser chamados de minérios carbonáceos refratários, uma vez que a recuperação do ouro é dificultada pelas suas perdas por adsorção na matéria orgânica contida no minério. Em 1968, Smith usou pela primeira vez o termo *preg-robbing* e mais tarde esse termo foi usado por outros (MILLER; WAN; DÍAZ, 2016; RAMADORAI; HAUSEN; BUCKNAM, 1991) sendo atualmente uma terminologia de uso comum na indústria do ouro.

O efeito *preg-robbing* é um fenômeno importante, que inibe a recuperação do ouro devido à presença dessa matéria carbonácea que ocorre naturalmente no minério. Como foi citado por Díaz, Wan e Miller (2016), esse comportamento foi detectado em 1911 por Cowes, que descobriu que as perdas de ouro nos rejeitos da Operação Waihi-Paerola na Nova Zelândia se deviam à presença de carbono natural no minério (MILLER; WAN; DÍAZ, 2016).

Além disso, deve-se mencionar que uma grande variedade de outros minerais, incluindo minerais sulfetados de cobre, argila e minerais silicatados, podem também adsorver o ouro dependendo da área específica e das características da superfície do minério. O comportamento de *preg-robbing* está principalmente correlacionado às espécies de carbono que ocorrem naturalmente ou com as matérias carbonáceas no minério de ouro (CELEP et al., 2014). Esses componentes são geralmente materiais carbonáceos, como lascas de madeira, carbono não carbonatado ou outros componentes, particularmente o carbono elementar nativo (REES; VAN DEVENTER, 2000).

Além disso, pela existência de cloretos e carbono orgânico no minério, durante o processo de oxidação sob pressão (*Pressure oxidation* - POX) ocorre a perda de ouro por *preg-robbing* (GOODALL; LEATHAM; SCALES, 2005; REES; VAN DEVENTER, 2000), conforme as seguintes etapas:

- I. O cloreto existente no minério é solubilizado durante a oxidação sob pressão;
- II. Uma vez solubilizado, o cloreto lixivia o ouro presente no minério;
- III. O ouro é adsorvido pelo carbono orgânico também presente no minério.

Visando o controle deste fenômeno foram realizados diversos trabalhos visando minimizar o efeito do *preg-robbing* em sistemas minerais, onde foi estabelecida uma faixa do potencial de oxidação (Eh) para controle de operação do circuito POX na unidade CdS. A medida reduziu a ocorrência do *preg-robbing*, porém, ainda se observam nos sistemas perdas que não podem ser justificadas somente pela variação do Eh (DUMONT; OLIVEIRA; MOREIRA, 2016).

Como esse fenômeno ainda não foi totalmente compreendido, pretende-se com este trabalho estudar a oxidação sob pressão do concentrado de flotação, caracterizar seus produtos, investigar as variáveis que possam afetar a oxidação dos sulfetos e analisar a ocorrência do efeito *preg-robbing*. Essas propostas têm em vista buscar um entendimento desse processo em escala de bancada e fazer um comparativo com os produtos de oxidação da autoclave industrial, para, ao fim, identificar oportunidades que possam aumentar a recuperação da etapa subsequente de lixiviação por cianeto *carbon-in-leach* (CIL).

## 2. Objetivos

### 2.1 Objetivo global

Visou-se estabelecer uma metodologia para o experimento de oxidação sob pressão em escala de bancada que possibilite uma avaliação comparativa entre os produtos de oxidação formados com aqueles obtidos em autoclave industrial, bem como correlacionar a ocorrência do efeito de *preg-robbing* com os parâmetros utilizados na etapa de oxidação sob pressão para um concentrado de flotação do minério das minas Cachorro Bravo, Laranjeiras e Carvoaria da Mina I de Córrego do Sitio, e a consequente redução da quantidade de ouro não recuperado neste processo.

### 2.2 Objetivos específicos

São objetivos específicos a serem realizados:

- Avaliar a oxidação sob pressão (POX) do concentrado de flotação composto pelos minérios das minas Cachorro Bravo, Laranjeiras e Carvoaria;
- Construir uma curva cinética de oxidação desse concentrado;
- Avaliar o efeito do pH na oxidação;
- Avaliar a ocorrência do efeito *preg-robbing* na etapa de cianetação após a etapa oxidação sob pressão para o concentrado citado;
- Caracterizar os produtos de oxidação.

### 3. Revisão bibliográfica

#### 3.1 A metalurgia do ouro

Evidências do uso do ouro remontam a tempos muito antigos, mesmo antes de 3400 aC. O ouro é um metal precioso, com uma beleza singular e é estimado por causa de sua cor. Além disso, como um metal dúctil e maleável, é demandado no mercado de joias, indústrias de alta tecnologia e aplicações médicas devido às suas propriedades físicas e químicas. No entanto, durante as últimas quatro décadas, quantidades consideráveis de ouro foram usadas pela indústria eletroeletrônica devido à sua excelente condutividade elétrica, à baixa resistência elétrica de contato para inserção de conexões e excelente resistência à corrosão (SYED, 2012).

Encontrado em minérios com teores da ordem de grama por tonelada, o ouro é associado a minerais diversos, principalmente os sulfetados. A sua forma de ocorrência mais frequente é a metálica, geralmente em liga com prata - o electrum, podendo, mais raramente, ocorrer em outros minerais com o Telúrio (Te), Selênio (Se), Bismuto (Bi), Mercúrio (Hg), Cobre (Cu), Ferro (Fe), Ródio (Rh), Antimônio (Sb) e Platina (Pt) (MARSDEN; HOUSE, 2009).

Segundo a ANM, Agência Nacional de Mineração, em 2017, as substâncias da classe dos metálicos responderam por cerca de 80% do valor total da produção mineral brasileira comercializada. Nesse *ranking*, o ouro possui a segunda colocação, ficando atrás somente do ferro, como apresentado pela Figura 1 (ANM, 2018).

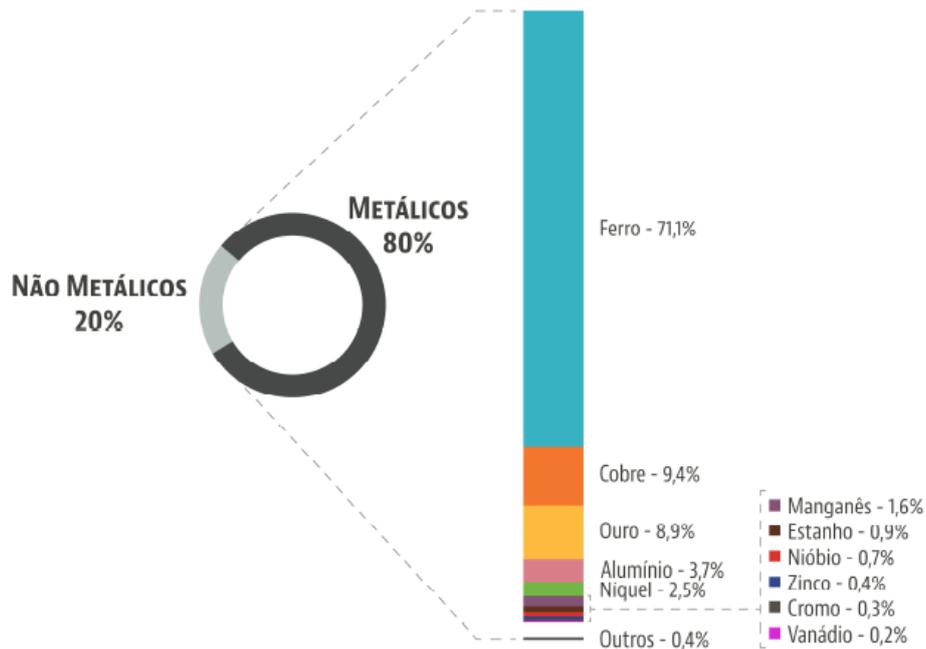


Figura 1: Participação das principais substâncias metálicas no valor da produção mineral comercializada em 2017 - Anuário ANM 2018.

Em se tratando de produção mundial, a China foi a maior produtora em 2018, com 404,1 toneladas de ouro, o que representou em torno de 12 % da produção mundial. No mesmo período, o Brasil na 11ª posição, com uma produção de aproximadamente 97,1 toneladas (COUNCIL, 2020). Considerando somente a produção de ouro primário, Minas Gerais é destaque nacional, com 36,2%, seguido por Pará (25,1%), Goiás (12,9%), Mato Grosso (10,6%), Bahia (7,8%) e Amapá (5,4%) (ANM, 2018).

Ao analisar o mapa de mineração de ouro da Figura 2, onde são apontados os principais países produtores do metal no mundo, é possível perceber a dispersão geográfica das operações e dos fornecedores concentrando nas Américas, Leste europeu e Oceania.

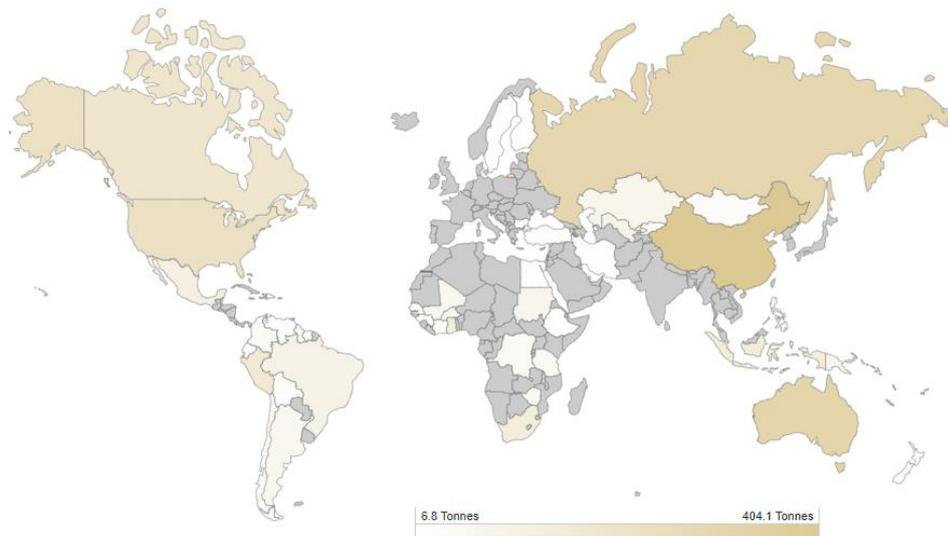


Figura 2: Principais produtores de ouro no mundo 2018 (site world Gold council).

A exploração de minérios auríferos, com teores cada vez menores e em associações complexas e de difícil beneficiamento tem demandado maior aprofundamento do conhecimento das características dos minérios e de seus comportamentos frente aos processos de tratamento nas plantas metalúrgicas, havendo uma necessidade tanto de caracterização mineral quanto tecnológica do minério. A caracterização mineral envolve o conhecimento de um corpo mineral e suas variabilidades mineralógicas, bem como a medição de suas propriedades físicas, enquanto a caracterização tecnológica já envolve a busca de uma rota de processo. Entendida como sendo o estudo das características de determinado corpo mineral, a exemplo da identificação de suas formas de ocorrências, associações mineralógicas e também o conhecimento das condições de liberação do mineral de interesse, a caracterização tecnológica é essencial para o desenvolvimento dos processos industriais (LOTTER, 2011).

Buscando integrar informações geológicas e metalúrgicas surgiu a abordagem da Geometalurgia, que permite associar uma distribuição espacial ou unidades geológicas (domínios) com uma prévia de parâmetros metalúrgicos e obter uma previsibilidade do comportamento metalúrgico nas etapas do processamento mineral e na eficiência energética dos processos (EVANS et al., 2011).

### 3.2 Processamento de minérios sulfetados

Em se tratando de minérios auríferos, destacam-se pela complexidade, os minérios denominados, minérios refratários de ouro. Estes minérios, apresentam, em condições usuais de lixiviação, eficiências muito baixas. Para extrair e recuperar o ouro presente nesses minérios, uma etapa prévia de pré-tratamento é necessária. Cada minério tem uma composição única de minerais em diferentes associações textuais e, portanto, possui um grau individual de refratariedade que deve ser considerado para alcançar a extração de ouro ideal (MARSDEN; HOUSE, 2009).

Nesses casos, o processo de oxidação sob pressão pode ser usado para aumentar a extração de ouro, por meio de técnica padrão de processamento hidrometalúrgico, geralmente a cianetação. Esses métodos são aplicados quando o tratamento direto por cianetação resulta em uma recuperação muito baixa ou economicamente inviável (GUDYANGA et al., 1999; KETCHAM; O'REILLY; VARDILL, 1993; LONG; DIXON, 2004; ZAYTSEV et al., 2013).

As principais razões para a refratariedade do minério se devem ao fato do ouro estar encapsulado em uma matriz de mineral densa ou de baixa reatividade (frequentemente sulfetos) e não poder ser adequadamente liberado, mesmo por uma moagem fina, apresentado na Figura 3. O ouro ocorre usualmente associado com minerais que consomem altas quantidades de reagentes, a exemplo da pirrotita, marcassita e arsenopirita, além de ocorrer com materiais carbonosos que adsorvem o ouro solubilizado durante a lixiviação (KARASTELEV; SHARIKOV; TURUNEN, 2015; PAKTUNC et al., 2004).

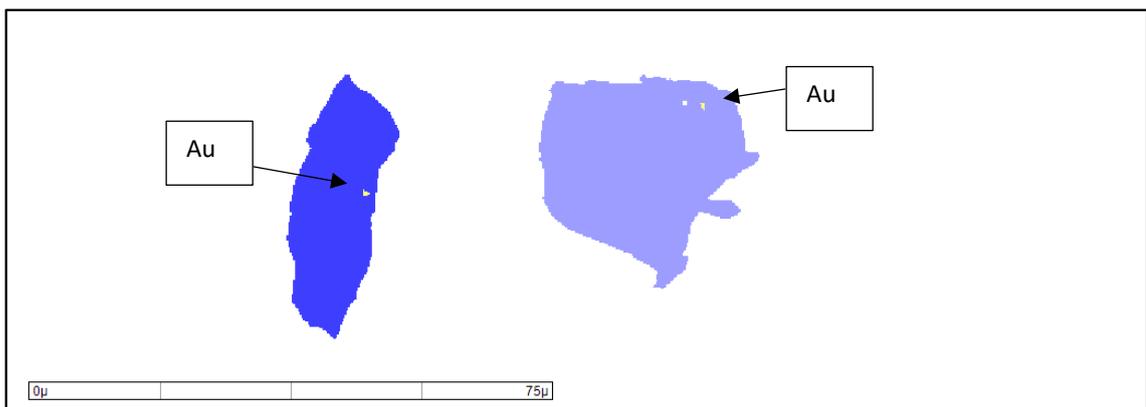


Figura 3: Partículas de ouro inclusas em uma matriz de arsenopirita (Análise de MLA minério da Mina I AngloGold Ashanti – Córrego do Sítio).

Em relação aos sulfetos, a oxidação pode ser necessária para reagir parte ou todos os componentes de sua matriz, com o objetivo de expor o ouro ou passivar o material carbonoso, evitando assim o consumo excessivo de reagentes. No tratamento de minérios contendo componentes carbonosos deletérios, a oxidação é frequentemente necessária para passivar a superfície ativa da matéria carbonosa, para evitar a adsorção de ouro ou para destruí-la completamente. A necessidade de pré-tratamento oxidativo depende do tipo, quantidade e propriedades dos constituintes refratários no minério (AFENYA, 1991; MARSDEN; HOUSE, 2009).

Os métodos disponíveis para a oxidação se dividem em duas categorias principais: hidrometalúrgica e pirometalúrgica. A oxidação pirometalúrgica de minérios sulfetados e carbonosos por ustulação é praticada em todo o mundo há décadas e é amplamente comprovada. Todavia, a legislação cada vez mais rigorosa no controle de emissões de gases, com vistas à proteção ambiental em todo o mundo, induziu ao aumento da complexidade e consequentemente dos custos dos processos de ustulação. Com o avanço da tecnologia, nos últimos 25 anos métodos hidrometalúrgicos foram desenvolvidos trazendo alternativas economicamente atraentes para a oxidação de muitos minérios e concentrados refratários (MARSDEN; HOUSE, 2009).

As variáveis que afetam a POX envolvem um número de reações consecutivas ou paralelas que produzem íons de ferro  $Fe^{2+}$  e  $Fe^{3+}$ , sulfato ( $SO_4^{2-}$ ) e enxofre elementar. A formação relativa dos vários produtos depende das condições aplicadas de temperatura e pressão de oxigênio, concentração de ácido ou base, agitação no reator, densidade de polpa, tamanho da partícula e tempo de reação.

Essas variáveis afetam a cinética da oxidação, que determinam as dimensões do reator (autoclave) e consequentemente alguns aspectos econômicos, que impactam no *capex*, *capital expenditure* - investimento em bens de capital ou no *opex*, *operational expenditure* – despesas operacionais). A cinética de oxidação impõe também limitações ao processo, por exemplo relacionadas aos equipamentos necessários para etapas anteriores à oxidação, por exemplo, para ajuste de granulometria adequada (GUDYANGA et al., 1999; LUNT; BRIGGS, 2016; NIKKHAH et al., 2015).

### 3.3 Temperatura e pressão de oxigênio

Sabe-se que pela lei de Arrhenius do efeito da temperatura sobre a velocidade de reações químicas. De modo geral, o aumento da pressão e da temperatura incrementam a taxa de processos de oxidação, a conversão dos sulfetos em sulfatos (CORKHILL; VAUGHAN, 2009). A formação de enxofre elementar é um fenômeno que depende fortemente da temperatura. Por um lado, para alguns sulfetos como a pirita, durante a oxidação em temperaturas inferiores a 160 °C, a formação de enxofre elementar bloqueia a superfície da partícula, o que a passiva e limita a continuidade da reação de oxidação. Por outro lado, temperaturas superiores a 160 °C permitem completar a reação sem qualquer impedimento (PAPANGELAKIS; DEMOPOULOS, 1991; SUN et al., 2015).

Entretanto, em temperaturas mais altas a pressão também aumenta. Esse fato eleva a complexidade e os custos dos projetos e custos operacionais do processo de oxidação. O processo fica limitado por várias questões, como por exemplo a necessidade de vedações por selos mecânicos, que aumentam a agressividade do meio, gera gastos elevados com materiais refratários específicos para tal condição. Isso causa aumento dos custos de *capex e opex*. A temperatura e a pressão de operação são tipicamente mantidas em um nível mínimo, o suficiente para evitar a formação de enxofre elementar e para fornecer a pressão parcial de oxigênio desejada para a oxidação efetiva do mineral de sulfeto (MARSDEN; HOUSE, 2009).

### 3.4 Acidez e alcalinidade

A escolha da acidez/alcalinidade na oxidação (ácida ou alcalina) depende da composição do minério a ser tratado, principalmente quanto à presença de matéria carbonosa e à concentração de sulfetos. Considerando os parâmetros operacionais, é importante para o processo que seja estabelecida uma acidez suficiente para manter espécies de ferro em solução, evitar precipitação excessiva, sustentar um potencial de oxidação satisfatório e ter custos admissíveis na etapa de neutralização. Geralmente, a concentração de ácido é mantida acima de 10 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (KETCHAM; O'REILLY; VARDILL, 1993; MARSDEN; HOUSE, 2009).

### **3.5 Agitação**

Uma mistura eficiente é necessária para possibilitar transferências de calor e massa na autoclave satisfatórias, além de influenciar a taxa de absorção de oxigênio na fase líquida, pois o aumento da intensidade de agitação leva a uma maior dispersão das bolhas de oxigênio na polpa e favorece a reação. Trabalhos realizados por Long e Dixon (2004) mostram que uma velocidade de agitação acima de 800 rpm não tem efeito considerável na taxa inicial de oxidação da pirita. No entanto, características como o projeto do reator e do rotor, densidade e viscosidade da polpa, potência do agitador e velocidade do rotor impactam no grau de mistura e a adoção de uma única condição de agitação deixa margem a muitas dúvidas sobre a mistura efetiva obtida no reator. Normalmente, são aplicados impulsores de pás múltiplas de fluxo radial (por exemplo, turbina Rushton), mas outros projetos alternativos de propulsores também são possíveis (LONG; DIXON, 2004; MARSDEN; HOUSE, 2009; ZAYTSEV et al., 2013). O estudo da hidrodinâmica no sistema é essencial para a escolha e projeto das dimensões do impelidor e potência a ser aplicada.

### **3.6 Concentração de sólidos na polpa**

Para o processamento de uma mesma quantidade de minério, a concentração de sólidos na polpa é relacionada principalmente à redução do tamanho do reator, o que maximiza a densidade da polpa e a transferência de massa de oxigênio, sendo que a alta densidade da polpa leva a um aumento na produtividade, especialmente no caso de minérios ou concentrados de baixo teor, operacionalmente no máximo de 55% de sólidos. Porém, a formação de produtos de enxofre (como enxofre elementar) e as características dos minérios podem influenciar na seleção da densidade operacional. A formação de enxofre geralmente não é um problema no caso de minérios sulfetados com baixo teor de sulfeto e porcentagens de sólidos entre 45% a 55%. As concentrações de sólidos na polpa com alto teor de enxofre, como o concentrado de flotação, devem ser mais baixas porcentagens de sólido, normalmente 30% a 40% (às vezes 10% a 15%), ou parte do produto deve ser recirculada (MARSDEN; HOUSE, 2009). Tipicamente, concentrações de sólidos mais baixas são usadas para minérios e concentrados que são mais ricos em sulfetos. A baixa densidade também pode ser necessária nos casos em que os minérios contenham carbonatos, com o objetivo de evitar a formação de gesso no interior da autoclave e diversos problemas operacionais relacionados a este fato.

### **3.7 Tamanho das partículas**

Quanto menor o tamanho das partículas, maior a área superficial do minério. Partículas menores têm, portanto, maiores taxas de oxidação, menores tempos de reação e conseqüentemente apresentam um maior grau de oxidação (NIKKHAH et al., 2015). O tamanho de partícula ideal é determinado pelos custos de cominuição, associando o tempo de oxidação com o grau de oxidação requerido. Adicionalmente, uma sobreoagem do material pode gerar um custo elevado de energia e pode causar dificuldades no espessamento de polpas e clarificação das soluções. Na oxidação sob pressão, minérios sulfetados são usualmente moídos a uma granulometria típica de 70% a 80% <75 $\mu$ m, enquanto concentrados de flotação devem apresentar entre 70% e 80% <37 $\mu$ m (MARSDEN; HOUSE, 2009; NERY et al., 2015a; ZAYTSEV et al., 2013).

### **3.8 Tempo de reação**

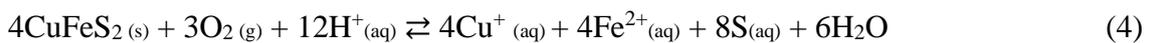
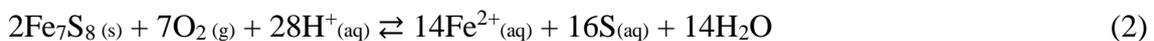
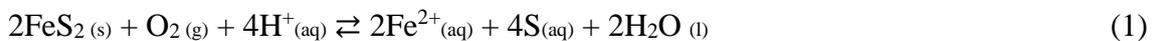
O tempo de reação necessário para obter a oxidação dos sulfetos depende essencialmente dos fatores citados anteriormente e das características geoquímicas do material, tais como o tipo e quantidade destes minerais sulfetados. Estudos de otimização são constantemente realizados para reduzir esse tempo, em busca do aumento de produção. O tempo de reação geralmente necessário situa-se entre uma e duas horas, sendo que tempos mais longos são menos viáveis pois representam custos de capital e operação potencialmente mais altos ao processo (FARAZ et al., 2014; LONG, 2000; MARSDEN; HOUSE, 2009).

### **3.9 Oxidação ácida**

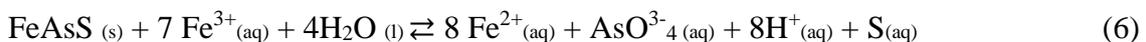
Um dos métodos empregados para a recuperação de ouro de matérias-primas refratárias é a oxidação a alta temperatura (acima de 170 ° C), em meio ácido (abaixo de pH 2) e com a utilização de oxigênio como agente oxidante. Certas condições de oxidação intensiva são necessárias principalmente para obter uma cinética acelerada, a liberação completa de ouro e a eliminação da formação de enxofre elementar. A formação desse último é totalmente indesejável, uma vez que interfere nas etapas do processo de oxidação e cianetação. A oxidação sob pressão em meio ácido envolve um número de reações consecutivas ou paralelas que originam íons ferroso e férrico, íons sulfato e enxofre elementar. A ocorrência e concentração

dos vários produtos formados dependem das condições aplicadas de temperatura, tempo de reação, pressão parcial de oxigênio, acidez e concentração total de sulfato (CORKHILL; VAUGHAN, 2009; MARSDEN; HOUSE, 2009; PAPANGELAKIS; DEMOPOULOS, 1991).

Como relatado na literatura (HOLMES; CRUNDWELL, 2000; MARSDEN; HOUSE, 2009; MCDONALD; MUIR, 2007), os parâmetros operacionais afetam fortemente a oxidação dos sulfetos, cujos principais exemplos associados ao ouro são pirita, pirrotita, arsenopirita e calcopirita. Em condições de 100 °C a 170 °C tem-se as reações 1 a 5 que ocorrem durante a oxidação. Os íons  $\text{Fe}^{2+}$  são oxidados a  $\text{Fe}^{3+}$  sob estas condições segundo a reação 5.



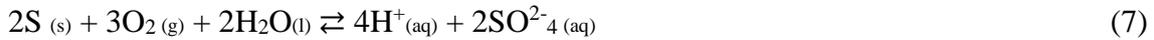
O íon férrico é um forte agente oxidante que pode oxidar a arsenopirita pela equação 6 (CORKHILL; VAUGHAN, 2009; HOLMES; CRUNDWELL, 2000; MARSDEN; HOUSE, 2009):



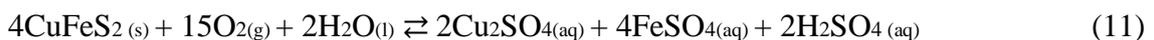
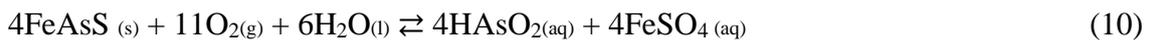
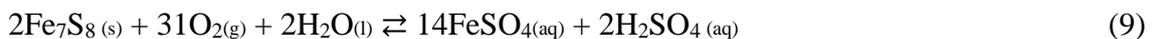
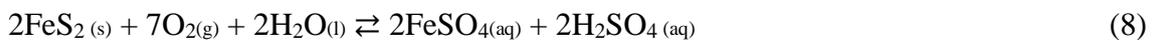
As reações de oxidação anteriores apresentam formação de enxofre elementar, fato que segundo Marsden e House (2009) os seguintes problemas:

- Encapsulamento das partículas de sulfeto por enxofre elementar, o que atrapalha a continuidade da oxidação da parcela de partículas não reagidas;
- Recobrimento da superfície de ouro exposta e diminuição da eficácia dos processos subsequentes de extração de ouro;
- Elevação do consumo de cianeto e oxigênio durante a fase de lixiviação.

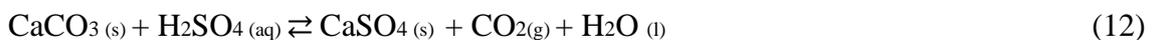
Diante disso, fica evidente que a formação de enxofre elementar deve ser evitada. Isso pode ser alcançado com a operação em temperaturas suficientemente altas (acima de 170 °C -180 °C), o que garante a oxidação irreversível do enxofre ao sulfato (MARSDEN; HOUSE, 2009):



Na prática, são usadas a faixa de temperaturas de 180 °C a 225 °C. As equações de oxidação para os diferentes minerais podem ser representadas pelas equações 8 a 11.



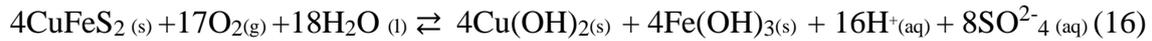
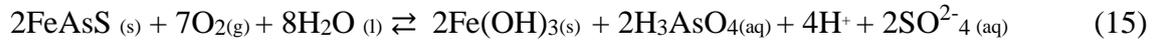
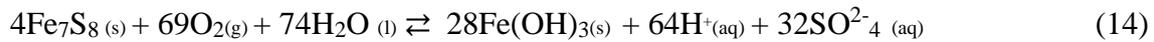
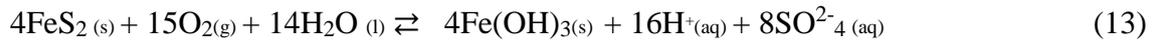
As espécies de ferro, arsênio e cobre são oxidadas para espécies Fe(III), As(V), e Cu(II), respectivamente (MARSDEN; HOUSE, 2009; SHERRITT, 2010) e os carbonatos presentes no processo reagem com o ácido sulfúrico segundo a reação da equação 12, indesejável, pois o dióxido de carbono gerado diminui a eficiência global da oxidação por reduzir a pressão parcial de oxigênio e a utilização de oxigênio na autoclave durante o processo.



### 3.10 Oxidação alcalina e neutra

O processo de oxidação na autoclave pode ser realizado não apenas em meios ácidos, mas também sob condições alcalinas e neutras.

Em condições neutras e alcalinas e na presença de oxigênio dissolvido, a pirita, pirrotita, arsenopirita e calcopirita são oxidadas pelas reações 13 a 16, respectivamente (MARSDEN; HOUSE, 2009).



A oxidação alcalina de sulfetos refratários, como pré tratamento para a etapa de cianetação, pode ser realizada sob condições significativamente mais brandas do que a que ocorre em meios ácidos, já que o enxofre e o arsênio são quase completamente oxidados na forma de íons sulfato e arsenato. Além disso, o enxofre elementar não é formado e as soluções alcalinas têm uma baixa atividade corrosiva. Assim, materiais de construção de custos mais baixos podem ser usados para a fabricação do reator (autoclave).

As vantagens do método alcalino são a ausência das operações de processamento de minério ácido, a lavagem e a neutralização da polpa lixiviada e a economia de ácido e cal. No entanto, apesar das vantagens, a aplicação do método alcalino é pouco frequente industrialmente (KOSLIDES; CIMINELLI, 1992). Atualmente, ainda poucas unidades industriais utilizam do método de oxidação em condições alcalinas, a exemplo tem-se a unidade industrial Nevada Gold Mines, pertencente a Barrick Gold Corporation e Newmont Goldcorp Corporation nos Estados Unidos, a qual possui duas rotas de pré tratamento do minérios refratário, o que a depender da composição do minério proveniente da lavra, a rota de tratamento por oxidação alcalina em autoclave passa a ser utilizada (MOORE et al., 2019).

A oxidação por pressão alcalina emprega condições similares de pressão, temperatura e oxigenação do processo ácido, mas o pH neutro ou levemente alcalino é aplicado (MARS DEN; HOUSE, 2009). Esse método pode ser usado para o tratamento de minérios refratários que contêm grandes quantidades de carbonatos consumidores de ácido e têm baixo teor de sulfeto, ou seja, menos adequados à oxidação ácida. Desse modo, não há adição de ácido ao processo e o ácido gerado é neutralizado por carbonatos na alimentação.

Pode se observar na tabela 1 que a unidade de Mercur, nos Estados Unidos, aplicou a oxidação sob pressão em condições neutras (levemente alcalinas). Devido ao baixo teor de sulfetos e ao alto teor de carbonatos, é necessária uma grande quantidade de ácido na fase de acidificação. Assim, a oxidação em autoclave de minerais sulfetados de ouro pode ser eficientemente realizada em ambientes alcalinos ou quase neutros (LA BROOY; LINGE; WALKER, 1994).

Tabela 1: Condições operacionais de plantas metalúrgicas que utilizam oxidação sob pressão (modificado de (MARSDEN; HOUSE, 2009)).

Planta	São Bento	Mercur	Porgera	Twin Creeks	Lihir
País	Brasil	EUA	Papua Nova Guiné	EUA	Papua Nova Guiné
Início da operação					
Condição	Ácido	Alcalino	Ácido	Ácido	Ácido
Material tratado	Concentrado	Minério	Concentrado	Minério	Minério
Taxa de alimentação (ton/dia)	240	720	2150	3600	10000
Tamanho de partícula ( $\mu\text{m}$ )	90% <44 $\mu\text{m}$	75 a 80% <75 $\mu\text{m}$	80% <38 $\mu\text{m}$	80% <20 $\mu\text{m}$	80% <105 $\mu\text{m}$
Enxofre (%)	18	0,95	14	3 a 8	7,2
Carbonatos (%)	8	16	1 a 3	0,5 a 12	-
Pressão total (KPa)	1600	3200	1725	3170	2400 a 2700
Pressão de oxigênio (KPa)	-	380	325 a 350	690	300 a 500
Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ )	190	220	190 a 200	225	210
Tempo de reação (min)	120	112	110	50	65
Oxidação dos sulfetos (%)	-	>70	99 a 99,5	97	98

De acordo com Koslides e Ciminelli (1992) apesar dessas aplicações, poucos estudos foram elaborados nessas condições. Alguns dos principais sulfetos associados ao ouro foram poucos estudados, assim como a oxidação da pirita em soluções alcalinas recebeu atenção muito limitada em comparação com os vários estudos realizados em meio ácido. Como resultado, poucos e frequentemente contraditórios dados referentes aos parâmetros cinéticos foram relatados, além de equações não terem sido bem estabelecidas. No caso da arsenopirita, reduzida informação está disponível na literatura. Em adição, pouco foi desenvolvido atualmente para esses minerais e igualmente pouco foi discutido para minérios com composições variadas e concentrados (flotação).

### 3.11 Minérios auríferos carbonosos e o efeito *preg-robbing*

A exploração de minérios auríferos gera um desafio constante na busca em viabilizar corpos com a complexidade de tratamento cada vez maior e com teores cada vez menores. A exploração leva à descoberta de novos depósitos e, com o tempo, na medida em que a mineração avança, zonas mais profundas são encontradas, junto com novos tipos de minérios com diferentes características. Essas mudanças na mineralogia dos depósitos apresentam desafios durante a exploração e processamento dos minérios, que são mais complexos para tratar e

recuperar o metal de interesse econômico, principalmente devido à presença de matéria carbonosa (AFENYA, 1991; MUSTAPHA et al., 2014).

A matéria carbonosa nos minérios de ouro causa impactos no processo, a exemplo do carbono que pode bloquear uma parte do ouro no minério e inibir a lixiviação ou adsorver ouro lixiviado (CIMINELLI; GOMES, 2002; REES; VAN DEVENTER, 2000; SANTIAGO, 2018). A presença dessa matéria carbonosa em minérios mostrou que atua como carvão ativado e adsorve o ouro solubilizado da solução de cianeto, resultando em perda de ouro. Essa perda é devido à baixa granulometria do carbono, uma vez que geralmente não é possível reter tal granulometria nas peneiras usadas na indústria nos processos CIL e CIP. Isso é o que se denomina de *preg-robbing*, definido como o fenômeno pelo qual o complexo de cianeto de ouro ( $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ ) é adsorvido da solução pelos constituintes do minério. Dentre esses constituintes pode-se incluir madeira, carbono orgânico e impurezas, e também carbono elementar (ABOTSI; OSSEO-ASARE, 1987; AMANYA; et al., 2017; REES; VAN DEVENTER, 2000; W.R. GOODALL; J.D. LEATHAM; P.J.SCALES, 2005).

A empresa Barrick Gold Mines Incorporated (BGMI), desenvolveu uma metodologia para a determinação do efeito *preg-robbing*, a qual foi otimizada por W. Goodall (GOODALL; LEATHAM; SCALES, 2005) em que o minério é colocado em contato com esta solução padrão de ouro por um determinado tempo, e, após, é verificada a redução da concentração de ouro na solução, o que é considerado como ensaio “branco”(ou referência). O mesmo é feito com a adição de solução de cianeto, quando são medidas as concentrações iniciais e finais do ouro em solução, e, ao fim, tem-se a diferença entre os ensaios como a porcentagem de *preg-robbing* (%PPR). Durante os ensaios, os referidos autores apontaram algumas deficiências e propuseram algumas mudanças na metodologia, além de ressaltarem dois pontos fundamentais: a determinação do tamanho da amostra para que seja representativa e o tempo de reação maior com a proposta de 24 horas.

Mais tarde, (CELEP et al., 2014) propuseram testes estatísticos para quantificar o potencial efeito *preg-robbing* em minérios refratários, além de reforçarem que o método da BGMI poderia gerar falhas na caracterização inicial de um minério por utilizar amostras pequenas e tempos de equilíbrio curtos nos ensaios. Afirmam também que um curto tempo de equilíbrio pode levar a resultados errôneos, uma vez que a adsorção de cianeto de ouro é frequentemente reversível e uma parte do ouro pode se dissolver do minério.

Por sua vez, (MUSTAPHA et al., 2014) propuseram realizar ensaios de cinética de lixiviação por cianeto em garrafas com e sem carvão ativado, com a colocação de minério em contato com a solução padrão de ouro, para estudar o efeito *preg-robbing* em minério de Gana. Contudo, em um ensaio muito similar ao proposto por aqueles pesquisadores, também foi demonstrada uma determinação qualitativa do efeito *preg-robbing*.

### 3.12 Planta de beneficiamento Córrego do Sítio portaria II (CdS II)

Na planta CdS II, a rota de processo existente contempla uma etapa denominada de tratamento mecânico, que consiste nas etapas de britagem (primária e secundária), peneiramento, moagem, concentração gravimétrica, flotação e espessamento. O produto desta etapa é o utilizado no desenvolvimento do trabalho em questão. A etapa subsequente é denominada de tratamento químico, que contempla os estágios de oxidação sob pressão (POX), decantação em contracorrente (CCD), *carbon in leach* (CIL – lixiviação e adsorção), eluição, eletrólise e fundição. O fluxograma de processamento da unidade CdS II é apresentado na Figura 4.

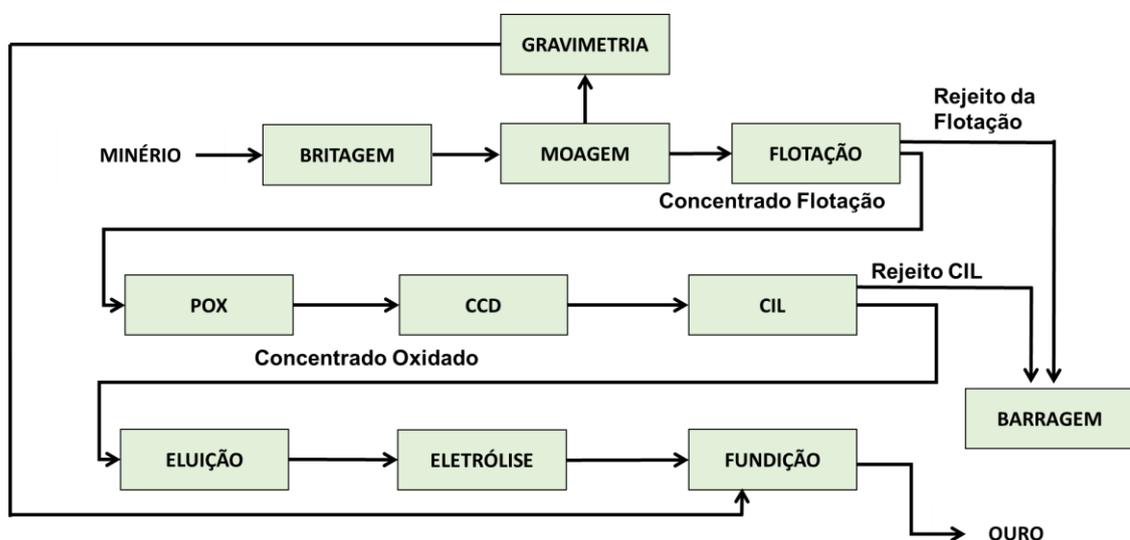


Figura 4: Fluxograma da planta de beneficiamento CdS II.

Após a etapa de concentração por flotação, a polpa é condicionada com ácido sulfúrico a uma taxa que varia de 80 a 300 litros por hora, atingindo um pH igual a 1,5. Entretanto, dados de

2018 demonstram que esse controle não demonstra ser eficiente, vista a variabilidade do pH na alimentação da autoclave (Figura 5) .

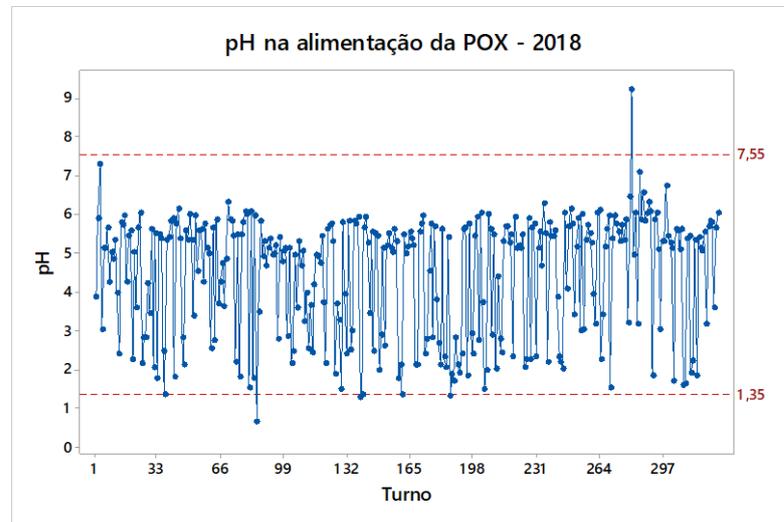


Figura 5: Variação pH na alimentação da autoclave da unidade de beneficiamento CdS II.

Na etapa de oxidação sob pressão, o concentrado de flotação proveniente da etapa de condicionamento com ácido sulfúrico é estocado no tanque de alimentação da autoclave (1640TQ01) e é bombeado a uma taxa controlada para a alimentação da autoclave, a qual possui cinco compartimentos, seis agitadores e tempo de residência de aproximadamente 60 minutos. A Figura 6 apresenta o circuito de oxidação sob pressão da unidade CdS II.

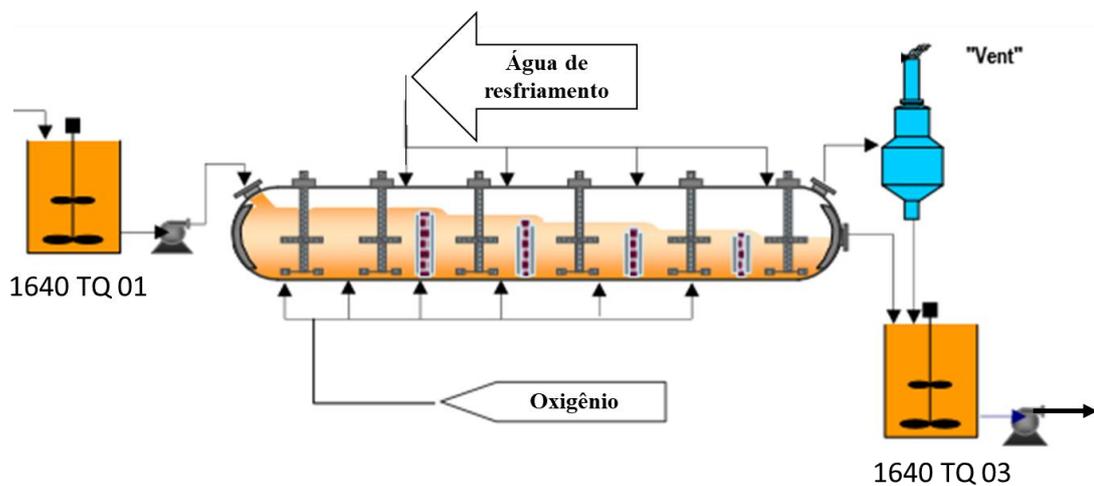


Figura 6: Circuito de oxidação sob pressão da planta de beneficiamento CdS II.

A polpa oxidada na autoclave é descarregada à pressão atmosférica, direcionada para o tanque condicionador (1640TQ03), em temperatura na faixa entre 87°C e 97°C. Em seguida, a polpa é bombeada do tanque condicionador para o circuito de lavagem por decantação em contracorrente e, após, para a etapa de lixiviação CIL.

### **3.12.1 Segurança na operação da autoclave - Ignição do titânio**

As autoclaves de bancada e industriais são projetadas para minimizar o potencial de incêndio e explosão, porém, os procedimentos de operação do fabricante devem ser bem compreendidos e seguidos. As elevadas concentrações de ácido e as temperaturas envolvidas impõem o uso do metal titânio para quase todos os componentes dos metais em contato com as polpas da autoclave. O titânio é um metal reativo e tem potencial de entrar em combustão em atmosferas com conteúdo alto de oxigênio. De acordo com relatório interno da Anglogold sob consultoria da empresa Sherritt, detentora da tecnologia da autoclave industrial utilizada na unidade de negócio Córrego do Sítio, sabe-se que o titânio é usado em muitos processos de oxidação por pressão, inclusive os realizados em autoclave, nos quais já ocorreram vários exemplos de combustão do titânio. Em vários desses casos, o metal titânio entrou em ignição e fez com que um componente contendo pressão, tal como uma válvula ou bico, falhasse e, com isso, houvesse a liberação dos conteúdos de polpa de alta pressão da autoclave para a área de operação.

Outro ponto importante é que, mesmo em pequenas quantidades de óleo, a presença do oxigênio seco pode causar uma violenta reação. Essa é a razão pela qual deve ser feita uma limpeza vigorosa de graxas de qualquer componente colocado em serviço com o oxigênio.

O aço e outros metais podem também entrar em combustão em ambientes de oxigênio puro, mas o titânio é um dos metais mais reativos. Algumas das causas principais de incêndio conhecidas no processo de oxidação por pressão são (SHERRITT, 2010):

- a) Atmosfera de alto conteúdo de oxigênio devido ao fato de o oxigênio estar presente em um vaso sem diluição do vapor;
- b) Ignição devido à ignição inicial do enxofre elementar ou sulfeto na autoclave;
- c) Ignição devido ao calor gerado pela rápida compressão do gás de oxigênio, causada pela abertura das válvulas muito rapidamente.

Para evitar a inflamabilidade do titânio, a temperatura e pressão na autoclave devem estar sempre na "Zona sem Ignição", como mostrado na Figura 7, para a temperatura mais baixa medida na autoclave.

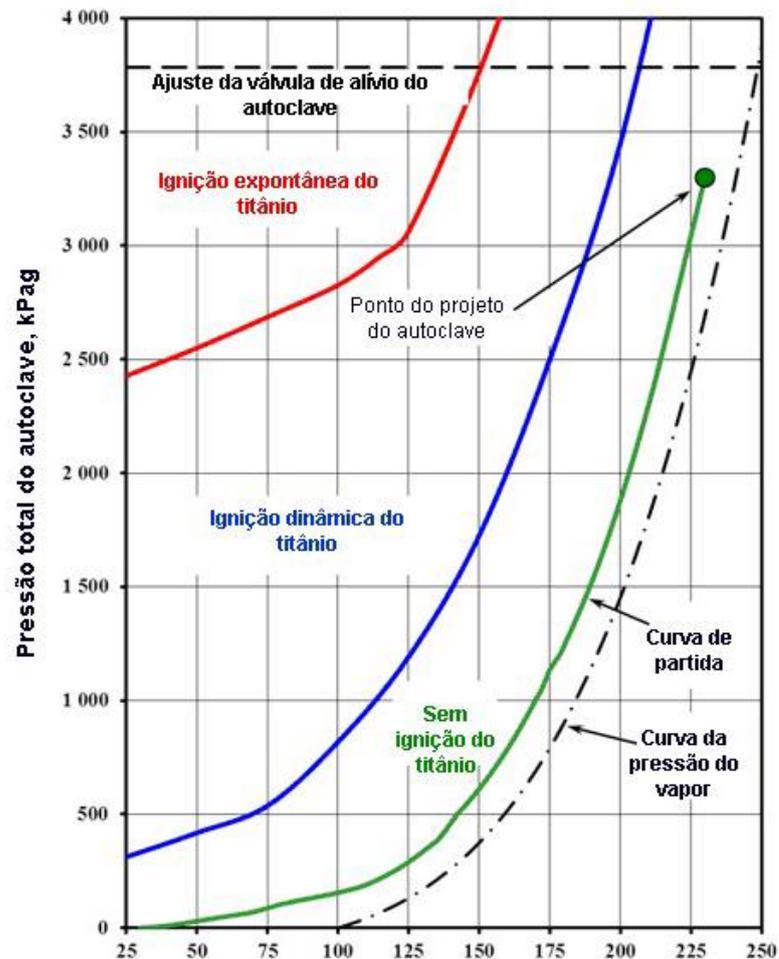


Figura 7: Dados de ignição para titânio puro em um sistema de oxigênio e sulfato (Fonte: Manual Sherritt).

Durante o processo de aumento de temperatura e pressão é importante que as linhas de oxigênio sejam vagarosamente pressurizadas para evitar esforços mecânicos e aquecimento devido às ondas de compressão de choque. Espera-se que o risco de incêndio do titânio com ignição própria seja minimizado na área identificada como “Operação Segura com Titânio”, mostrada pela curva “verde”. A relação pressão e temperatura durante a operação deve seguir como apresentado para que sejam mantidas a integridade do equipamento e a segurança da operação.

## **4. Materiais e Métodos**

### **4.1 Amostragem do concentrado de flotação e material oxidado**

Inicialmente, antes de realizar a amostragem, incluiu-se uma etapa de monitoramento para a verificação da estabilidade do processo com a alimentação constante da flotação e da autoclave, o teor de enxofre do minério, a densidade de sólidos da polpa, a temperatura e a pressão da autoclave. No período de 5/12/2018 a 17/01/2019 foram coletadas amostras em que foi verificada a estabilidade do processo. A amostragem foi realizada em dois pontos: o primeiro no tanque de estocagem de concentrado de flotação que alimenta a autoclave (referenciado pelo nome 1640TQ01), e o segundo no tanque de descarga da autoclave com concentrado oxidado pela autoclave industrial (tanque 1640TQ03), como ilustrado anteriormente pela Figura 6.

#### **4.1.1 Determinação do teor de ouro**

A determinação dos teores de ouro das amostras sólidas dos experimentos ocorreu através da técnica de *Fire Assay*, utilizada pelo laboratório químico da unidade, conforme método descrito em síntese no ANEXO A. Esse método tem como limite de detecção inferior ao valor de 0,005 ppm e um erro estimado de 5%. Ressalta-se que todas as amostras sólidas provenientes dos ensaios de lixiviação também tiveram seus teores de ouro quantificados por esse método.

#### **4.1.2 Análise granulométrica**

A fim de determinar a distribuição das partículas das amostras do concentrado, as análises granulométricas foram realizadas por peneiramento utilizando um conjunto de peneiras da série Tyler com as malhas de abertura de 147, 105, 74, 53, 37, 25 e 20  $\mu\text{m}$ . O tempo de peneiramento foi de 40 min.

#### **4.1.3 Determinação dos teores de carbono e enxofre total**

As medições do teor de enxofre foram realizadas no Laboratório Químico da Unidade CdS II com a utilização de um analisador Leco modelo SC 632. Essa tecnologia consiste em aquecer

menos de 150 mg de amostra, pesada em balança de precisão, em um forno de indução a 1350°C. Durante o aquecimento, o oxigênio flui através do equipamento liberando dióxido de enxofre e dióxido de carbono, os quais são medidos por um sistema de detecção de infravermelho.

## 4.2 Ensaios de oxidação

Os ensaios de oxidação em autoclave tiveram como objetivo principal correlacionar o experimento em bancada com a operação da autoclave industrial da unidade CdS II. Dessa forma, foram selecionadas as amostras e os parâmetros operacionais dos experimentos com a maior proximidade dos parâmetros típicos praticados na unidade. Buscou-se constituir a amostra composta com todos os tipos de minério, abrangendo os domínios mais relevantes a serem tratados no decorrer da vida útil da mina, como os corpos denominados Carvoaria, Cachorro Bravo e Laranjeiras.

As condições operacionais típicas, seguras e comercialmente práticas para os ensaios de oxidação da arsenopirita aurífera são temperatura de 225 °C, pressões de 460 psi usando oxigênio, e tempo de permanência de 120 minutos e pH de 1,5, salvo os experimentos com variação do tempo de permanência e o pH. O grau de oxidação dos testes de bancada foi obtido a partir da expressão 17;

$$\text{Oxidação (\%)} = 100 \times \frac{\text{Concentração de sulfetos final (\%)} \times \text{massa final (g)}}{\text{Concentração de sulfetos inicial (\%)} \times \text{massa inicial (g)}} \quad (17)$$

### 4.2.1 Descrição da autoclave de bancada

Os experimentos foram realizados em uma autoclave em titânio da marca Parr, de volume de um litro. A vedação da autoclave é obtida por um sistema de fixação por parafusos e anel de *o-ring* (anel de borracha para vedação) que mantém o vaso e o eixo juntos. Um acionamento magnético no eixo de acionamento do impulsor proporciona agitação de até 550 rpm. A autoclave é equipada com serpentina de resfriamento para resfriar o sistema e controlar a temperatura do processo de oxidação. Contém quatro aberturas, controladas por válvulas, que correspondem a um tubo de amostragem, entrada de oxigênio, saída de gás e transdutor de pressão. Pressão, temperatura e velocidade de rotação foram definidas e alteradas através de

uma unidade de controle próxima à autoclave. O processo de aquecimento é constituído por um sistema de indução. A Figura 8 mostra o equipamento usado e a o diagrama esquemático da autoclave.

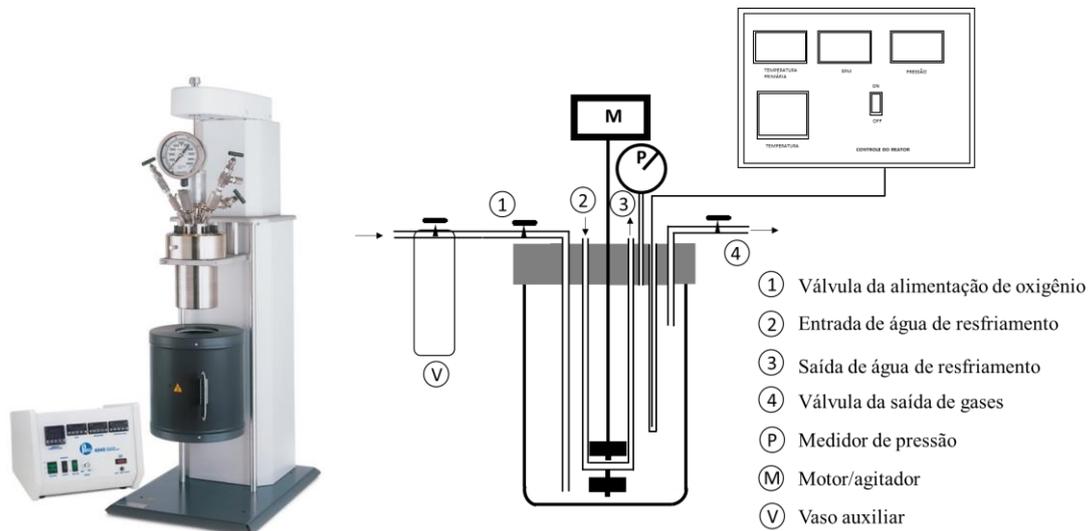


Figura 8: Autoclave Parr e Diagrama esquemático da autoclave.

## 4.2.2 Preaquecimento e ensaios

### 4.2.2.1 Sistema totalmente fechado

Para atingir a temperatura e pressão necessárias para realização dos ensaios de oxidação, o vaso foi pré-aquecido durante aproximadamente 35 minutos. Durante esse período, a agitação foi aplicada a uma rotação entre 350 e 550 rpm e não foi adicionado oxigênio durante essa etapa.

Após esse tempo, a temperatura no vaso atingiu a temperatura de 225 °C e o oxigênio foi adicionado a uma sobre-pressão de aproximadamente 460 psi. É importante salientar que a pressão do vaso auxiliar não pode ser inferior à do vaso da autoclave para que não haja retorno de material para o sistema de alimentação de oxigênio. Após a injeção de oxigênio, as válvulas 1 e 4 foram fechadas. A temperatura e a pressão no vaso estabilizaram em torno de 15 minutos e a faixa de controle para a temperatura foi de  $\pm 2$  °C. A Figura 9

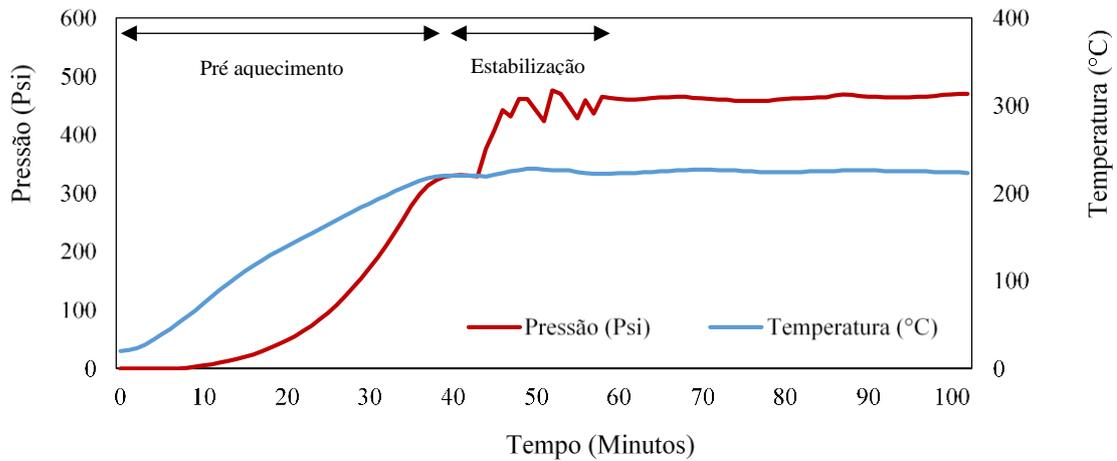


Figura 9: Evolução típica da temperatura e pressão durante ensaio de oxidação em autoclave de bancada

#### 4.2.2.2 Sistema com válvula 1 e 4 semiabertas

Com o desenvolvimento inicial dos ensaios, foi verificado um baixo grau de oxidação dos sulfetos, motivo pelo qual na segunda etapa do trabalho os experimentos foram conduzidos com uma metodologia alterada.

Após o período de preaquecimento e alcance da temperatura do vaso de 225 °C, o oxigênio foi adicionado a uma sobre-pressão de oxigênio de aproximadamente 460 psi. A válvula 1 foi mantida aberta, a pressão do cilindro de oxigênio manteve o sistema de alimentação de oxigênio com pressão superior à do vaso e a válvula 4 foi mantida semiaberta. Foi mantido o tempo de 15 minutos para que a temperatura e a pressão no vaso se estabilizassem. A tabela 2 sintetiza as condições dos ensaios realizados.

Tabela 2: Parâmetro dos ensaios de oxidação para sistema semiaberto (SS).

Experimento	Tempo de preaquecimento (min)	Tempo de estabilização e reação (min)
T30 SS	35	30
T60 SS	35	60
T120 SS	35	120
T240 SS	35	240
T360 SS	35	360

### 4.2.3 Resfriamento, filtração e amostragem

Após a reação de oxidação no tempo pré-determinado, a agitação e o aquecedor foram interrompidos. O resfriamento do reator foi de aproximadamente de uma hora para atingir uma temperatura inferior a 100 °C, em seguida, iniciar a despressurização do vaso com segurança. Foram necessários aproximadamente 30 minutos de resfriamento para atingir uma temperatura de 40 °C garantindo-se o manuseio com segurança. A polpa foi filtrada usando papéis de filtro faixa azul com 8 µm de diâmetro de poros, e, após a filtração, o retido foi lavado com 1 a 2 litros de água deionizada. O volume final foi medido utilizando uma proveta graduada. As soluções foram acondicionadas em recipientes para análise, enquanto os resíduos foram secos em estufa por pelo menos 24 horas a 75 °C e enviados para análise química. A Figura 10 ilustra as etapas do processo de oxidação na autoclave.

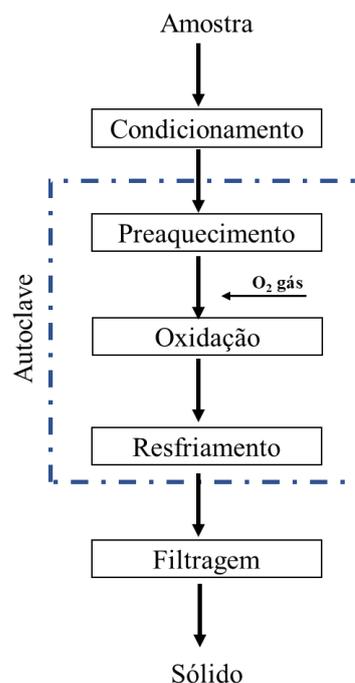


Figura 10: Diagrama esquemático do processo de oxidação.

### 4.3 Medidas do pH e do Eh

Para as determinações de valores de pH foi utilizado um equipamento da Digimed (modelo DM22), acoplado a um eletrodo de pH Digimed (modelo DME-CV1, combinado do tipo escoamento), valendo-se do método potenciométrico para a determinação do pH (potencial hidrogeniônico) do meio.

Para a medição do potencial de oxidação/redução foi usado o mesmo equipamento citado anteriormente, mas com a mudança da função de leitura e substituição do sensor para o modelo DRM-CP1 (eletrodo combinado de platina do tipo escoamento).

#### **4.4 Determinação das concentrações de ouro, ferro e cloro em solução**

A determinação das concentrações de ouro, ferro total e cloro em solução foi realizada pela técnica de espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente (ICP OES, com o uso do equipamento da marca Agilent Technologies, modelo 700). Nessa técnica, a solução é aspirada via todo tubo capilar para um nebulizador.

Após a etapa de nebulização, o ICP OES funciona com a injeção da amostra de líquido atomizado dentro de um plasma de argônio. A amostra ioniza no plasma e os íons emitem luzes de diferentes comprimentos de onda, os quais são captados por um detector e sua intensidade é medida.

#### **4.5 Determinação da concentração de cianeto livre em solução**

Para a determinação do cianeto foi utilizado o método HCl – HH como descrito no ANEXO B.

#### **4.6 Ensaios de lixiviação**

Os concentrados oxidados foram filtrados e submetidos a ensaios de cianetação segundo a metodologia “*rolling-bottles*”. Nesses ensaios, alíquotas de 60 g de material oxidado foram transferidas para garrafas de vidro, adicionando-se em seguida água deionizada, de modo a se obter uma polpa com aproximadamente 20% de sólidos. Após o repolpamento, a polpa teve seu pH corrigido com cal para valores entre 10,5 e 11,5 e foi adicionado carvão ativado virgem a uma concentração de 40 g/l. Nesse ponto, as garrafas foram colocadas sistema de rolos a uma rotação de 45 min<sup>-1</sup> por 15 minutos em uma etapa de condicionamento (pre-lime). Ao término dessa etapa, 0,24 g de cianeto de sódio (4000 g/ton) foram adicionadas à polpa, e mantidas no sistema de rolos a 45 min<sup>-1</sup> por mais 24 horas. Durante todo o ensaio, o pH do sistema foi monitorado e corrigido, quando necessário, para valores entre 10,5 e 11,5 com cal. Após esse período de 24 horas a polpa foi filtrada em papel filtro faixa azul, sendo a solução amostrada

enviada para análise química e o material residual lavado e seco em estufa a 75 °C por 24 horas antes que também fosse encaminhado para análise.

Para fins comparativos foram realizados também ensaios de lixiviação para o concentrado sem passar pela etapa de oxidação em autoclave, tendo sido esse processo conduzido como descrito anteriormente.

Para os ensaios de lixiviação em garrafas foram utilizados carvão ativado da marca PICAGOLD do tipo G210AS, originados da casca de coco, produzidos e fornecidos pela empresa Jacobi Carbons, cuja especificação técnica consta no ANEXO C.

#### **4.6.1 Avaliação do potencial *preg-robbing***

O presente trabalho propõe a utilização de uma metodologia atualmente empregada na unidade CdS, a qual, apesar de também é ser qualitativa, demonstra ser de fácil execução e possibilita um bom indicativo do potencial do efeito *preg-robbing* no minério ou concentrado testado. Essa metodologia consiste em realizar a lixiviação em garrafas do material com e sem carvão ativado, com os parâmetros de condução dos ensaios descritos no item 4.6, porém tendo no mesmo ensaio uma segunda amostra sem adicionar o carvão ativado (SANTIAGO, 2018).

O entendimento dessa metodologia é que, no ensaio com carvão ativado, o ouro solubilizado seria adsorvido rapidamente pelo mesmo e posteriormente medido por análise química. Para o ensaio sem carvão, o ouro solubilizado deveria estar todo na solução e posteriormente medido, porém, caso ocorra o efeito *preg-robbing*, parte do ouro solubilizado seria adsorvido pela matéria orgânica e não seria contabilizado na subseqüente análise química. Assim, o comparativo entre as recuperações dos dois ensaios (com e sem carvão), permite o entendimento de que a diferença entre elas é o potencial de efeito *preg-robbing* do concentrado ensaiado.

#### **4.7 Análise mineralógica do concentrado de flotação**

A amostra do concentrado foi preparada e enviada para o Centro de microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais, com o objetivo de quantificar as fases mineralógicas presentes na amostra composta do concentrado de flotação, submetida também a identificação

de fases minerais por Difractometria de Raios X (DRX), realizadas em um difratômetro da marca Philips-PANalytical modelo PW1710, utilizando radiação  $\text{CuK}\alpha$  e cristal monocromador de grafita. O método de análise por DRX se baseia na comparação dos valores das distâncias interplanares e das intensidades dos picos no difratograma da amostra analisada e uma amostra de referência, utilizando o padrão do banco de dados PDF-2 do ICDD – *International Centre for Diffraction Data*.

#### **4.8 Liberação mineralógica**

Com o objetivo de entender as associações mineralógicas, o processo de oxidação e as características superficiais e químicas das amostras, essas foram analisadas pela técnica *Mineral Liberation Analyser* (MLA). A amostra foi primeiramente homogeneizada e quarteadada, sendo uma alíquota adicionada em resina tipo epóxi, em molde de 30mm de diâmetro, identificada e polidas com pasta de diamante. A amostra analisada (seção polida) foi previamente recoberta com carbono para observação no microscópio eletrônico de varredura (MEV).

O estudo mineralógico foi realizado em microscópio eletrônico FEI, Quanta 600 FEG, acoplado ao software analisador automatizado e ao sistema de microanálise por EDS Espirit Bruker (20Kve). As análises mineralógicas e associações minerais foram consideradas tanto pelo contraste de número atômico quanto a composição química de cada fase (imagens de elétrons retro espalhados e espectros de raios x característicos por EDS, modo XBSE para análise modal e mineralogia do Au).

As imagens digitais obtidas foram processadas para acessar as seguintes informações:

- ✓ Composição mineralógica quantitativa (mineralogia modal e do Au);
- ✓ Características das associações dos minerais de interesse;
- ✓ Distribuição da química por mineral;
- ✓ Distribuição do tamanho dos minerais de interesse;
- ✓ Grau de liberação (área, perímetro).

As análises de MLA foram realizadas para (i) amostra do concentrado de flotação, (ii) material oxidado proveniente da autoclave industrial e (iii) para os produtos de oxidação da autoclave de bancada.

## 5. Resultados e discussões

Nesta seção é apresentado e discutida a caracterização da amostra de alimentação, os produtos de oxidação em diversos tempos, produto de oxidação variando o pH e os resultado das etapas de lixiviação com possíveis ocorrências do efeito *preg-robbing*.

### 5.1 Caracterização dos sólidos

#### 5.1.1 Concentrado de flotação

A curva de distribuição granulométrica consta na Figura 11. Observa-se que aproximadamente 82,6% do material apresenta granulometria inferior a 20  $\mu\text{m}$  ( $P_{80} < 20 \mu\text{m}$ ) sendo, portanto, classificado como fino.

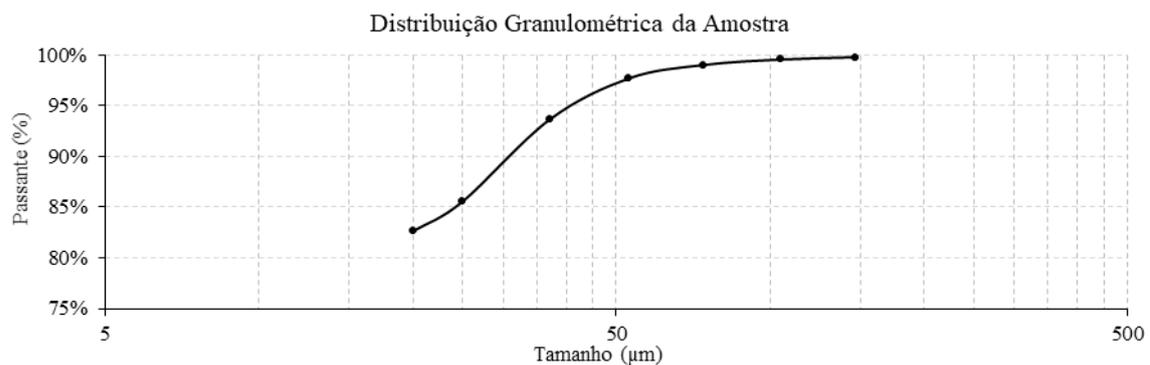


Figura 11: Distribuição granulométrica (passante acumulado) do concentrado de flotação.

Segundo a literatura (KOSLIDES; CIMINELLI, 1992; MARSDEN; HOUSE, 2006; NIKKHAH et al., 2015) o controle de granulometria na alimentação do processo de oxidação sobre pressão é essencial, por afetar substancialmente a cinética de oxidação dos sulfetos.

Para Ketcham, O'Reilly e Vardill (1993) é importante definir a granulometria para que graus de oxidação e liberação ótimos sejam obtidos, visando-se um máximo valor de recuperação metalúrgica. Otimizando os processos de cominuição e controle da granulometria do concentrado de flotação, os autores relatam que, para o minérios estudados houve uma redução da recuperação em 2% com o aumento do  $P_{80}$  de 105  $\mu\text{m}$  para 150  $\mu\text{m}$  na moagem (KETCHAM; O'REILLY; VARDILL, 1993).

Nesse sentido, o concentrado de flotação obtido na unidade CdS está compatível com as faixas granulométricas usualmente utilizadas em alimentações de circuito de oxidação sobre pressão em diferentes regiões do mundo e de acordo com a granulometria esperada pelo projeto, para etapa de moagem de 74  $\mu\text{m}$  e para o concentrado de flotação P<sub>80</sub> de 20  $\mu\text{m}$ .

De forma geral, o concentrado da flotação é composto por silicatos, carbonatos e sulfetos. A Figura 12 ilustra a composição mineralógica modal da amostra de concentrado de flotação.

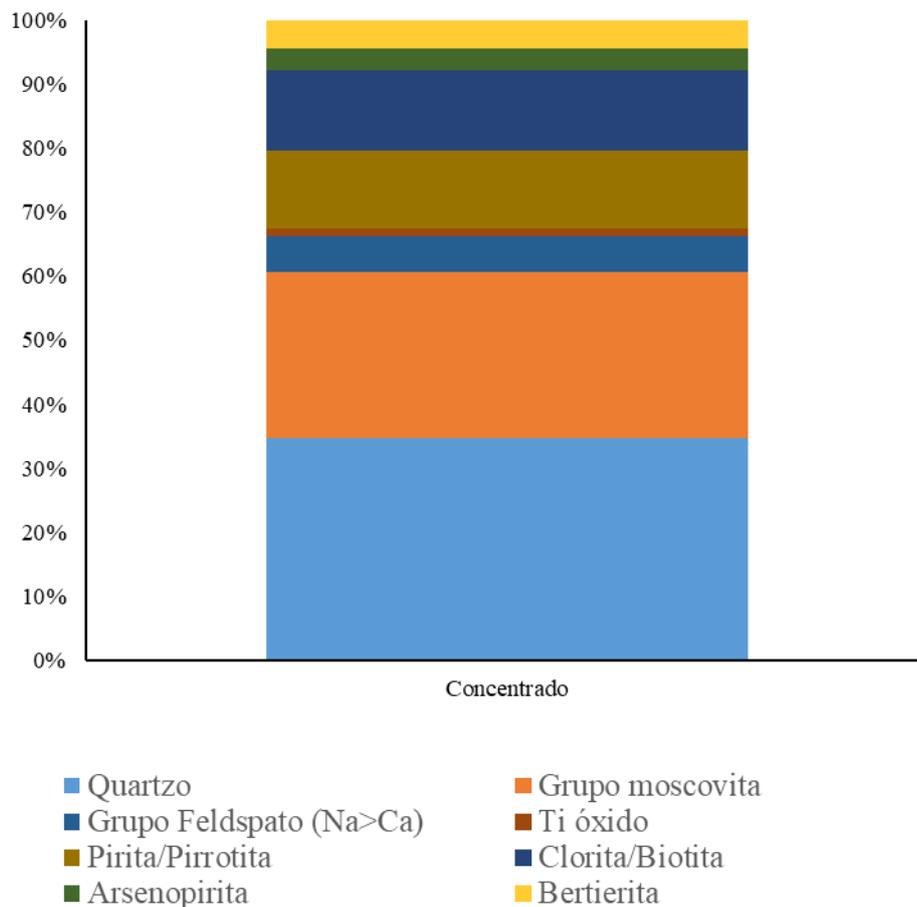


Figura 12: Mineralogia modal do concentrado de flotação.

A amostra do concentrado da flotação apresentou cerca de 17,45% de sulfetos, com ênfase na pirrotita/pirita respondendo com 10,64%, arsenopirita com 2,93% e a bertierita com 3,88%. Dentre os demais e principais minerais que compõem a amostra destaca-se o grupo da moscovita com 22,8%, o quartzo com 30,59%, a clorita/biotita com 11,2% e os carbonatos com 8,67%. A Figura 13 ilustra os diversos minerais encontrados na amostra, a presença de ouro nativo e algumas associações.

De modo geral a caracterização da amostra indicou uma composição mineralógica esperada, ressaltando a presença de partículas de *electrum* como pode se ver na análise modal.

A Tabela 3 apresenta os resultados dos teores de ouro, enxofre total e carbono na amostra de concentrado de flotação. Nesta pode-se observar que o teor médio apresentado para o ouro foi de 21,22 g/ton, para o enxofre total foi de 8,34% e para o carbono foi de 2,01%.

Tabela 3: Teor de ouro (Au), enxofre (S) e carbono (C) na amostra de alimentação da autoclave.

	Teor Au (g/Ton)	S total (%)	C (%)
Amostra 1	19,41	8,33	2,03
Amostra 2	23,03	8,34	1,99
Média	21,22	8,34	2,01

Segundo a literatura (KETCHAM; O'REILLY; VARDILL, 1993; NERY et al., 2015b; W.R. GOODALL; J.D. LEATHAM; P.J.SCALES, 2005), a concentração de carbono total no concentrado de flotação varia entre 0,5% a 5%. Entretanto, vale ressaltar que o potencial de efeito *preg-robbing* não é diretamente proporcional a massa de carbono total, e sim das características da matéria orgânica. O teor de enxofre está dentro do parâmetro usual de operação da autoclave CdS, situado na faixa de 5 a 10%, sendo o valor de 9% o mais esperado para otimização do circuito. (KETCHAM; O'REILLY; VARDILL, 1993; NERY et al., 2015b; W.R. GOODALL; J.D. LEATHAM; P.J.SCALES, 2005)

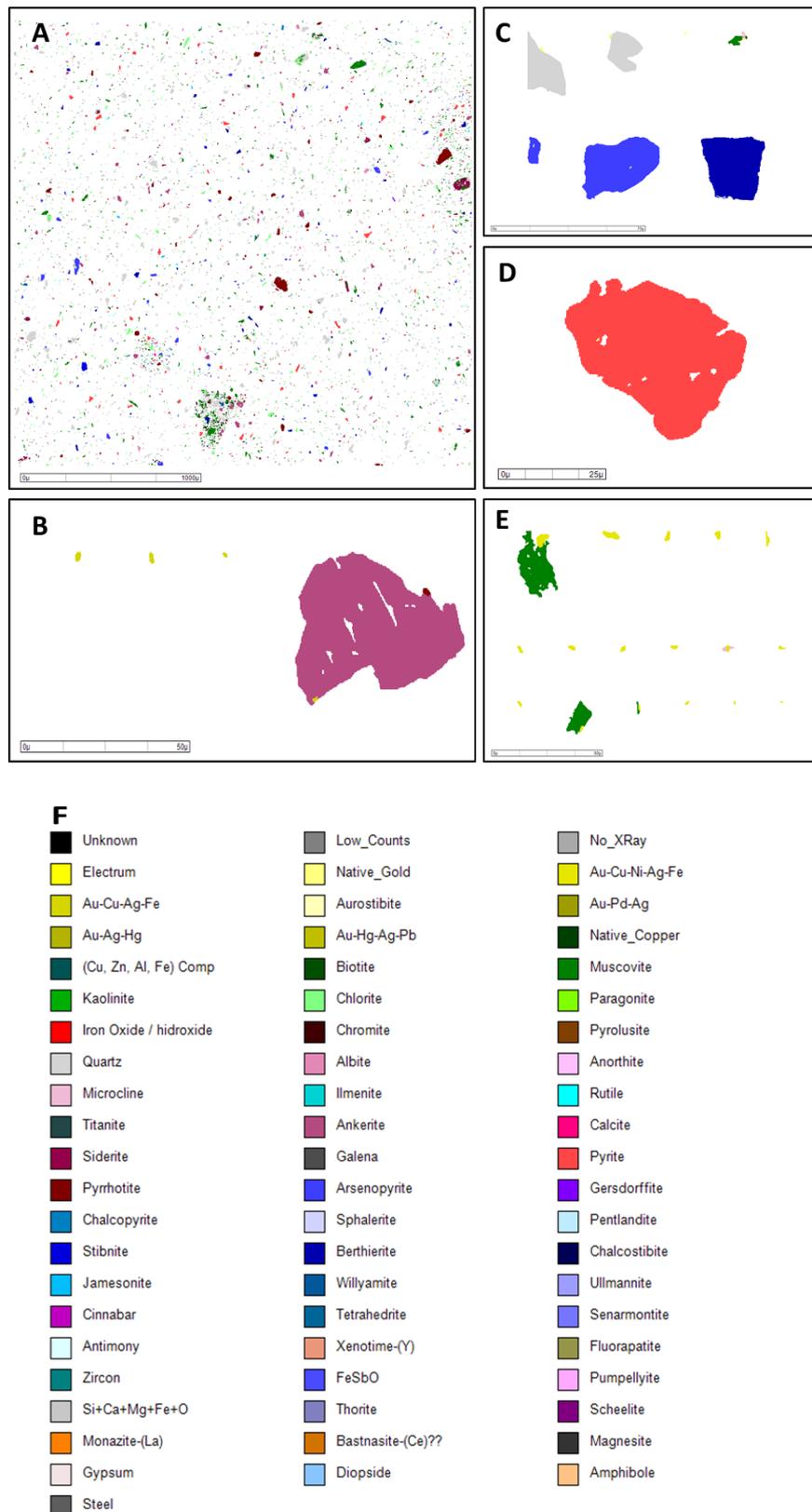


Figura 13: Mineralogia modal da amostra de concentrado de flotação (A) Distribuição dos minerais no espaço da amostra analisada (B) Partícula de ouro nativo e ankerita (C) Quartzo e arsenopirita (D) Partícula de pirita (E) Ouro nativo e moscovita (F) Legenda.

## 5.1.2 Modo de operação e ensaios de oxidação

### 5.1.2.1 Sistema fechado

A condução dos ensaios de oxidação na autoclave de bancada para o sistema fechado foi de acordo com o item 4.2.2.1. Foram realizados experimentos de oxidação variando o tempo de reação, em faixas de 30, 60, 120 e 240 minutos. Após o condicionamento, O pH inicial foi de 1,5 e a pressão média de 400 psi, com variação de 10 psi entre os ensaios. Para esta etapa foi fixada a porcentagem de sólidos de 20%. No decorrer dos experimentos, foi observado que a oxidação do concentrado não ocorreu, como pode ser observado na Figura 14. O aspecto acinzentado dos sólidos é um forte indicativo de que o grau de oxidação se situou em níveis baixos. Para o acompanhamento operacional é utilizada uma “régua de oxidação da polpa”, ilustrada pela Figura 15.



Figura 14: Material filtrado após ensaio de oxidação de uma hora com sistema fechado.



Figura 15: Régua de oxidação da polpa.

De modo geral, a régua é um indicativo do grau de oxidação, sendo que os valores variam entre um (referente à polpa mais oxidada) e seis (polpa menos oxidada). Essa foi elaborada com a coleta de amostras da autoclave industrial e a medição do grau de oxidação da polpa no decorrer do tempo de operação na unidade CdS.

Importa salientar que a pressão e a temperatura durante os ensaios tiveram o comportamento esperado. Como exemplo, isso pode ser observado na curva do ensaio T120 SF (com tempo de reação de 120 minutos e com sistema fechado) ilustrado pela Figura 16.

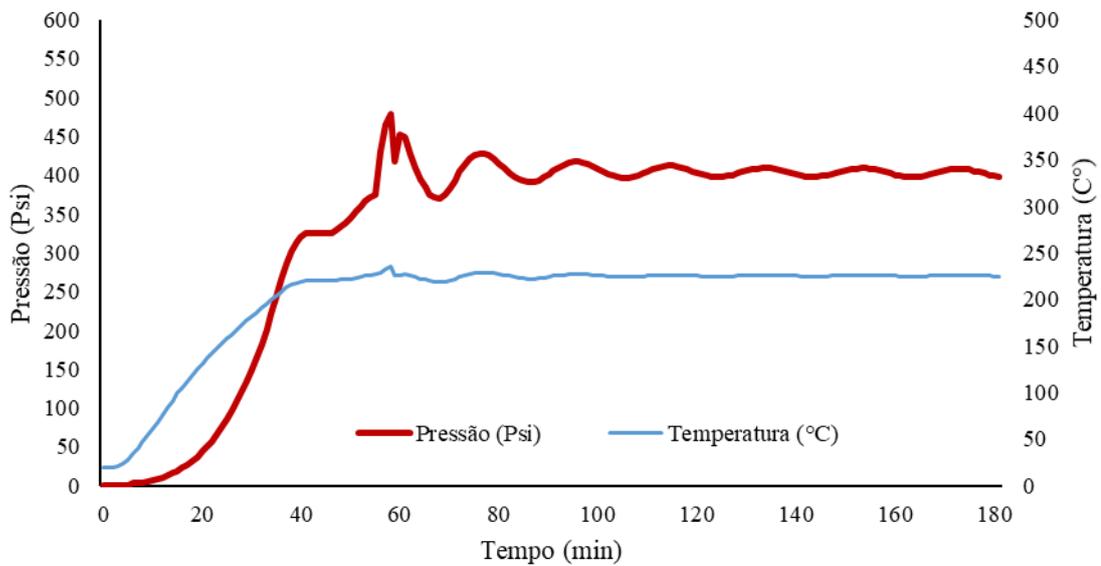


Figura 16: Curva pressão e temperatura em ensaio de oxidação com 120 minutos e com sistema fechado.

Contudo, nos experimentos em sistema fechado, baixos graus de oxidação do concentrado, situados entre 46 e 56%, foram observados, como pode-se observar na tabela 4;

Tabela 4: Resultados dos ensaios de oxidação e lixiviação.

<b>Experimento</b>	<b>Grau de oxidação (%)</b>	<b>Recuperação lixiviação (%)</b>
T30 SF	56,7	77,8
T60 SF	55,3	78,6
T120 SF	44,5	86,2
T240 SF	46,0	85,8

No mesmo período, o grau de oxidação na autoclave industrial foi em torno de 97,5% e a recuperação da lixiviação ocorreu na faixa entre 93% a 95%, o que deixou claro a necessidade de rever os parâmetros e o modo de operação da autoclave em sistema de batelada. Apesar de ser um processo muito difundido no mundo, o procedimento dos ensaios de oxidação em bancada em batelada tem enfoque muito superficial, escassos estudos na literatura, o que deixa uma lacuna entre os fundamentos do ensaio e os parâmetros operacionais abordados. Como consequência, isso acarreta uma inércia muito grande no desenvolvimento de novos trabalhos.

Os parâmetros densidade de sólidos, pH, tempo de reação, agitação e pressão se situaram de acordo com o que usualmente é utilizado, conforme relatado a literatura (KETCHAM; O'REILLY; VARDILL, 1993; KOSLIDES; CIMINELLI, 1992; LONG; DIXON, 2004; NIKKHAH et al., 2015; SUN et al., 2015), que aprofundaram no estudo cinético e dimensionamento de autoclaves.

A partir deste ponto foi possível perceber que provavelmente não estava ocorrendo uma troca gasosa eficiente no sistema, o que poderia gerar falta de oxigênio para a reação de oxidação dos sulfetos, como foi descrito nos itens 3.10 e 3.11. Sendo assim, a mudança de metodologia de sistema fechado para sistema semiaberto foi realizada para a elaboração dos ensaios subsequentes, visando-se uma maior disponibilidade de oxigênio e uma melhor troca gasosa no reator.

#### 5.1.2.2 Sistema semiaberto

Como já mencionado no item 4.2.2.2, a modificação da metodologia para a realização dos ensaios consistiu em abrir a válvula 1, garantindo-se que a pressão do vaso auxiliar fosse sempre maior do que a pressão da autoclave evitando-se o retorno de material na linha de oxigênio, o que foi obtido operando-se com a válvula 4 semiaberta. A Figura 17 ilustra a posição do vaso auxiliar e válvulas no equipamento utilizado nos ensaios.

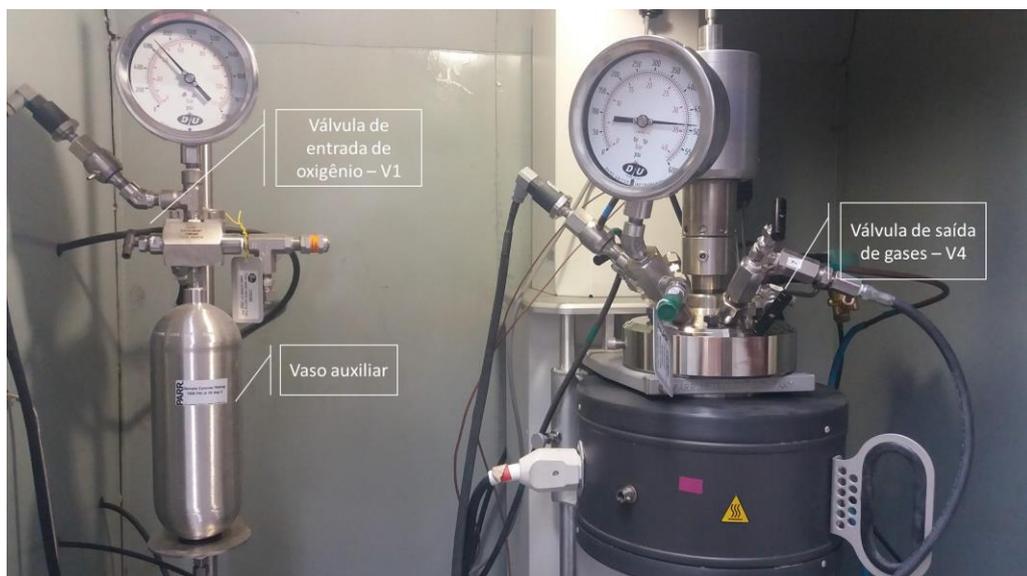


Figura 17: Autoclave de bancada e vaso auxiliar.

Com o intuito de verificar a eficácia da nova metodologia, ensaios exploratórios foram realizados com os seguintes parâmetros: uma hora de tempo de reação, pH 1,00, 40% de sólidos (mesma concentração de sólidos utilizada na autoclave industrial de CdS), e a pressão média foi de aproximadamente 460 psi. Como mostrado na Figura 18, pode-se perceber que o concentrado foi oxidado e, conforme análise química posterior, verificou-se que o grau de oxidação foi de 92,9%.



Figura 18: Material filtrado após ensaio de oxidação de uma hora com sistema semiaberto.

O trabalho de oxidação em autoclave realizado por Atsushi Shibayama et al, (2013) cita o uso de uma válvula de descarga de excesso de gás em seus experimentos. Apesar de não deixar claro a função desta válvula durante a operação do equipamento, demonstra a necessidade de injeção de oxigênio para que a concentração de oxigênio na fase aquosa não seja um fator limitante para a reação de oxidação, a ocorrer na pirita especificamente neste trabalho. Entretanto, conforme a descrição de Geldart, Williamson e Maltby (1992) de seu experimento de oxidação, na etapa após a alimentação de oxigênio há o uso de um condensador acoplado ao reator, com o objetivo de coletar os gases sem umidade e analisar o oxigênio e gás carbônico no gás de saída. Contudo, apesar de não ser apresentada nenhuma figura que evidencie esta montagem, o entendimento é de que o fluxo de oxigênio foi mantido contínuo durante o ensaio (GELDART; WILLIAMSON; MALTBY, 1992; SHIBAYAMA et al., 2013).

Realizadas as devidas modificações, foram realizados experimentos de oxidação com a variação do tempo de reação em 30, 60, 120, 240 e 360 minutos. O pH inicial pós-condicionamento foi de pH= 1,0. A pressão média de 460 psi variou entre os ensaios com um delta de 10 psi. Para esta etapa do trabalho foi fixada a concentração de sólidos de 40%, com parâmetro similar ao utilizado na planta industrial e visando gerar material suficiente para as etapas posteriores de caracterização e ensaios de lixiviação.

### 5.1.3 Oxidação

Foram realizados ensaios cinéticos com a metodologia em sistema semiaberto sendo os graus de oxidações alcançadas nos ensaios realizados ilustrados pela Figura 19.

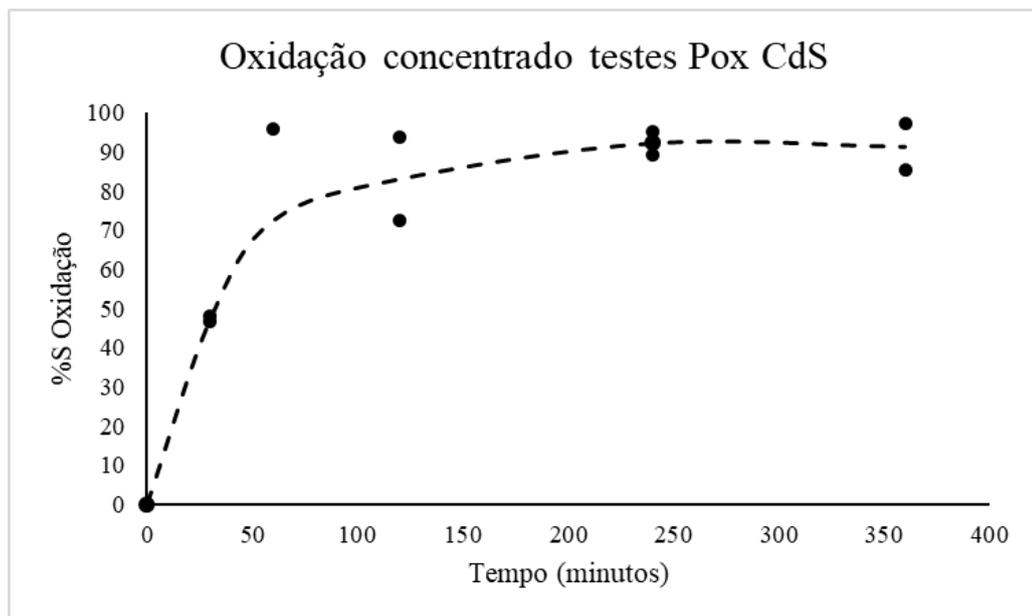


Figura 19: Grau de oxidação dos sulfetos em relação ao tempo.

Como apresentado, apesar de sinalizar uma relativa variação em relação à oxidação durante a primeira hora, é possível concluir que a oxidação estabilizou-se em aproximadamente duas horas com cerca de 83% de oxidação dos sulfetos. Devido à baixa disponibilidade mecânica do equipamento utilizado durante o período do estudo não foi possível realizar repetições para todos os pontos. Geldart, Williamson e Maltby (1992) e Marsden e House (2009) discutem que, para os minérios e concentrados avaliados (constituídos por uma mineralogia de associação dos sulfetos e os minerais arsenopirita, pirita e pirrotita), o tempo de oxidação usual é em torno de

uma a duas horas, levando-se em conta todos os fatores cinéticos para que os projetos não tenham um alto capital de investimento.

Um dos parâmetros acompanhados nos ensaios e nas operações industriais de oxidação é a razão entre as espécies de ferro ( $\text{Fe}^{2+}$  para  $\text{Fe}^{3+}$ ) durante o processo, cujo valor é dado pelo quociente das concentrações  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ . Para os ensaios realizados, as razões de 0,16 e 0,37 para os ensaios T60 e T120, respectivamente, são satisfatórios visto o grau de oxidação alcançado. A Figura 20 ilustra a conversão do ferro em relação aos tempos de reação.

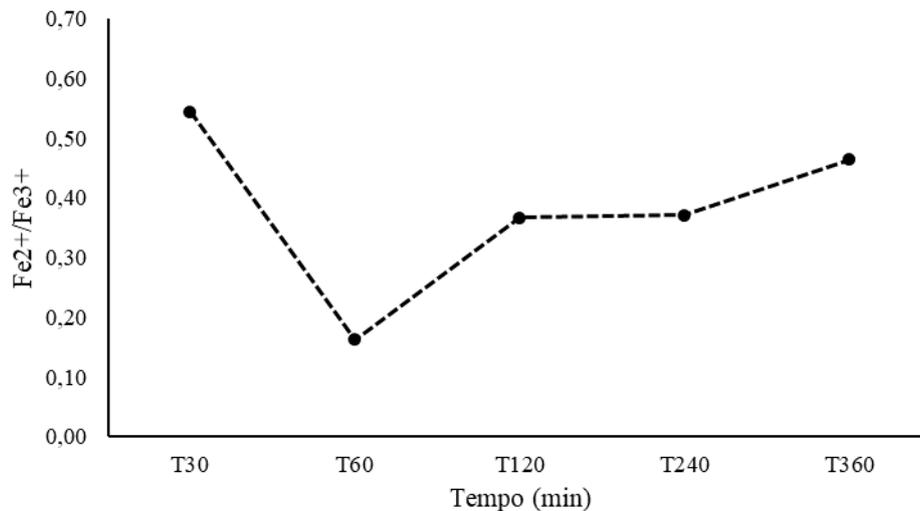


Figura 20: Conversão  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  em relação ao tempo de reação.

Na linha engendrada por F.P. Gudyanga, T. Mahlangu, R.J. Roman, J. Mungoshi e K. Mbeve (1999), Geldart, Williamson e Maltby (1992) e Gary Parkison, Art Ibrado, Grenvil Dunn, Nelson Mora e Yong Yong Teo (2014), a conversão de sulfato ferroso para sulfato férrico é um forte indicativo do desempenho da oxidação em autoclave de alta pressão e meio ácido, com conversão na ordem de 0,1 para ensaios de batelada e de 0,5 para sistemas contínuos. Contudo, outro parâmetro é o potencial eletroquímico da solução (Eh), o qual é diretamente ligado à relação de oxidação das espécies de ferro. A Figura 21 ilustra os resultados obtidos durante a realização dos ensaios.

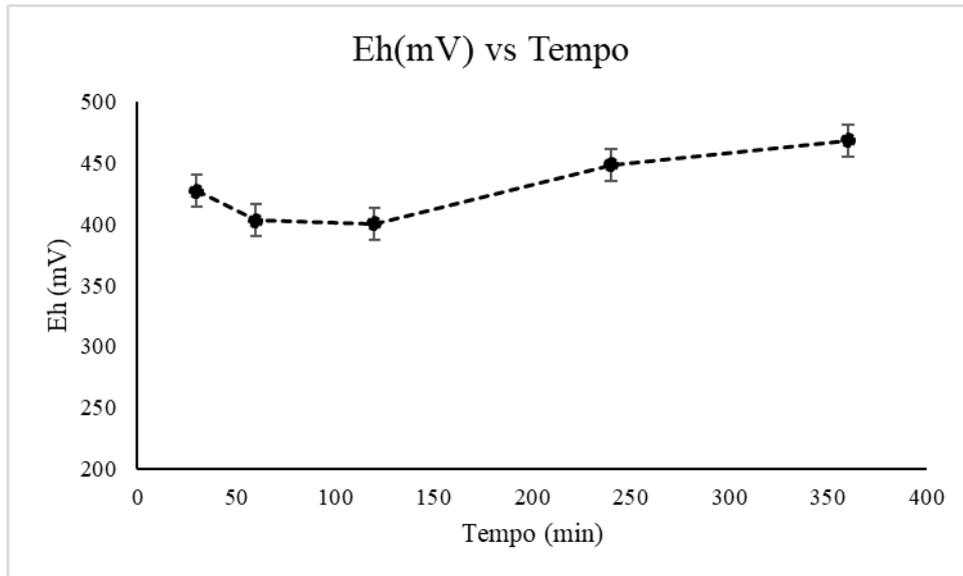


Figura 21: Potencial de oxi/redução (Eh) em relação ao tempo de oxidação.

O controle do Eh é um importante parâmetro de controle em algumas plantas industriais de oxidação sob pressão, como foi discutido por Dumont, Oliveira e Moreira (2016). A redução da oxidação do concentrado CdS evitaria a oxidação de minerais contendo cloro, o que evitaria a formação do complexo  $\text{AuCl}_2$  e, assim, evitaria perdas de ouro no processo.

Inicialmente, o aumento da concentração de cloretos favoreceria a solubilização do ouro, formando-se um complexo que poderia ser adsorvido pela matéria carbonosa presente no material e que seria perdido no rejeito da planta, o que é uma clara indicação da ocorrência do efeito *preg-robbing*. Outro fato relevante é a retenção de parte do ouro solubilizado pelo cloreto dentro da autoclave, o que gera um alto valor de *lock up* (termo usado para referir sobre a retenção do ouro em alguma etapa do processo). O controle de Eh demonstrou ser efetivo na redução destes efeitos na autoclave CdS, como relatado no trabalho de Dumont, Oliveira e Moreira (2016) (DUMONT; OLIVEIRA;; MOREIRA;, 2016).

#### 5.1.4 Avaliação do efeito *preg-robbing*

Foi avaliado o potencial *preg-robbing* do concentrado sem passar pela etapa de oxidação na autoclave, visando-se avaliar o efeito da matéria orgânica sem e com o processo oxidativo. Assim, observou-se que, com a lixiviação direta com carvão, foi obtida uma recuperação de ouro de aproximadamente 66%, e, sem adição de carvão, esse valor caiu para 50,8%. O baixo

valor de recuperação já era esperado em razão do ouro ser refratário, mas a diferença de aproximadamente 15% é muito expressiva, demonstrando claramente a ocorrência do efeito *preg-robbing* nesse teste.

A partir dos produtos obtidos nos ensaios de oxidação em diferentes pH's, foram realizados ensaios de lixiviação tanto na presença quanto na ausência de carvão ativado para verificar o potencial efeito *preg-robbing* do minério. Os resultados obtidos nos ensaios estão ilustrados na Figura 22.

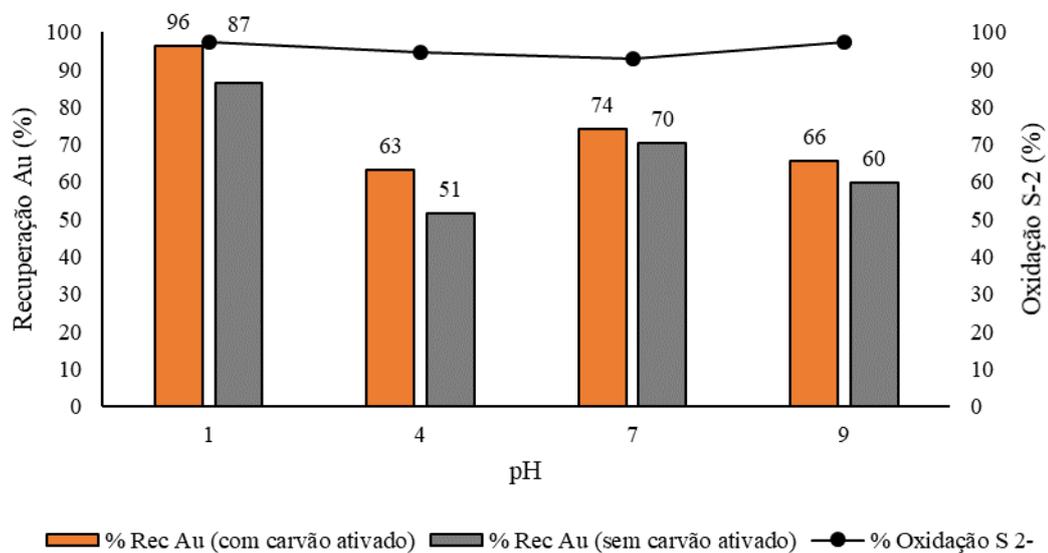


Figura 22: Potencial *preg-robbing* em relação ao pH.

Após o processo de oxidação, a diferença entre os ensaios reduziu em comparação ao encontrado inicialmente (concentrado alimentado na autoclave). De acordo com Mana Pourdasht (2018) o processo de oxidação sob pressão pode ter como consequência secundária a decomposição da matéria carbonosa e, em alguns casos, o processo resulta na passivação da matéria carbonosa, o que reduz o efeito *preg-robbing* (POURDASHT, 2018).

Para Dumont *et al* (2016), os parâmetros de temperaturas, pressão, potencial eletroquímico da solução (Eh) e concentração de cloretos estão sensivelmente ligados na ocorrência da solubilização do ouro pela formação do complexo  $AuCl_2$ . Os autores discutem que, para uma dada temperatura e concentração de cloretos, há uma faixa ideal que minimiza a formação deste complexo e consequentemente a ocorrência de *preg-robbing* na autoclave.

Com o aumento do pH, o ouro se apresenta em uma proporção maior na fase Au-Cu-Ni-Ag-Fe, o que aumenta de forma considerável para o pH 9 chegando a 75% da associação. Como já discutido, a associação do ouro com a prata pode gerar um efeito de *coating* e uma redução expressiva na cinética de lixiviação, o que influencia na recuperação. Além disso, (MOURA, 2005) relata em seu trabalho o impacto de íons deletérios presentes na etapa de lixiviação, o que também se relaciona com o aumento da fase (Au-Cu-Ni-Ag-Fe) (MOURA, 2005).

### 5.1.5 Produtos de Oxidação dos ensaios em diferentes tempos de reação

A amostra do material de alimentação da oxidação, produtos de oxidação da autoclave industrial e as amostras dos ensaios de oxidação em laboratório referentes aos tempos de reação de 30, 60, 120 e 240 minutos foram analisadas pela técnica MLA. A Figura 23 ilustra os resultados obtidos das análises.

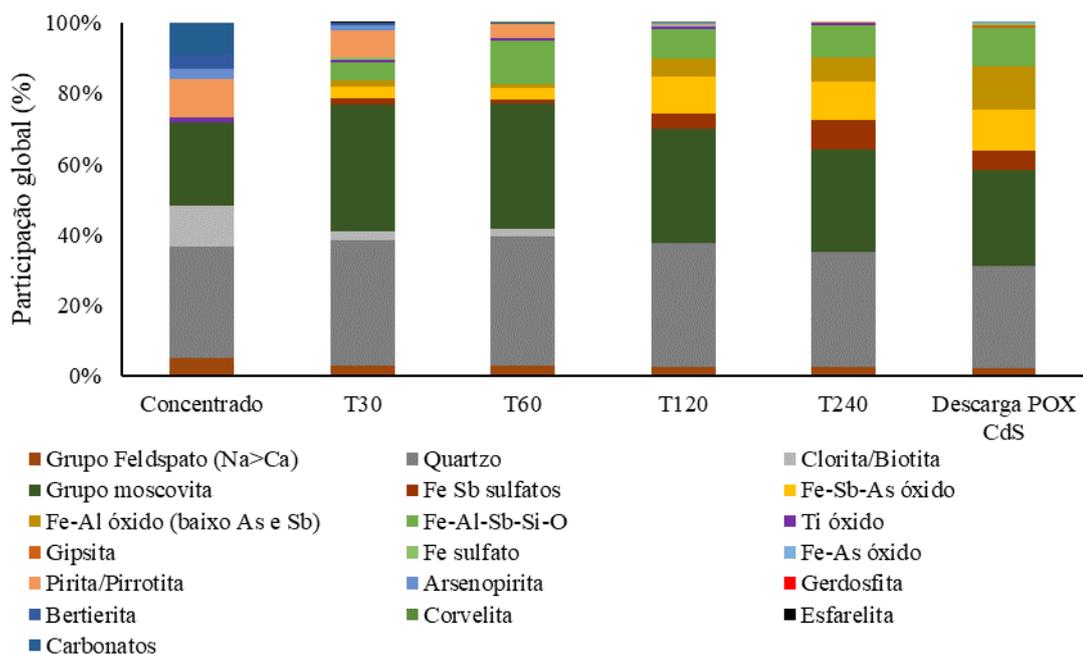


Figura 23: Análise de MLA do concentrado, tempos de reação e descarga da POX CdS.

Com a intenção de fazer uma análise mais detalhada da evolução das fases minerais presentes nas diferentes etapas demonstradas, retirou-se do gráfico acima os componentes quartzo, com aproximadamente 30,59%, da composição global da amostra (O anexo D apresenta as microanálises e imagens eletrônicas) e o grupo da moscovita com cerca de 22,86%. Apesar

desses representarem uma grande fração da constituição mineralógica, não há mudança considerável durante as etapas, ficando mais sensível a percepção de mudanças nas demais fases de interesse, conforme ilustrado pela Figura 24.

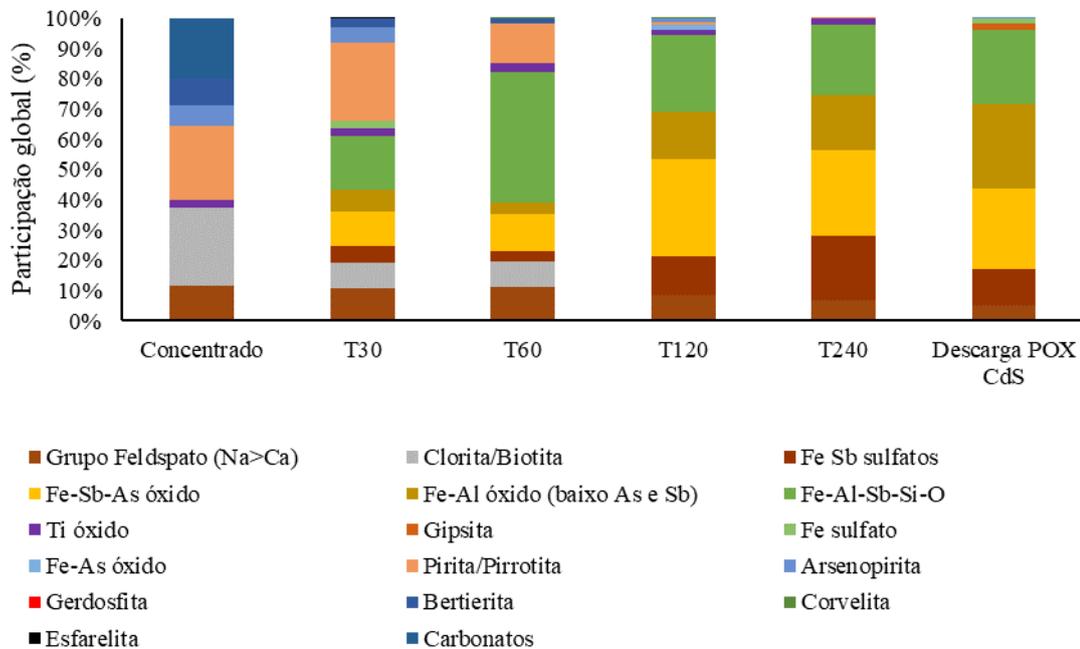


Figura 24: Proporção relativa componentes minerais do concentrado de flotação, produtos de oxidação em diferentes tempos de reação e produto oxidado na autoclave industrial da POX- CdS.

Como era esperado, as fases mineralógicas dos carbonatos são rapidamente decompostas, sendo que a partir de 30 minutos não são encontradas estas fases, isso devido à alta pressão, temperatura e acidez do sistema.

A fim de identificar a origem das perdas de ouro nos rejeitos e propor alternativas de otimização do circuito de oxidação da planta de CdS, a AngloGold Ashanti solicitou à AMTEL Ltd. que realizasse um abrangente estudo analítico e mineralógico (*Chlorine Department*) em amostras coletadas na alimentação e na descarga desse circuito. O estudo apontou, inicialmente, a existência de minerais que transportam cloro, dentre os quais a mica representa 87% e os carbonatos 13%, com destaque para a illita/moscovita, clorita e a ankerita/siderita como os principais carreadores de cloro. O estudo ressalta que, nessas fases, os carbonatos e a clorita se dissolveram na etapa de acidulação (condicionamento do pH) ou durante a oxidação no interior da autoclave, liberando em solução o conteúdo de cloro (AMTEL, 2014). A Figura 25 apresenta análise de EDS e micrografia eletrônica de varredura de partículas do grupo da moscovita.

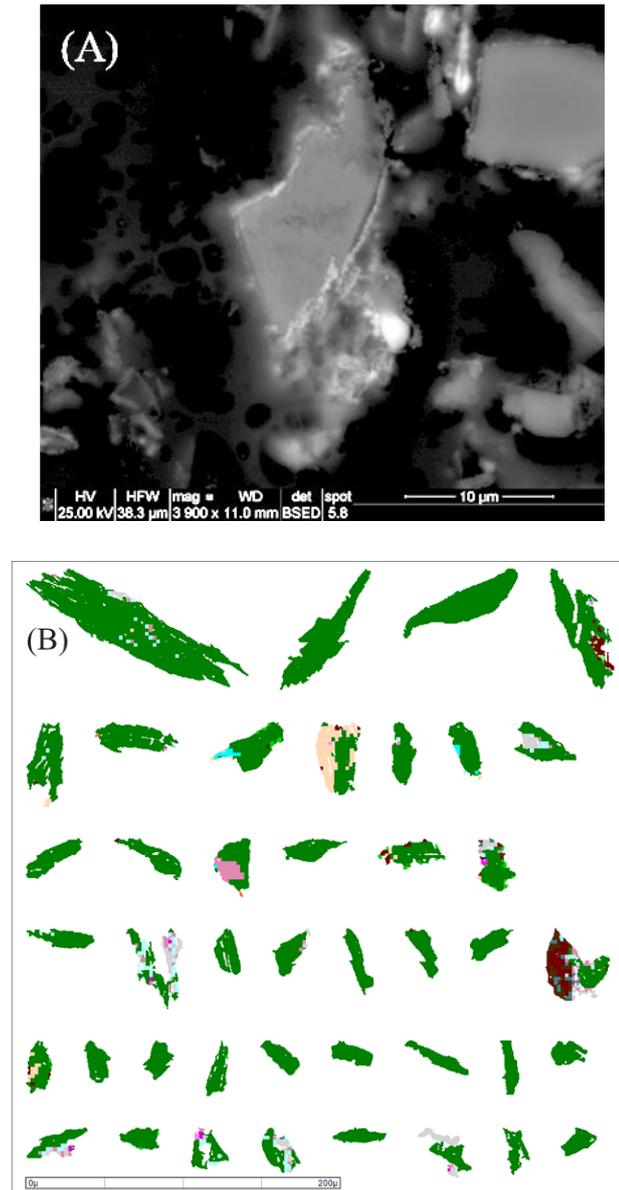


Figura 25: (A) Microscopia eletrônica de varredura e (B) Análise de EDS e micrografia eletrônica de varredura de partículas do grupo da moscovita.

A microanálise em um ponto da partícula ilustrada pela Figura 25 (A) identificou em sua superfície a presença dos elementos químicos silício (Si), alumínio (Al), ferro (Fe), oxigênio (O), potássio (K) e cloro (Cl), apresentado pelo Figura 26.

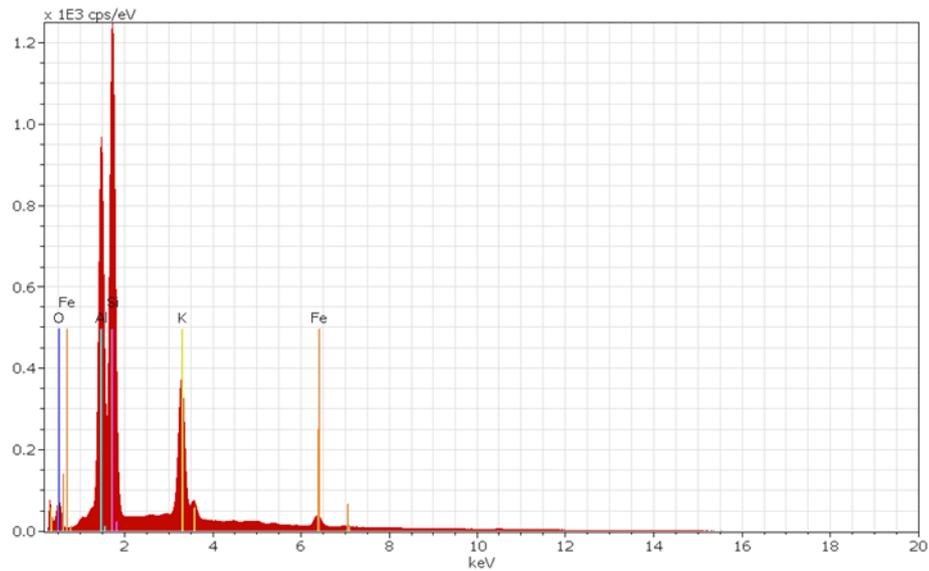


Figura 26: Microanálise da partícula do grupo moscovita.

A análise química por EDS da partícula evidencia a associação do cloro com o grupo da moscovita. A tabela 5 apresenta os resultados obtidos.

Tabela 5: Análise por EDS da moscovita no concentrado.

Fase	Al (%)	Cl (%)	Fe (%)	K (%)	O (%)	Si (%)
Grupo Moscovita	15.91	0.007	0.96	7.52	48.58	27.04

A associação do cloro com a amostra de concentrado foi muito similar ao estudo da AMTEL (2014), sendo que, para o concentrado, o cloro estava presente nas fases dos carbonatos, moscovita e clorita/biotita. Após o início do processo de oxidação, as fases associadas inicialmente são dissociadas quase que completamente, apresentando traços da fase clorita/biotita e aproximadamente 0,003% de fases relacionadas ao grupo moscovita, de acordo com o ilustrado pela Figura 27.

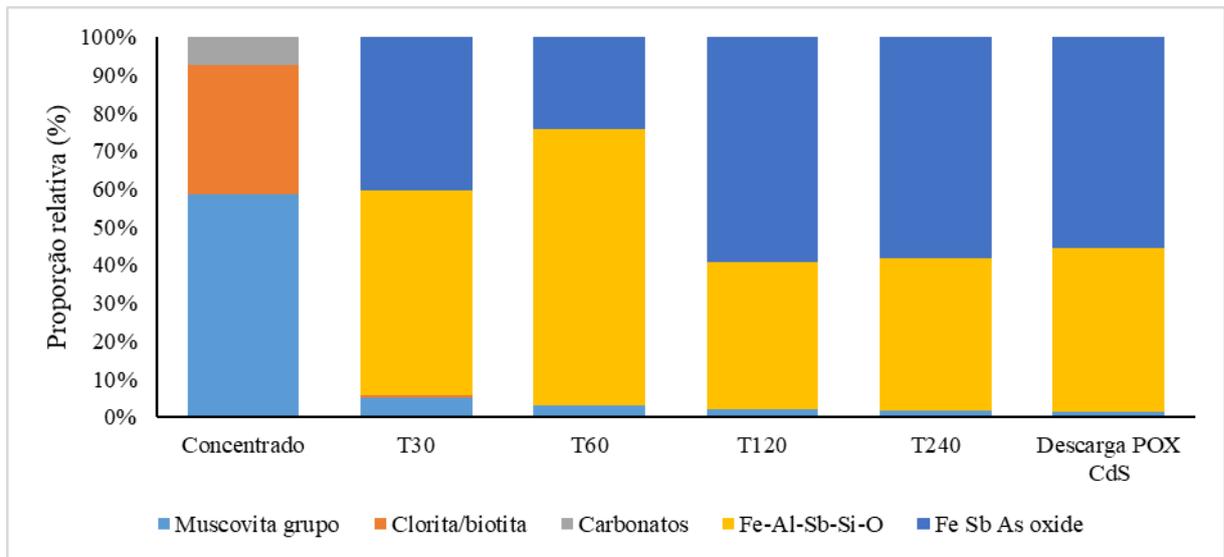


Figura 27: Fases mineralógicas associadas ao cloro.

Após o início da oxidação são formadas novas fases minerais destacando-se fases portando Fe-Al-Sb-Si-O e óxidos de Fe-Sb-As, principais carreadoras de cloro após o processo, demonstrando grande afinidade deste elemento com estas fases. Ressalta se que, comparando os materiais oxidados nos experimentos de bancada com a descarga da autoclave industrial, pode-se observar grande similaridade na proporção das fases associadas ao cloro.

As fases sulfetadas predominantes na alimentação são praticamente oxidadas até o tempo de 120 minutos, com um residual de 0,6% (pirrotita/pirita e arsenopirita), sendo que a bertierita foi totalmente oxidada nesse período.

O surgimento de novas fases é evidenciado durante as etapas do processo de oxidação, situação similar estudo em que o minério aurífero oriundo de Reefton Mine (planta de Macraes, ambas as unidades na Ilha ao sul da Nova Zelândia), com alto teor de antimônio originado do mineral estibinita, foi oxidado em autoclave. A formação do composto Fe-Sb-As-O durante o processo foi observada, Lisa Milham e Dave Craw (2009) sugerem que, durante o processamento, apesar da disputa dos elementos As e Sb durante a formação do composto e do Sb possuir capacidade de adsorção inferior à do As, tanto o As quanto o Sb têm uma forte afinidade pelos oxihidróxidos de ferro formados durante o processo oxidativo na autoclave (MILHAM; CRAW, 2009).

Essa mesma associação estudada por (MILHAM; CRAW, 2009) foi observada nas fases formadas com o ouro liberado durante a oxidação, o que é ilustrado pela Figura 28.

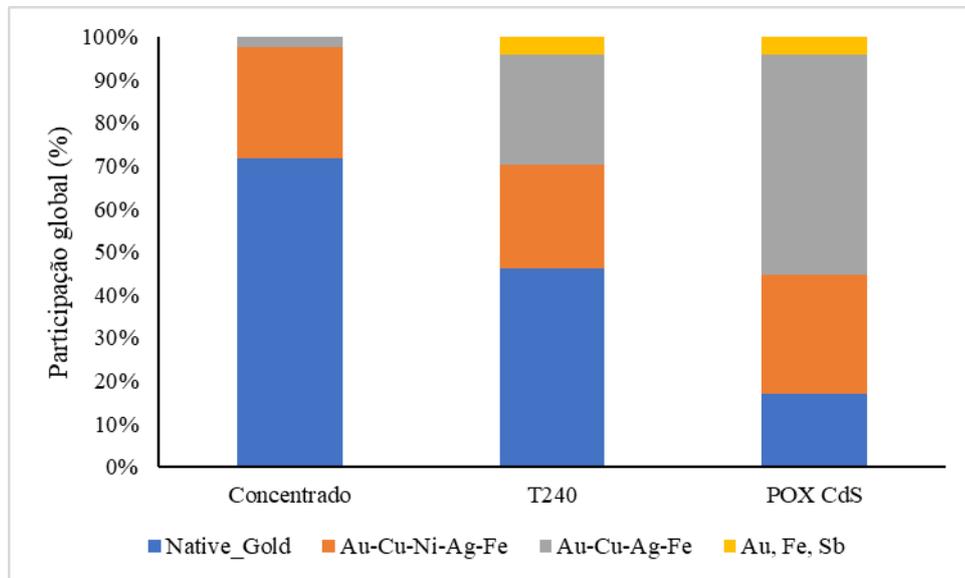


Figura 28: Fontes de ouro liberadas no concentrado, oxidação de bancada e oxidação do minério de CdS.

Na alimentação da autoclave, o ouro se apresenta principalmente em sua forma nativa e raramente nas fases Au-Cu-Ag-Fe e Au-Cu-Ag-Ni-Fe. Após a oxidação, tanto no teste de bancada quanto na autoclave industrial (POX CdS), as fases com os elementos Cu e Ni se tornam mais comuns e há o surgimento da associação do Au-Fe-Sb. A Figura 29 mostra uma partícula dessa fase, cujos elementos foram submetidos a microanálise, com resultados apresentados na Tabela 6.

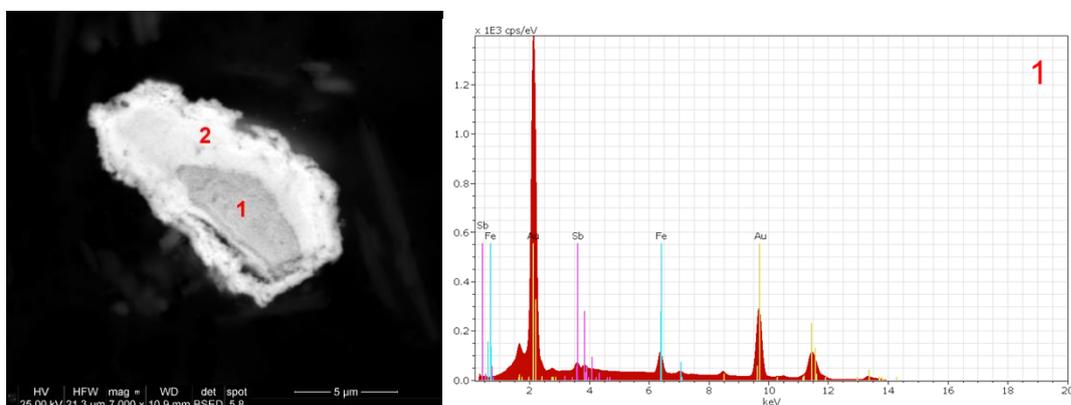


Figura 29: Microscopia eletrônica de varredura e Microanálise da partícula no ponto 1.

Tabela 6: Microanálise da partícula no ponto 1.

Fase	Ag (%)	Au (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	Sb (%)
Au-Fe-Sb	0	86.58	0	6.64	0	6.78

As fontes de Au no concentrado são basicamente o ouro liberado, associado a sulfetos e minerais de rocha. Contudo, após a oxidação, há uma maior relação do ouro com minerais das rochas e fases transformadas, como óxido e sulfatos. A Figura 30 apresenta as proporções dessas fases.

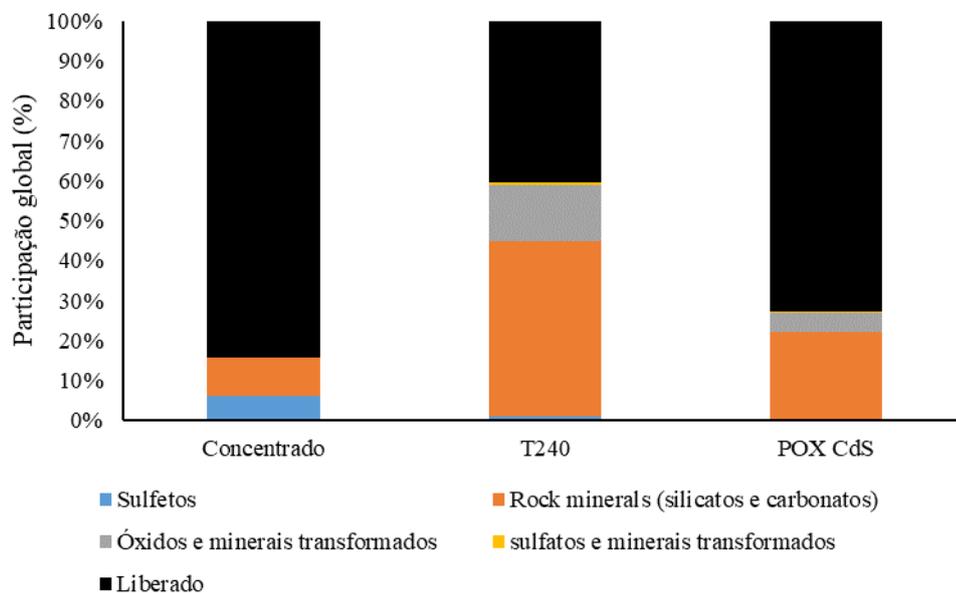


Figura 30: Associação das fases mineralógicas com o ouro.

Em seu estudo sobre caracterização dos materiais precipitados na estrutura da autoclave, (CRAW, 2003) relata a formação de fases na descarga da autoclave como a anidrita, jarosita, sulfato ferroso, quartzo, alunita, hematita, arsenato amorfo e oxi-hidróxido férrico. No entanto, ressalta que a anidrita forma um revestimento nos grãos da moscovita e no arsenato de ferro, o que demonstra algumas possibilidades de interação de novas fases com o ouro nativo e fases associadas ao ouro durante o processo de oxidação e descarga da autoclave (CRAW, 2003).

Com o mesmo objetivo de investigar o comportamento do cloro no concentrado da Anglogold CdS (estudo *Chloride Department*), foi realizado um estudo mineralógico pela empresa

AMTEL Ltd a fim de identificar as possíveis associações e perdas de ouro no processo de beneficiamento da planta de processamento (estudo *Gold Department*). Um importante ponto a ser ressaltado neste trabalho é a associação do ouro com a prata e o cloro, considerando que, na amostra analisada, quase metade dos grãos de ouro residuais identificou a presença de um revestimento rico em prata. Salienta-se que nesses grãos há mais cloreto, pois, na ausência de íons sulfeto, é provável que o cloro se ligue à prata, resultando em cloreto de prata (AgCl) (AMTEL, 2015).

### 5.1.6 Distribuição do tamanho das partículas de ouro

Com o processamento das imagens digitais pelo MLA foi possível obter as distribuições do tamanho das partículas de ouro no concentrado, no ensaio de oxidação T240 e no oxidado POX CdS, como ilustrado pela Figura 31.

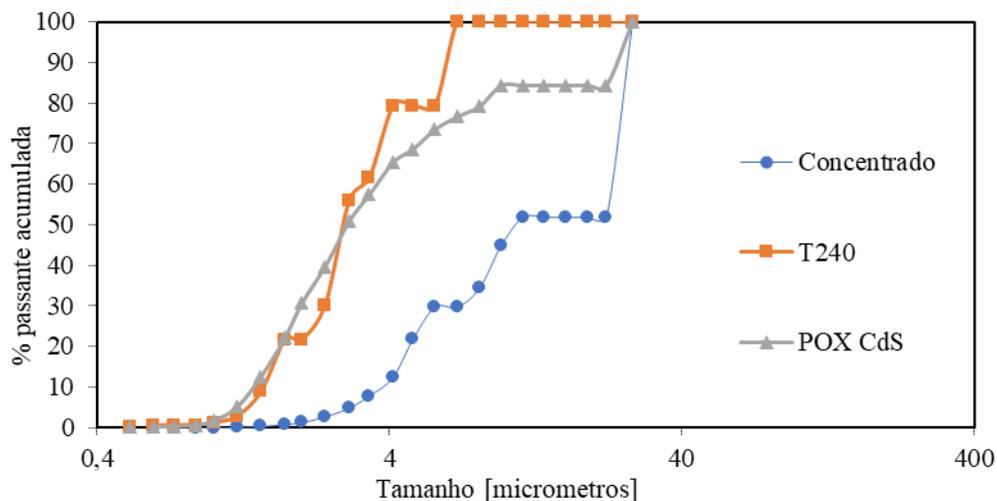


Figura 31: Distribuição granulométrica do ouro.

Observa-se que as matérias T240 e POX CdS apresentaram aproximadamente 80% de granulometrias inferiores a 20 µm, sendo que o ouro no concentrado apresentou em tamanho cerca de 50% inferior a 20 µm.

### 5.1.7 Efeito do pH na oxidação

Os resultados dos ensaios de oxidação realizados variando o pH são ilustrados pela Figura 32.

A variação da oxidação dos sulfetos em relação ao pH foi relativamente baixa nos pH's 1,0 e 9,0, ocorrendo uma disparidade maior em comparação aos pH's 4,0 e 7,0. Porém, durante a operação atual na unidade CdS, os graus de oxidação na faixa entre 96% e 98% são praticados atingindo bons resultados de recuperação nas etapas posteriores de lixiviação e CIL.

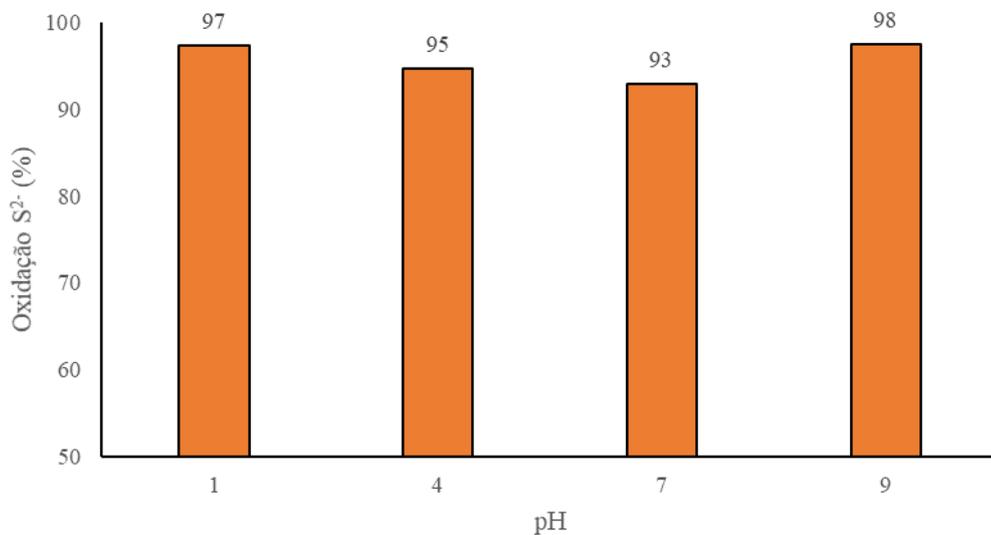


Figura 32: Efeito do pH no grau de oxidação.

Como foi discutido anteriormente não há muitos estudos com minérios reais sobre a oxidação alcalina de sulfetos, poucos autores conduziram estudos sobre o assunto e de modo geral estudos em escala industrial são raros. Koslides e Ciminelli (1992) são dos poucos estudos nesse assunto, os quais se referem a oxidação alcalina de minerais puros, pirita e arsenopirita. Esses discutem que a oxidação da pirita e da arsenopirita é muito lenta em soluções neutras ou levemente ácidas, e também ressaltam que a cinética é acelerada acentuadamente com o aumento da concentração de íons hidroxila. Porém um ponto evidenciado pelo estudo que não está claro é se as taxas lentas observadas em condições neutras são causadas pelo efeito do pH na taxa de reação intrínseca ou pelas características químicas e físicas distintas da camada de óxido formada em baixos valores de pH na superfície dos minerais durante o processo.

### 5.1.7.1 Produtos de oxidação dos ensaios de avaliação do efeito do pH

A amostra de alimentação (concentrado) e os ensaios de oxidação variando o pH inicial com os valores pH=4,0; 7,0 e 9,0 foram analisados pela técnica MLA, cujos resultados estão apresentados na Figura 33.

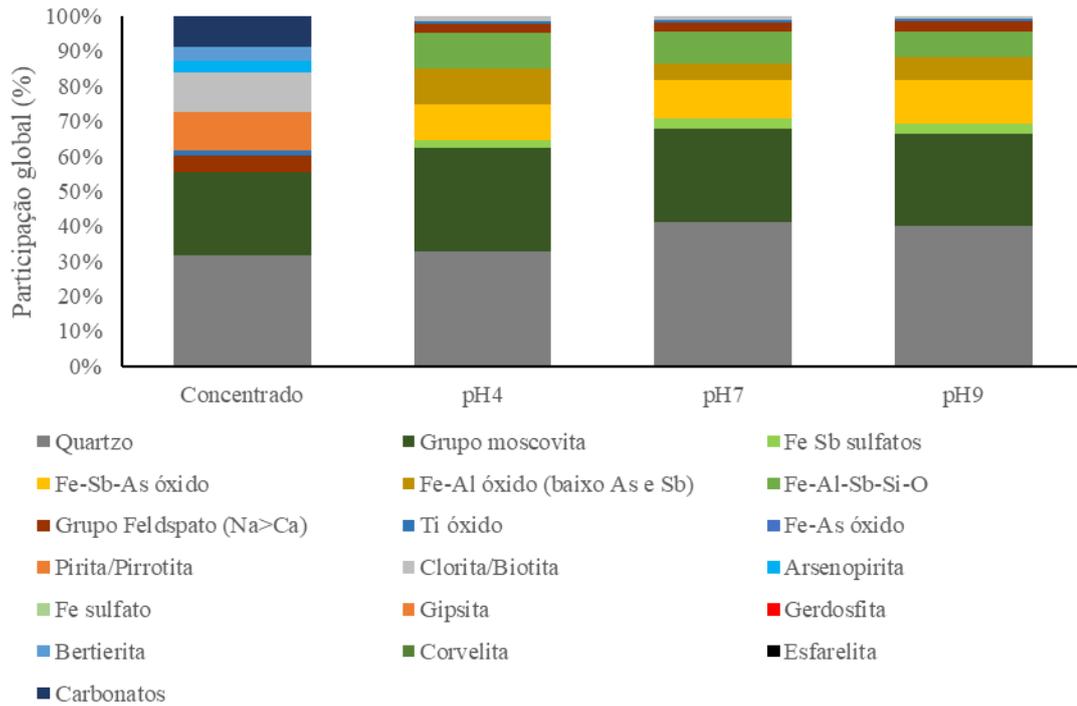


Figura 33: Fases mineralógicas dos testes de oxidação em distintos valores de pH.

Novamente, com a intensão de enriquecer a análise da evolução das fases mineralógicas nas diferentes etapas demonstradas, foi retirado do gráfico acima os componentes quartzo e o grupo da moscovita (Figura 34), pois, igualmente aos ensaios anteriores, apesar de representarem uma grande fração da constituição mineralógica, não há mudança considerável durante as etapas, ficando mais sensível a percepção das mudanças nas demais fases de interesse.

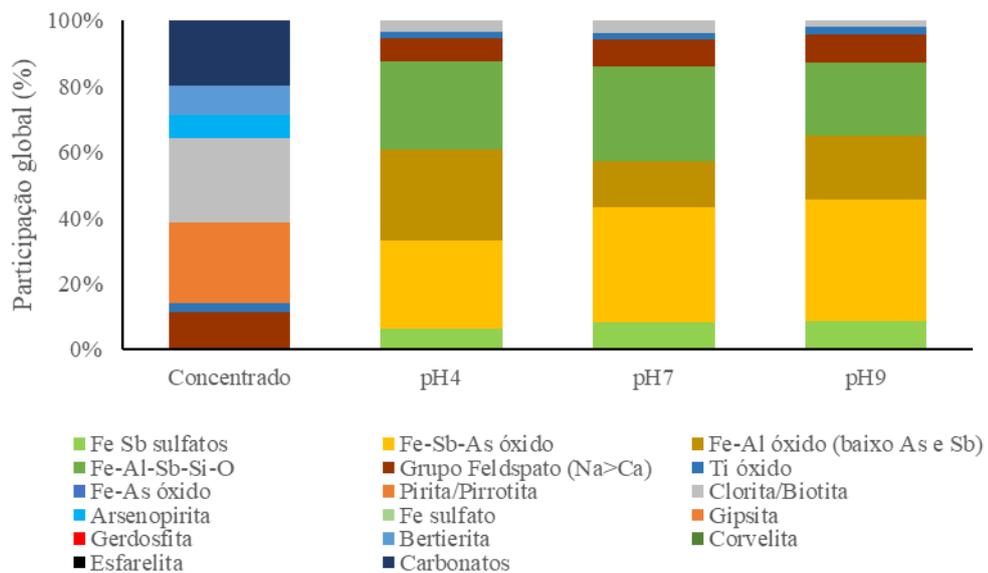


Figura 34: Proporção relativa das fases mineralógicas dos ensaios variando o pH.

De maneira geral, observa-se principalmente a presença de sulfatos e óxidos complexos de Fe, Sb e As nas fases mineralógicas dos ensaios variando o pH. Além disso, os resultados indicam que os principais compostos carreadores de cloro são óxidos de Fe-Sb-As e Fe-Al-Sb-Si-O. A Figura 35 ilustra a proporção das fases associadas ao cloro.

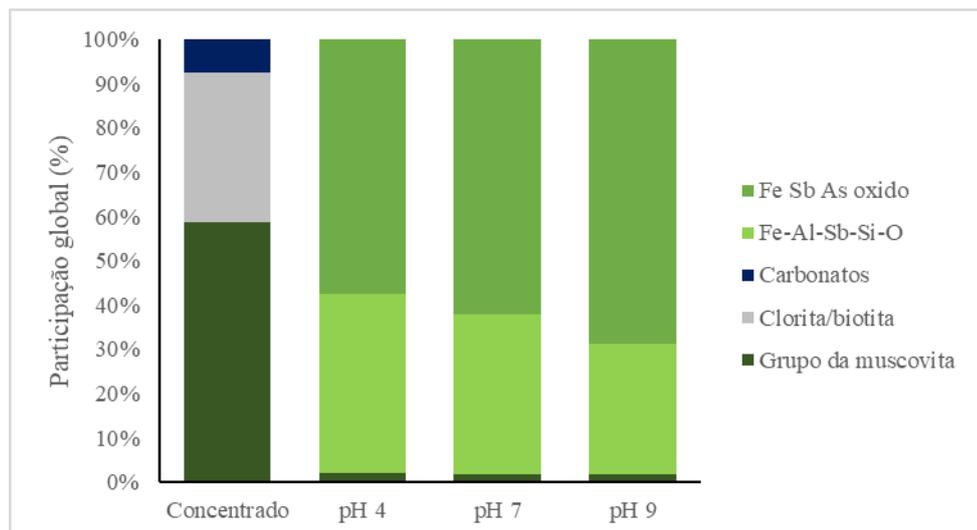


Figura 35: Compostos minerais associados ao cloro.

Um ponto a ser destacado é que, com as técnicas utilizadas, não foi identificada nenhuma fase dos arsenatos de ferro como escorodita ( $\text{FeAsO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) nos testes nem em autoclave de

bancada e nem em autoclave industrial, o que leva à inferência de que esta fase está associada a alguma outra ou há a necessidade de novas caracterizações dos produtos de oxidação.

## 6. Conclusões

O concentrado de flotação apresentou como as principais fases minerais os componentes quartzo com aproximadamente 30,59% e o grupo da moscovita com cerca de 22,86%, Clorita/biotita com 11,2% e carbonatos com 8,67%. As partículas de ouro estão associadas com as fases sulfetadas arsenopirita, pirita/pirrotita e bertierita.

Os ensaios de oxidação em sistema semiaberto, com fluxo de oxigênio contínuo, apresentaram bons resultados na predição da oxidação em autoclave industrial. Apesar do controle qualitativo da vazão dos gases, pode-se observar que o sistema é muito sensível à variação desse fluxo. Os resultados dos ensaios de oxidação do sistema fechado foram insatisfatórios, alcançando valores de oxidação dos sulfetos na ordem de 50%. Devido à existência de ouro encapsulado, a recuperação metalúrgica na etapa de lixiviação foi na ordem de 82%, inferiores ao observados em escala industrial, para a mesma amostra do concentrado de flotação.

Quando conduzida em meio alcalino, pH=9,0, a oxidação sob pressão demonstrou ser uma técnica eficiente para oxidar as fases sulfetadas do concentrado de flotação. Altos níveis de oxidação de 98% foram alcançados sob temperatura de 226 °C e pressão parcial de oxigênio 460 Psi. Contudo, a recuperação metalúrgica de ouro na lixiviação foi muito inferior ao obtido quando a oxidação ácida foi realizada.

Os produtos de oxidação sob pressão contém principalmente sulfatos e óxidos complexos de Fe, Sb e As. Pode-se constatar que a quebra da estrutura por oxidação pode resultar em solubilizações de íons, como Ca e Mg, de alguns silicatos e carbonatos originalmente presentes, como observado na eliminação total de carbonatos e parcial da clorita em 30 minutos de reação. Além disso, fases mineralógicas complexas, com vários elementos constituintes (tais como Fe, S, As, K, Sb Ca, Mg, Al, Si) foram identificadas nos estágios finais de oxidação dos ensaios de bancada e da autoclave industrial. A partir de 120 min, os sulfetos foram completamente consumidos e, quando comparados com a amostra da autoclave industrial, houve semelhança das quantidades e tipos de fases minerais. Arsenato de ferro não foi identificado nos produtos de oxidação.

Demonstrou-se que o cloreto e carbonatos são totalmente consumidos nos estágios de oxidação, o que pode estar relacionado ao teor de cloro encontrado nas fases sulfetadas e oxidadas nas amostras de descarga dos testes de autoclave de bancada da planta.

Os ensaios com variação do pH apresentaram sulfatos e óxidos complexos de Fe, Sb e As. A dissolução das estruturas por oxidação também pode resultar na formação de íons de Ca e Mg, de alguns silicatos e carbonatos, como observado na eliminação total de carbonatos e parcial do cloreto já em toda faixa de pH avaliada. Além disso, dissoluções e diversas substituições iônica, parciais ou totais de fases como sulfatos, gipsita e óxidos, poderia resultar na formação de fases complexas, com vários elementos constituintes (Fe, S, As, K, Sb Ca, Mg, Al, Si, entre outros) comumente presentes, sendo que o conteúdo de Fe, Sb e As é maior em amostras de pH 9. Os sulfetos foram completamente consumidos e, quando comparados à amostra da planta industrial, quantidades e fases semelhantes foram notadas, principalmente em pH 9.

Na alimentação, as fases do ouro são principalmente o ouro nativo e raramente Au-Cu-Ag e Au-Cu-Ag - Ni. Após a oxidação, as fases portadoras de Cu e Ni se tornam mais comuns, o que sugere que esses íons podem ter precipitado na superfície do ouro nativo, gerando *coating*. A presença de íons como Cu, Ag, Ni pode gerar impactos no estágio de lixiviação, uma vez que a prata pode formar uma camada na superfície do ouro e, com isso, gerar uma taxa de cinética de lixiviação lenta. Além disso, é constatada a presença de ouro associado ao antimônio. Em pH mais elevado foi identificada uma maior proporção de óxido de Fe-Sb-As, o que pode ser um fator que influenciou na menor recuperação na etapa de lixiviação.

As fontes de ouro são liberadas, associadas a sulfetos e minerais de rocha, nas amostras de alimentação da autoclave. Após a oxidação, há uma maior relação entre o ouro com minerais de rochas e as fases transformadas (como óxido e sulfatos). Além disso, é verificada a presença de ouro associado a Ni, Ag, Fe e Cu.

Os resultados das análises granulométricas do ouro mostram que, após a etapa de oxidação por pressão, o P80 das fases de ouro é menor que o P80 da alimentação. Em geral, isso pode estar relacionado à dissolução parcial das fases de ouro ou ao enriquecimento do ouro associado a íons como Ni, Cu, Fe, Ag.

A avaliação do potencial *preg-robbing*, ao se comparar os testes de lixiviação com e sem carvão ativado, demonstra de forma qualitativa ser um bom indicador do comportamento do minério. O concentrado, antes de ser submetido à etapa de oxidação, apresentou uma variação relativa de extração de ouro de aproximadamente 15%, o que sinaliza um grau considerável desse efeito.

Ressalta-se que, após os testes de oxidação, as diferenças entre os materiais lixiviados com e sem carvão foram menores quando comparados ao material inicial (na faixa de 6% a 12%), o que pode indicar passivação de parte da matéria carbonosa remanescente após a etapa de oxidação.

Os resultados do estudo demonstraram que a metodologia usada, de ensaios de oxidação sob pressão em bancada em sistema semiaberto para o concentrado de flotação, gera produtos de oxidação compatíveis com os produtos da autoclave industrial, contudo, o sistema é sensível à variação do fluxo de oxigênio. Observou-se que o concentrado oxidado sob análise teve a presença do efeito *preg-robbing* com valor considerável, em se tratando do impacto na recuperação global do ouro na planta. Por fim, ressalta-se a importância do controle do valor do pH na alimentação da autoclave, em que a influência na recuperação de ouro é notadamente forte, apesar de não ter sido gerada uma grande variação no grau de oxidação dos sulfetos.

## **7. Sugestões para trabalhos futuros**

Temos as seguintes sugestões para trabalhos futuros:

- ✓ Para os experimentos, utilizar na válvula de saída de gases um condensador para evitar perdas de vapor/líquido do reator;
- ✓ Instalar rotâmetro para regular a vazão de alimentação de oxigênio. Na Figura 36 sugere-se essa instalação na saída devido à atual configuração do circuito, porém deve-se avaliar a possibilidade de fazer isso na entrada do reator;
- ✓ As considerações sobre o layout estão demonstradas esquematicamente na Figura 36;

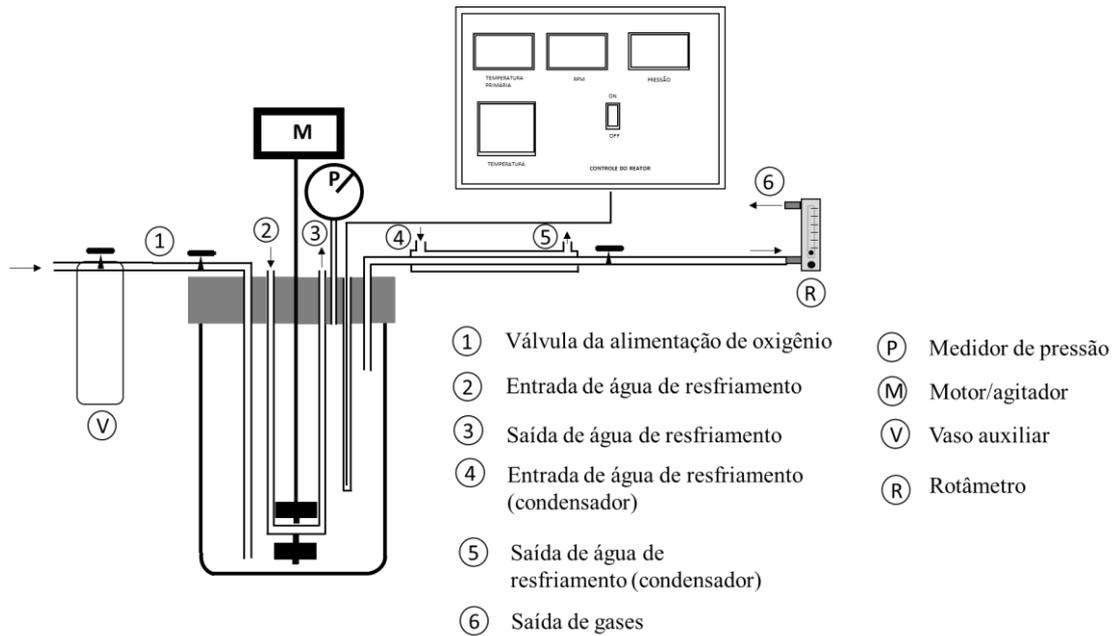


Figura 36: Diagrama esquemático da autoclave para experimentos futuros.

- ✓ Após algumas discussões com pesquisadores da Sherritt e seguindo a recomendação do professor James D. Vaughan da Universidade de Queensland- Austrália, é aconselhável não trabalhar com pressões e temperatura tão elevadas, então é necessário avaliar o efeito desses parâmetros e considerar um possível *scale up* para manter a representatividade dos experimentos;
- ✓ Utilizar outras técnicas de caracterização, como TOF-LIMS, para a investigação da composição da superfície das partículas, com a intenção de identificar possíveis formações de *coating*.

## 8. Referências Bibliográficas

- ABOTSI, G. M. K.; OSSEO-ASARE, K. Surface chemistry of carbonaceous gold ores, II. Effects of organic additives on gold adsorption from cyanide solution. **International Journal of Mineral Processing**, v. 21, n. 3–4, p. 225–239, 1987.
- AFENYA, P. M. Treatment of carbonaceous refractory gold ores. **Minerals Engineering**, v. 4, n. 7–11, p. 1043–1055, 1991.
- AMANYA, F. et al. Preg-robbing of Gold by Carbonaceous Materials Encountered in Gold Processing. **Ghana Mining Journal**, v. 17, n. 2, p. 50–55, 2017.
- AMTEL. **CHLORINE DEPARTMENT IN FLOTATION CONCENTRATE OF CORREGO DO SITIO**. [s.l: s.n.].
- AMTEL. **GOLD DEPARTMENT OF CORREGO DO SITIO SULPHIDE & HEAP LEACH PLANT SAMPLES**. [s.l: s.n.].
- ANM. Anuario Mineral Brasileiro, Principais Substâncias Metálicas (Ano Base 2017). **Anuário Mineral Brasileiro**, v. 1, p. 22, 2018.
- CELEP, O. et al. **Evaluation of Preg-robbing Potential of Refractory Gold Ores**. (N. M. C. and I. B. Ç. Özcan Y. GÜLSOY, S. Levent ERGÜN, Ed.) Turkey: PROCEEDINGS OF THE XII INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING SYMPOSIUM, 2014
- CHRYSSOULIS, S.; DUNNE, R.; COETZEE, A. Diagnostic microbeam technology in gold ore processing. **Jom**, v. 56, n. 7, p. 53–57, 2004.
- CIMINELLI, V. S. T. ; GOMES, A. D. **Extração de ouro: princípios, tecnologia e meio ambiente**. 1. ed. Rio de Janeiro: [s.n.]. v. 8
- CORKHILL, C. L.; VAUGHAN, D. J. **Arsenopyrite oxidation - A review** **Applied Geochemistry** Elsevier Ltd, , 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.apgeochem.2009.09.008>>
- COUNCIL, W. GOLD. **Gold production by country**. Disponível em: <<https://www.gold.org/goldhub/data/historical-mine-production>>. Acesso em: 2 fev. 2020.
- CRAW, D. Geochemical changes in mine tailings during a transition to pressure - oxidation process discharge, Macraes mine, New Zealand. **Journal of Geochemical Exploration**, v.

80, n. 1, p. 81–94, 2003.

DUMONT, J. A.; OLIVEIRA, G. F. DE; MOREIRA, A. A. Eliminação do fenômeno preg-robbing no circuito poX. **MINÉRIOS & MINERALES**, p. 17–22, ago. 2016.

EVANS, C. L. et al. Application of process mineralogy as a tool in sustainable processing. **Minerals Engineering**, v. 24, n. 12, p. 1242–1248, 2011.

FARAZ, S. et al. Improved recovery of a low-grade refractory gold ore using flotation-preoxidation-cyanidation methods. **International Journal of Mining Science and Technology**, v. 24, n. 4, p. 537–542, 2014.

GELDART, J.; WILLIAMSON, R.; MALTBY, P. Aqueous pressure oxidation as a waste treatment process-stabilizing roaster wastes. **Hydrometallurgy**, v. 30, n. 1–3, p. 29–44, 1992.

GOODALL, W. R.; LEATHAM, J. D.; SCALES, P. J. A new method for determination of preg-robbing in gold ores. **Minerals Engineering**, v. 18, n. 12, p. 1135–1141, 2005.

GUDYANGA, F. P. et al. Acidic pressure oxidation pre-treatment of refractory gold concentrates from the Kwekwe roasting plant, Zimbabwe. **Minerals Engineering**, v. 12, n. 8, p. 863–875, 1999.

HOLMES, P. R.; CRUNDWELL, F. K. The kinetics of the oxidation of pyrite by ferric ions and dissolved oxygen: An electrochemical study. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 64, n. 2, p. 263–274, 2000.

KARASTELEV, N. A.; SHARIKOV, Y. V.; TURUNEN, I. Modeling the Autoclave Penetration of Gold-Bearing Refractory Ores. **Metallurgist**, v. 59, n. 5–6, p. 413–418, 2015.

KETCHAM, V. J.; O'REILLY, J. F.; VARDILL, W. D. The lihir gold project; Process plant design. **Minerals Engineering**, v. 6, n. 8–10, p. 1037–1065, 1993.

KOSLIDES, T.; CIMINELLI, V. S. T. Pressure oxidation of arsenopyrite and pyrite in alkaline solutions. **Hydrometallurgy**, v. 30, n. 1–3, p. 87–106, 1992.

LA BROOY, S. R.; LINGE, H. G.; WALKER, G. S. Review of gold extraction from ores. **Minerals Engineering**, v. 7, n. 10, p. 1213–1241, 1994.

LONG, H. **A fundamental study of the acidic pressure oxidation of orpiment and perite at high temperature.** [s.l.] THE UNIVERSITY OF BRITISH COLUMBIA, 2000.

LONG, H.; DIXON, D. G. Pressure oxidation of pyrite in sulfuric acid media: A kinetic

study. **Hydrometallurgy**, v. 73, n. 3–4, p. 335–349, 2004.

LOTTER, N. O. Modern Process Mineralogy: An integrated multi-disciplined approach to flowsheeting. **Minerals Engineering**, v. 24, n. 12, p. 1229–1237, 2011.

LUNT, D.; BRIGGS, N. **Chapter 48 – Refractory Sulfide Ores—Case Studies**. 15. ed. Perth: Elsevier B.V., 2016.

MARSDEN, J. O.; HOUSE, C. L. **The Chemistry of Gold Extraction**. 2. ed. Colorado: Society for Mining, Metallurgy and Exploration, 2009.

MARSDEN, J. O.; HOUSE, I. C. **The Chemistry of Gold Extraction**. 2. ed. Colorado: Society for Mining, Metallurgy and Exploration, 2006.

MCDONALD, R. G.; MUIR, D. M. Pressure oxidation leaching of chalcopyrite. Part I. Comparison of high and low temperature reaction kinetics and products. **Hydrometallurgy**, v. 86, n. 3–4, p. 191–205, 2007.

MILHAM, L.; CRAW, D. Antimony mobilization through two contrasting gold ore processing systems, New Zealand. **Mine Water and the Environment**, v. 28, n. 2, p. 136–145, 2009.

MILLER, J. D.; WAN, R. Y.; DÍAZ, X. . Preg-Robbing Gold Ores. In: **Gold Ore Processing**. [s.l: s.n.]. p. 885–907.

MOORE, C. M. et al. **Technical Report on the Goldstrike Mine , Eureka & Elko Counties , State of Nevada, Usa**. Toronto: [s.n.].

MOURA, W. DE. **ESPECIAÇÃO DE CIANETO PARA REDUÇÃO DO CONSUMO NO CIRCUITO DE LIXIVIAÇÃO DE CALCINADO DA USINA DO QUEIRÓZ**. [s.l.] UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS, 2005.

MUSTAPHA, A. et al. **Preg-robbing Characteristics of Gold Ores in Ghana**. 3rd UMaT Biennial International Mining and Mineral Conference. **Anais...**2014

NERY, G. P. et al. Caracterização Tecnológica De Minério Aurífero Sulfetado Com Material Carbonoso. **Holos**, v. 7, n. December, p. 27, 2015a.

NERY, G. P. et al. CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINÉRIO AURÍFERO SULFETADO COM MATERIAL CARBONOSO. **HOLOS**, v. 7, n. December, p. 27, 2015b.

NIKKHAH, K. et al. Autoclave Design and Scale-up from Batch Test Data : A Review of

Sizing Methods and Their Bases. n. January 1998, p. 1–8, 2015.

PAKTUNC, D. et al. Speciation and characterization of arsenic in gold ores and cyanidation tailings using X-ray absorption spectroscopy. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 68, n. 5, p. 969–983, 2004.

PANGUM, L. S.; BROWNERT, R. E. Pergamon PRESSURE CHLORIDE LEACHING OF A REFRACTORY GOLD ORE Keywords. **Minerals Engineering**, v. 9, n. 5, p. 547–556, 1996.

PAPANGELAKIS, V. G.; DEMOPOULOS, G. P. Acid pressure oxidation of pyrite: reaction kinetics. **Hydrometallurgy**, v. 26, n. 3, p. 309–325, 1991.

RAMADORAI, G.; HAUSEN, D. M.; BUCKNAM, C. H. Metallurgical, analytical and mineralogical features of Carlin refractory ores. **Ore Geology Reviews**, v. 6, n. 2–3, p. 119–132, 1991.

REES, K. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. Preg-robbing phenomena in the cyanidation of sulphide gold ores. **Hydrometallurgy**, v. 58, n. 1, p. 61–80, 2000.

SANTIAGO, R. C. C. **MINIMIZAÇÃO DA ATIVIDADE PREG-ROBBING DE MINÉRIOS AURÍFEROS CARBONOSOS COM A UTILIZAÇÃO DE ADITIVOS QUÍMICOS**. [s.l.] Universidade Federal de Minas Gerais, 2018.

SHERRITT. **Projeto Córrego do Sítio - oxidação por pressão - CdS** Internal AngloGold Ashanti. Santa Barbara - MG: [s.n.].

SHIBAYAMA, A. et al. Electronic waste treatment: Part 1. Autoclave oxidation-leaching using pyrite waste from mine tailing. **Hydrometallurgy**, v. 137, p. 92–100, 2013.

SUN, H. et al. Study of the kinetics of pyrite oxidation under controlled redox potential. **Hydrometallurgy**, v. 155, p. 13–19, 2015.

SYED, S. Recovery of gold from secondary sources-A review. **Hydrometallurgy**, v. 115–116, p. 30–51, 2012.

W.R. GOODALL; J.D. LEATHAM; P.J.SCALES. Procedure for determination of preg-robbing in gold ores. **Minerals Engineering**, v. 18, n. 1, p. 1135–1141, 2005.

ZAYTSEV, P. et al. Pokrovskiy pressure oxidation (POX) hub. **Proceedings of ALTA 2013 Gold Session**, n. January 2013, p. 33–71, 2013.

## ANEXO A: Análise de Ouro pelo Método Fire Assay – Síntese do procedimento utilizado na unidade Mina Córrego do Sítio

### 1) Preparo do fluxo fundente para sulfetos:

Reagentes	Fórmula	%
Carbonato de sódio	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	39,9
Nitrato de prata e pó de quartzo (1:1)	AgNO <sub>3</sub> + SiO <sub>2</sub>	0,1
Litargírio	PbO	24
Bórax	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	30
Fubá	C	3,5
Sílica	SiO <sub>2</sub>	2,5
Vaselina	-	800 ml

Para cada fusão é utilizado uma massa de aproximadamente 200 g de fluxo fundente.

### 2) Pesagem da amostra:

No procedimento Anglogold é determinado que se pese 5 gramas da amostra do concentrado de flotação. Para esta pesagem é utilizado uma balança eletrônica de 4 casas decimais.

### 3) Fusão

A amostra e fluxo fundente são adicionados em um cadinho e introduzidos em um forno de combustão a gás. Para o forno a gás, a temperatura de fusão é 1160 °C ± 40 °C e o tempo é de aproximadamente 50 minutos.

Após a retirar o cadinho do forno, despejar vagarosamente para não haver resíduo de chumbo na escória, a massa fundente contida nos cadinhos, numa lingoteira (escorificatório) umedecida com o desingripante para que não haja aderência de chumbo nas paredes do escorificatório.

O chumbo por densidade, ficará na parte inferior do escorificatório e a escória na parte superior.

Retirar os botões de chumbo depositados no fundo do escorificatório, fazendo uso de uma pinça adequada, utilizar o protetor facial, avental aluminizado, botina de segurança, abafador de ruído e luvas de cobertura.

Desagregar o botão de chumbo da escória com o auxílio do martelo. Verificar neste momento se a coloração da escória da prova em branco tem coloração marrom, causada pelo sulfato de cobre.

Colocar os botões de chumbo numa bandeja adequada e em ordem.

Despejar a escória em um recipiente de ferro.

Verificar se a escória não contém grânulos de chumbo, se contiver significa que a amostra está mal fundida e deverá ser feita esta observação na listagem e pedir a repetição da amostra.

Martelar os botões de chumbo, um por um, numa chapa acoplada a uma mesa de aço, deixando-os de forma cúbica.

#### 4) Copelação

O botão é colocado em um copelo e introduzido em um forno de copelação, este a uma condição de trabalho com temperatura de  $960^{\circ}\text{C} \pm 40^{\circ}\text{C}$ .

Após 15 minutos da introdução das amostras, deve-se injetar ar dentro do forno para acelerar a reação.

Deixar reagir para que haja a absorção do chumbo pela copela (oxidação do Pb). O tempo de copelação pode varia de batelada para batelada sendo que em média de 1 hora e meia. Completada a copelação retirar do forno e esperar o resfriamento. Verificar se na superfície da copela contém uma esfera, liga de Au e Ag (bullion).

#### 5) Ataque ácido das amostras (Bullion)

As amostras são reagidas com ácido nítrico sob o aquecimento de uma chapa aquecedora elétrica. Conferir se ocorreu a dissolução da prata. Após o primeiro ataque, o tubo de ensaio deverá apresentar somente uma leve esponja escura que será o ouro livre da prata.

Se o bullion ainda apresentar presença de prata, a amostra deverá voltar à chapa para reação completa. Após esta etapa, adicionar 3 ml de HCl concentrado e deixar agir. O HCl forma água régia com  $\text{HNO}_3$ . Nesta reação o outro é solubilizado e é formado o precipitado de cloreto de prata.

Avolumar em balão volumétrico e destinar a análise química.

## **ANEXO B: Determinação de Cianeto Total em Efluentes Líquidos pelo Método HCL – HH – Síntese do procedimento utilizado na unidade Mina Córrego do Sítio**

### Reagentes:

- Nitrato de cádmio P.A.
- Acetato de chumbo PA.
- Solução de NaOH 1N: Dissolver 40 g do sal em água destilada, aguardar até que esfrie e avolumar para 1000 mL. Guardar em frasco plástico.
- Cloridrato de Hidroxilamina: Dissolver 100 g do sal em balão com 400 mL de água destilada e adicionar 500 mL de ácido clorídrico P.A.
- Solução Padrão de 1000 ppm CN: Pesar 2g de KOH e dissolver em um pouco de água destilada. Juntar 2,51 gramas de Cianeto de Potássio PA, agitar para dissolução e avolumar para 1000 mL. Pode ser utilizada solução padrão pronta para o uso.
- As soluções padrão intermediárias são diluídas a partir de 1000 ppm CN usando também 2g de KOH.

### Procedimento:

- Lavar peça por peça do sistema de destilação.
- Fazer a montagem:
- Passar fita auto fusão na parte externa de todas conexões e fita teflon nas partes internas dos encaixes (para evitar o atrito de vidro/vidro e para melhor vedação do sistema).
- Conectar as mangueiras de silicone na entrada na parte inferior e saída na parte superior do condensador de bolas.
- Ligar a mangueira de entrada do condensador a uma torneira de água.
- Fixar o condensador com garra na haste do tripé.
- Conectar uma mangueira de silicone no tubo de conexão.
- Introduzir o tubo de conexão no condensador de bolas.
- Introduzir o bulbo KJELDHAL no balão de destilação.
- Introduzir cuidadosamente o funil de adição no bulbo KJEDHAL.
- Colocar o balão de destilação na manta aquecedora conectando-o ao condensador.
- Cortar 6 pedaços de mangueira silicone de 5 cm e conectá-los na entrada e saída do frasco lavador de gases.

- Cortar 6 pedaços de mangueira de ar comprimido de 4 cm e conectar nas mangueiras de silicone de 5 cm dos frascos lavadores de gases.
- Conectar a ponta da mangueira de silicone do tubo de conexão na entrada do frasco lavador de gases.
- Conectar uma torneira de vidro a ser utilizada como dispositivo de segurança e regulagem na mangueira que liga a saída do frasco lavador ao vácuo.
- Conectar a outra ponta da mangueira no vácuo.
- Medir o volume de amostra a ser analisada de acordo com a concentração estimada da amostra em geral para efluentes mede-se 500 mL.
- Transferir a amostra para o balão de destilação usando o funil de adição.
- Medir 80 mL de solução de NaOH 1N e transferir para o frasco lavador de gases.
- Abrir a entrada de água para resfriamento do condensador de bolas.
- Abrir o vácuo: Ligar com a torneira de segurança fechada.
- Abrir a torneira lentamente de forma que borbulhe 1 bolha por segundo.
- Adicionar uma espátula pequena de nitrato de cádmio pelo funil de adição na amostra a ser destilada, lavando o funil com água destilada.
- Adicionar 25 mL de solução de cloridrato de hidroxilamina 10% pelo funil de adição, sob exaustão com sistema de destilação fechado.
- Ligar a manta aquecedora.
- Destilar a amostra por 45 minutos, em capela sob exaustão.
- Desligar a manta deixando o vácuo ligado por mais 15 minutos.
- Desligar o vácuo.
- Desconectar o tubo de conexão do condensador de bolas.
- Lavar o tubo e a mangueira para dentro do frasco lavador de gases contendo soda.
- Desconectar as mangueiras do frasco lavador de gases e retirá-los de dentro da capela.
- Transferir a solução do frasco lavador de gases para balão volumétrico de 200 mL, usando funil de transferência.
- Avolumar o balão com água destilada e homogeneizar.

Determinação da concentração do cianeto:

- Ligar o pHmetro e deixar o eletrodo de íon específico e o eletrodo de referência em água destilada com 1 mL de NaOH 1N sob agitação por 15 minutos.

- Medir 100 mL da amostra e transferir para béquer de 150 mL.
- Mergulhar o eletrodo de íon específico de cianeto e o de referência na solução.
- Deixar a leitura estabilizar sob leve agitação por 03 minutos e fazer a primeira leitura em mV (E1).
- Adicionar 10 mL de padrão de CN (de 1 a 100 ppm de acordo com o teor da amostra). Deixar a leitura estabilizar sob leve agitação por 03 minutos e fazer a segunda leitura em mV (E2).
- Variar a concentração de padrão de CN adicionado de forma que a diferença entre a primeira leitura e a segunda leitura esteja entre 11 e 50 mV.
- Registrar a diferença de milivoltagem.
- Desmontar o sistema de destilação para lavagem

Calcular o teor de CN- em mg/L:

$$\text{Formula: } [\text{CN}] \text{ mg/L} = \text{Q} \times \text{B} \times \text{F}$$

Onde:

Q = Concentração referente a diferença de mV extraído da tabela

B = Concentração do padrão adicionado

F = Fator: Volume Final/Volume da amostra

$\Delta E$ (mV)	Q Concentração			
	57,2 (slope)	58,2 (slope)	59,2 (slope)	60,1 (slope)
5,0	0,2917	0,2957	0,2996	0,3031
6,0	0,2512	0,2550	0,2586	0,2619
7,0	0,2196	0,2230	0,2264	0,2295
8,0	0,1941	0,1973	0,2005	0,2033
9,0	0,1732	0,1762	0,1791	0,1818
10,0	0,1557	0,1585	0,1613	0,1638
11,0	0,1409	0,1435	0,1461	0,1485
12,0	0,1282	0,1307	0,1331	0,1353
13,0	0,1172	0,1195	0,1219	0,1239
14,0	0,1076	0,1098	0,1120	0,114
15,0	0,0992	0,1012	0,1033	0,1052
16,0	0,0917	0,0936	0,0956	0,0974
17,0	0,0850	0,0869	0,0887	0,0904
18,0	0,0790	0,0808	0,0825	0,0841
19,0	0,0736	0,0753	0,0770	0,0785
20,0	0,0687	0,0703	0,0719	0,0734
21,0	0,0642	0,0658	0,0673	0,0687
22,0	0,0602	0,0617	0,0631	0,0645
23,0	0,0564	0,0579	0,0593	0,0606

24,0	0,0530	0,0544	0,0558	0,057
25,0	0,0499	0,0512	0,0525	0,0537
26,0	0,0470	0,0483	0,0495	0,0507
27,0	0,0443	0,0455	0,0468	0,0479
28,0	0,0419	0,0430	0,0442	0,0452
29,0	0,0395	0,0407	0,0418	0,0428
30,0	0,0374	0,0385	0,0396	0,0406
31,0	0,0354	0,0365	0,0375	0,0384
32,0	0,0335	0,0345	0,0356	0,0365
33,0	0,0318	0,0328	0,0337	0,0346
34,0	0,0302	0,0311	0,0320	0,0329
35,0	0,0286	0,0295	0,0305	0,0313
36,0	0,0272	0,0281	0,0290	0,0298
37,0	0,0258	0,0267	0,0275	0,0283
38,0	0,0246	0,0254	0,0262	0,027
39,0	0,0234	0,0242	0,0250	0,0257
40,0	0,0223	0,0230	0,0238	0,0245
41,0	0,0212	0,0219	0,0227	0,0234
42,0	0,0202	0,0209	0,0216	0,0223
43,0	0,0192	0,0199	0,0206	0,0213
44,0	0,0183	0,0190	0,0197	0,0203
45,0	0,0175	0,0181	0,0188	0,0194
46,0	0,0167	0,0173	0,0179	0,0185
47,0	0,0159	0,0165	0,0171	0,0177
48,0	0,0152	0,0158	0,0164	0,0169
49,0	0,0145	0,0151	0,0157	0,0162
50,0	0,0139	0,0144	0,0150	0,0155
51,0	0,0132	0,0138	0,0143	0,0148
52,0	0,0126	0,0132	0,0137	0,0142
53,0	0,0121	0,0126	0,0131	0,0136
54,0	0,0116	0,0120	0,0125	0,013
55,0	0,0110	0,0115	0,0120	0,0125
56,0	0,0106	0,0110	0,0115	0,0119
57,0	0,0101	0,0106	0,0110	0,0114
58,0	0,0097	0,0101	0,0105	0,011
59,0	0,0093	0,0097	0,0101	0,0105
60,0	0,0089	0,0093	0,0097	0,0101

## ANEXO C: Ficha técnica carvão ativado

# PICAGOLD® G210AS

### Gold mining application

Premium regenerable granular microporous activated carbon specially developed for high efficiency in gold recovery operations (CIL & CIP). This grade is specifically designed to ensure the carbon maintains excellent characteristics over time even when processing hard ore. It is highly recommended for initial fills of recovery circuits as PICAGOLD® G210 AS provides a guarantee of effectiveness and low make up of losses from carbon inventory.



#### SPECIFICATION\*

Butane adsorption	min. 23%
Total ash content	max. 4%
Moisture content	max. 5%
Apparent density	450 – 550 kg/m <sup>3</sup>
Ball pan hardness	min. 99%
Platelets (A.A.R.L.)	max. 5%
Attrition (A.A.R.L.)	max. 1.5%
Mean particle diameter	
6x12 mesh	min. 2.48 mm
8x16 mesh	min. 1.55 mm

#### TYPICAL PROPERTIES\*

K value	30 kg/tonne
R value	60%
Platelets (A.A.R.L.)	4%
Attrition (A.A.R.L.)	1%

\* SPECIFICATIONS AND TYPICAL PROPERTIES ARE PRODUCED USING JACOBI CARBONS' TEST METHODS. THEY ARE LISTED FOR INFORMATIONAL PURPOSES ONLY AND NOT TO BE USED AS PURCHASE SPECIFICATIONS. SALES SPECIFICATIONS CAN BE OBTAINED FROM YOUR JACOBI CARBONS TECHNICAL SALES REPRESENTATIVE AND SHOULD BE REVIEWED BEFORE PLACING AN ORDER.

#### Features and Benefits

- Rapid adsorption kinetics
- High gold loading capacities
- Very low soluble gold losses
- Suitable for silver rich ores
- Highly recommended for 'preg robbing' ores
- Very high resistance to attrition
- Negligible carbon losses
- Homogenous activation of grains
- Low deterioration of adsorption with time and over regeneration cycles
- Good 3-dimensional shape preventing screen pegging or clogging
- Low head losses and optimization of adsorption kinetics

#### Available Particle Sizes

- 6x12 mesh (3.35 - 1.70 mm)
- 8x16 mesh (2.36 - 1.18 mm)

#### Standard Packaging

- 500 kg bulk bag (1100 lb)
- Other packing considered on request



Polyethylene liner-free RBCs (super sacks), two bags per pallet

**CIP TYPICAL DESIGN PARAMETERS**

Treatment capacity	125000 t per month
Gold head grade	4 g/t
Pulp flowrate	240 m <sup>3</sup> /h
No. of CIP contactors	6
Volume of contactors	160 m <sup>3</sup>
Mass of PICAGOLD®	5 t per contactor
Rate of PICAGOLD® transfer	2.75 t per day

FOR EASY CONVERSION TO IMPERIAL UNITS, PLEASE VISIT [WWW.JACOBI.NET](http://WWW.JACOBI.NET)

**CIL TYPICAL DESIGN PARAMETERS**

Treatment capacity	250000 t per month
Gold head grade	4 g/t
Pulp flowrate	475 m <sup>3</sup> /h
No. of CIL contactors	8
Volume of contactors	1780 m <sup>3</sup>
Mass of PICAGOLD®	20 t per contactor
Rate of PICAGOLD® transfer	5.5 t per day

FOR EASY CONVERSION TO IMPERIAL UNITS, PLEASE VISIT [WWW.JACOBI.NET](http://WWW.JACOBI.NET)

**PRODUCTION CAPABILITY**

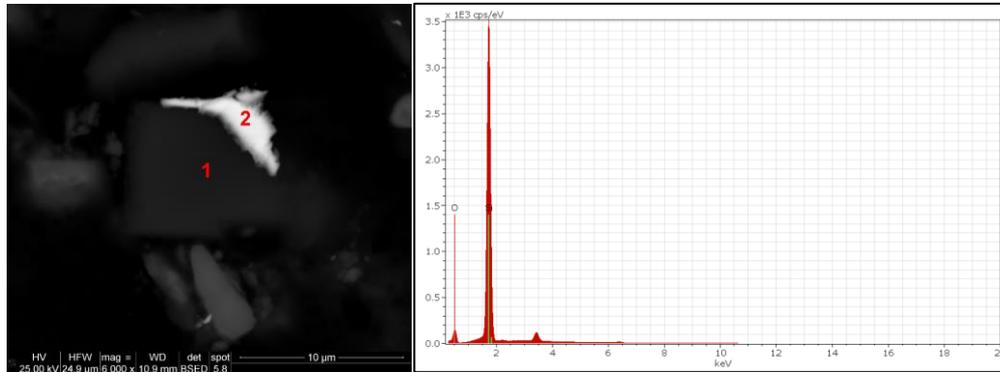
Jacobi Carbons manufactures the PICAGOLD® range of activated carbons from high grade coconut shell raw material in purpose built facilities using horizontal rotary kiln activation techniques. PICAGOLD® is manufactured exclusively in our own factories in India, Sri Lanka and Vietnam. Our geographically diversified manufacturing base and use of in house raw material processing is a unique guarantee of supply security available from Jacobi Carbons. PICAGOLD® is currently supplied to an excess of 30 countries world wide.

**CARBON TESTING AND CIRCUIT AUDIT SERVICE**

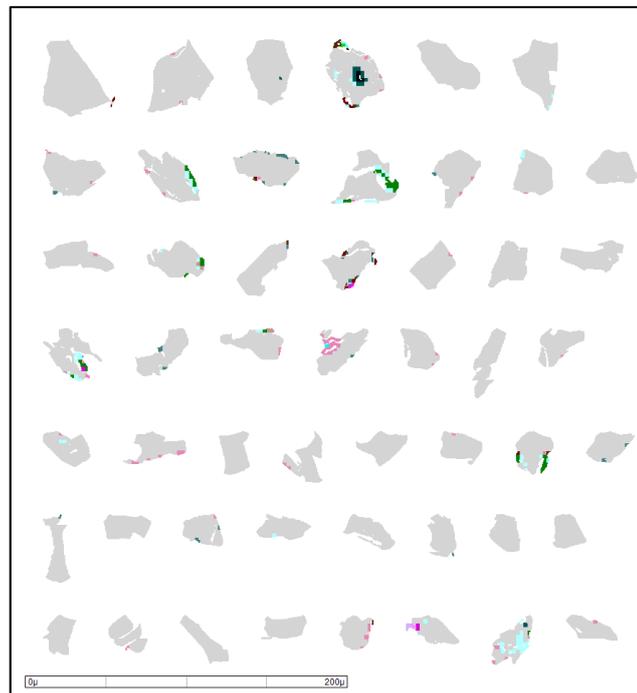
Minor variation in the recovery process or an error in carbon management can have dramatic effects on gold recovery yields. Jacobi Carbons can provide technical assistance which goes far beyond standard carbon testing services. Our unrivalled expertise allows us to provide trouble shooting input, carbon management training and recovery circuit optimization. More information on this invaluable service is available on request

## ANEXO D: Análise de EDS, imagens eletrônicas e microanálises das fases mineralógicas.

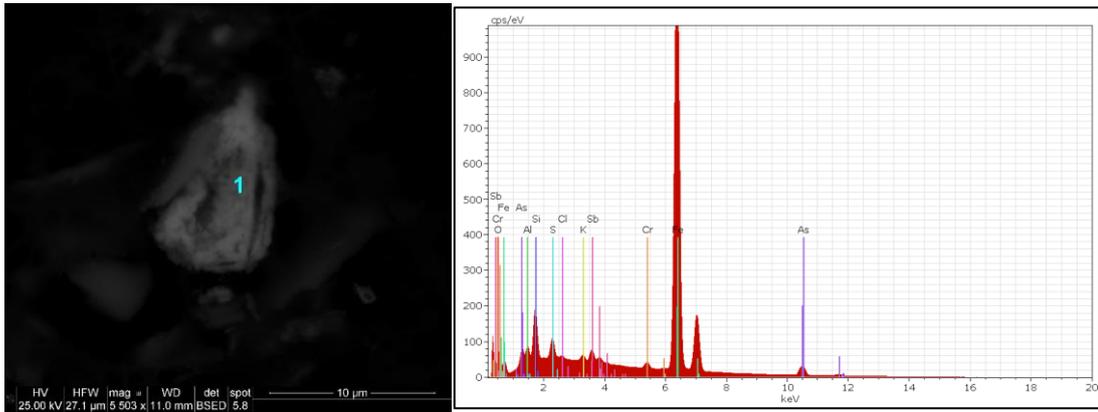
### Quartzo



Fase	Si (%)	O (%)
Quartzo	46.74	53.26



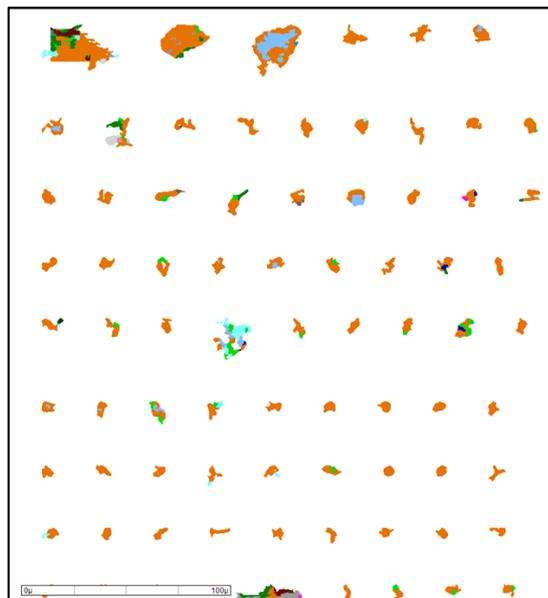
## Sulfatos



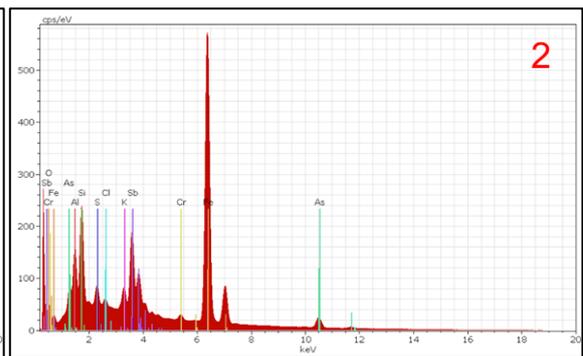
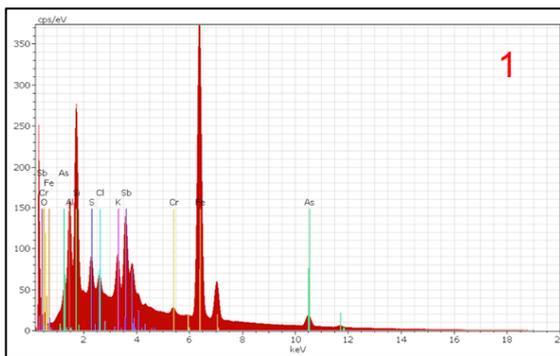
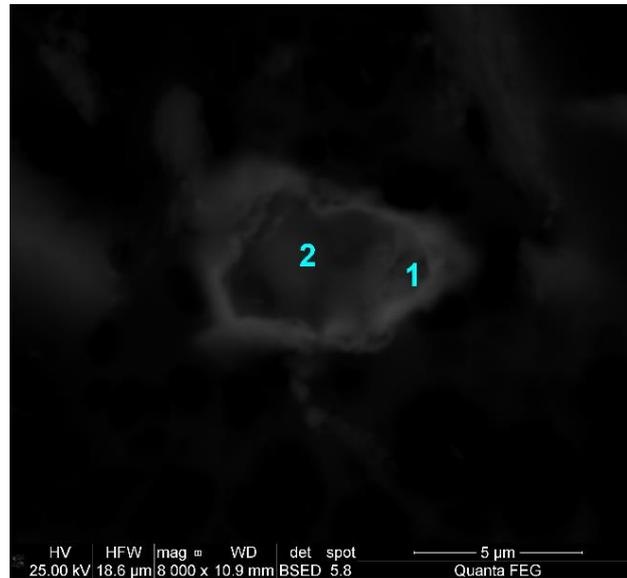
Fase	Al (%)	Fe (%)	K (%)	O (%)	S (%)	Sb (%)	Si (%)
Fe Sb sulfatos	7.75	32.89	3.50	36.81	12.07	2.77	1.09

Fase	Al (%)	As (%)	Ca (%)	Fe (%)	Mn (%)	O (%)	S (%)	Si (%)
Fe sulfatos	4.72	3.44	8.51	32.55	0.06	36.92	11.89	1.91

Fase	As (%)	Ca (%)	Fe (%)	Mn (%)	O (%)	S (%)	Si (%)
Fe-Ca sulfato	0.95	31.79	7.45	0.91	41.24	16.86	0.80

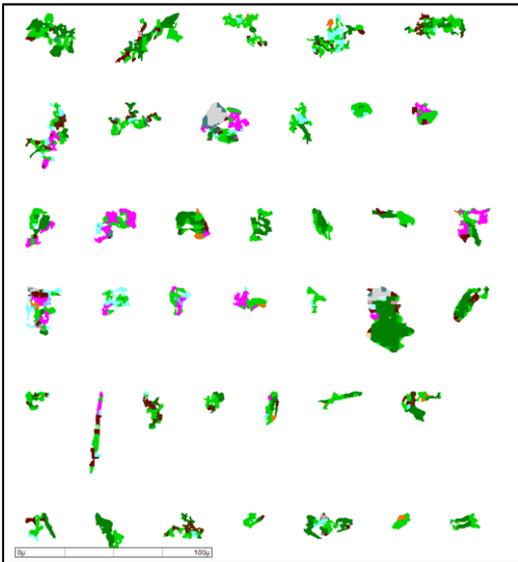
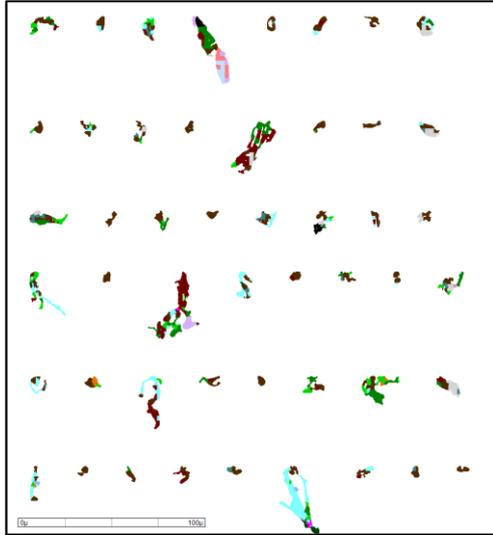
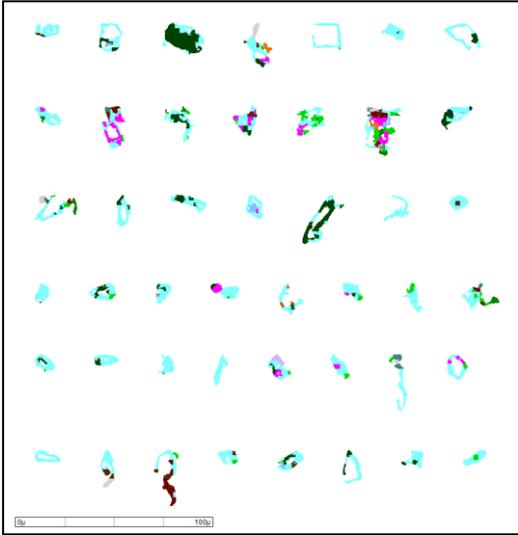


## Oxidos (Fe, As e Sb)

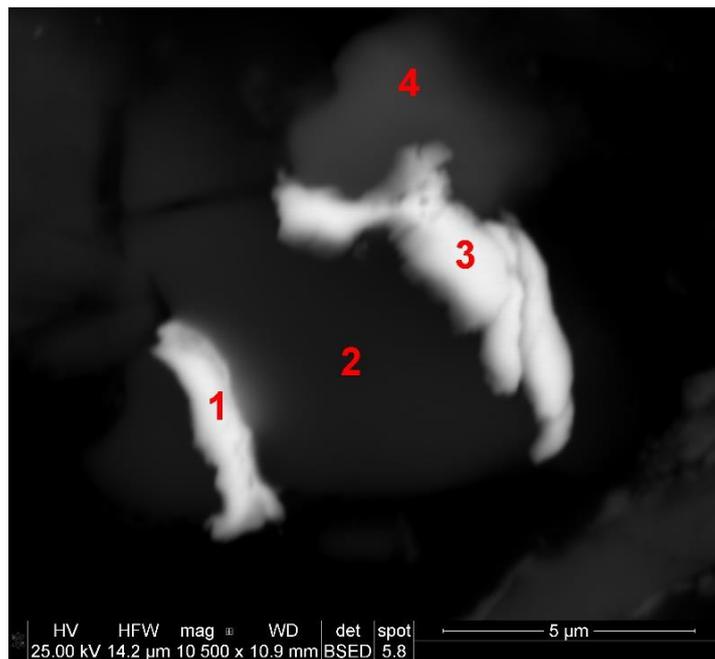
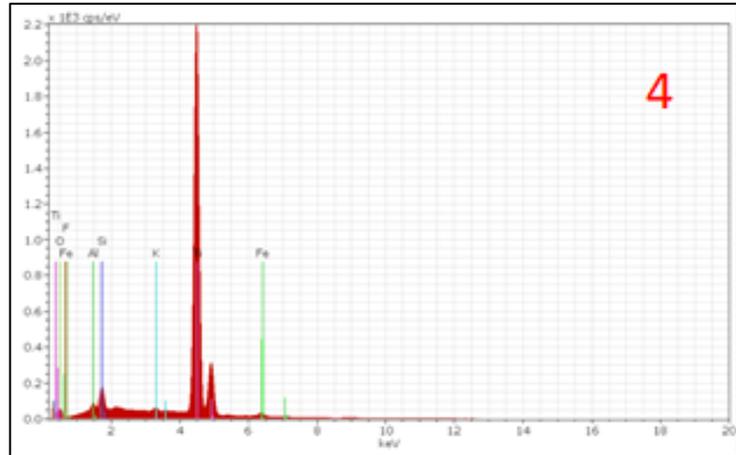


Fase	Al (%)	As (%)	Cl (%)	Cr (%)	Fe (%)	K (%)	Mg (%)	O (%)	S (%)	Sb (%)	Si (%)
Fe-Al-Sb-Si-O	4.86	2.71	0.24	0.20	21.78	0.87	0.81	38.52	0.96	6.47	22.58

Fase	Al (%)	As (%)	Cl (%)	Cr (%)	Fe (%)	K (%)	Mg (%)	O (%)	P (%)	S (%)	Sb (%)	Si (%)
Fe Sb As óxidos	4.26	7.73	0.25	1.05	43.49	0.71	0.38	23.61	0.17	1.33	13.27	3.75

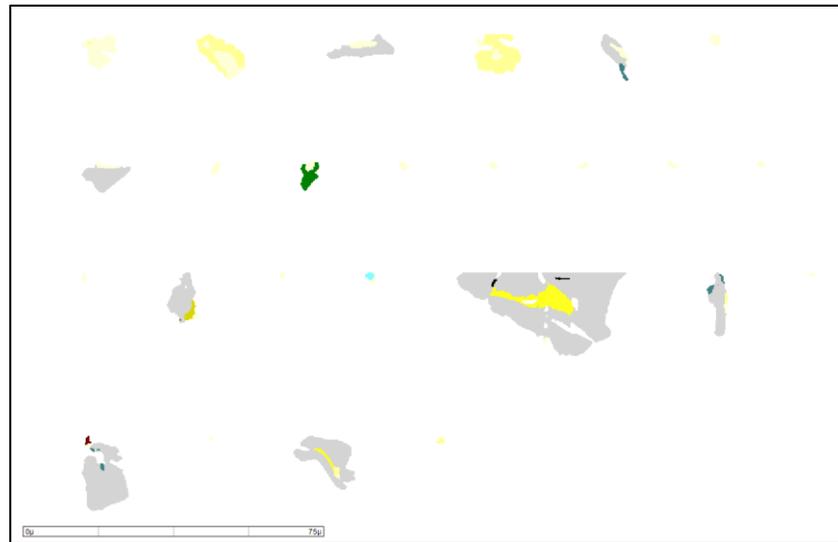
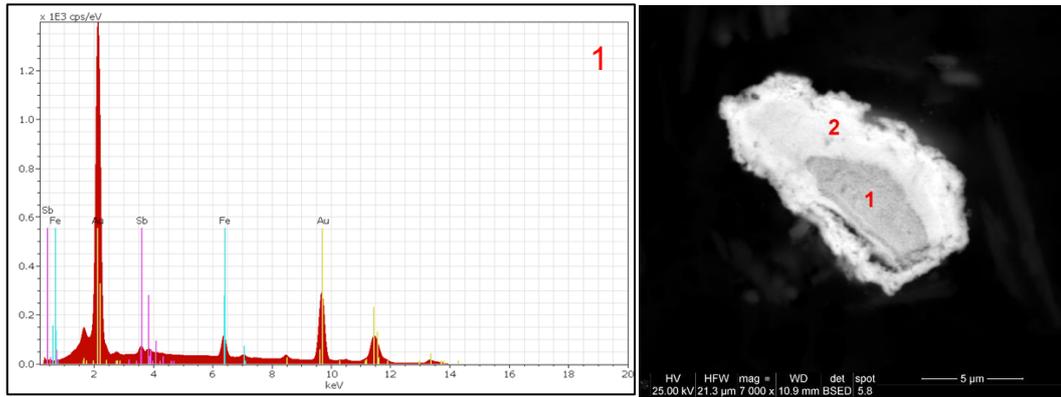


## Ti oxide

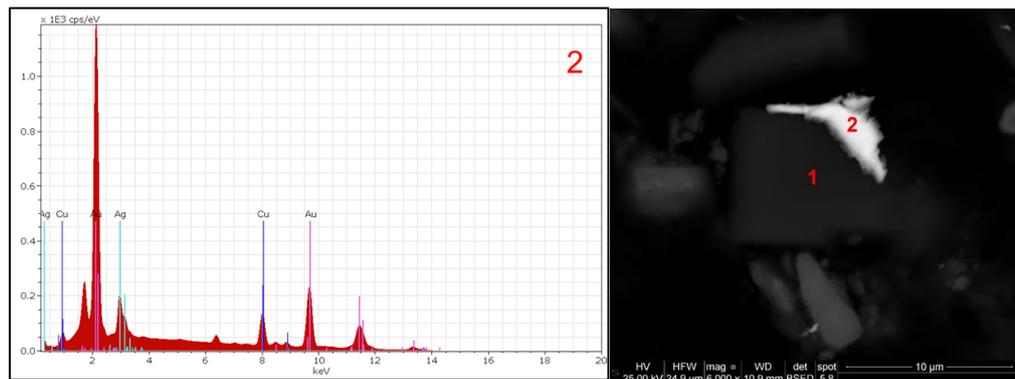


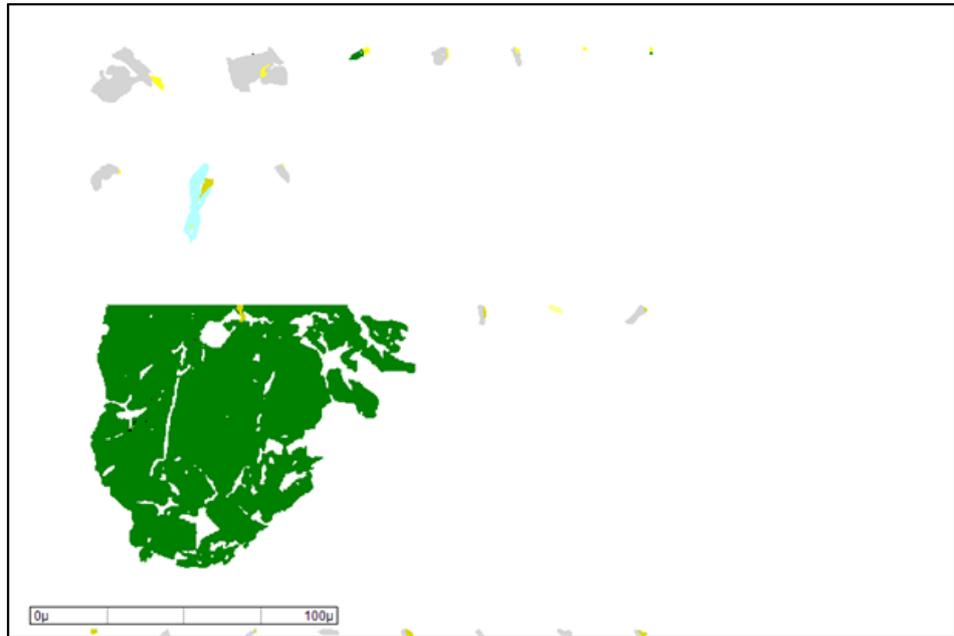
Fase	Al (%)	As (%)	O (%)	S (%)	Sb (%)	Si (%)	Ti (%)
Ti oxide	1.13	2.59	36.33	0.85	3.46	0.83	45.6

Espécies – ouro

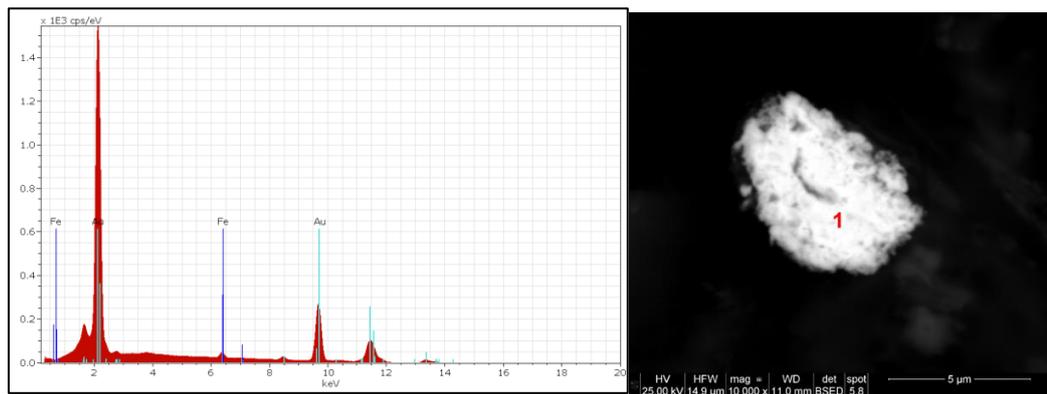


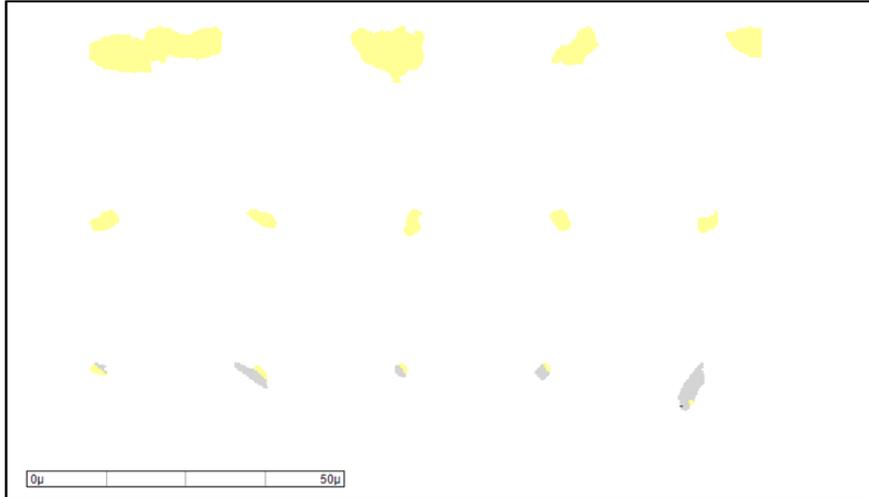
Fase	Ag (%)	Au (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	Sb (%)
Au-Fe-Sb	0	86.58	0	6.64	0	6.78



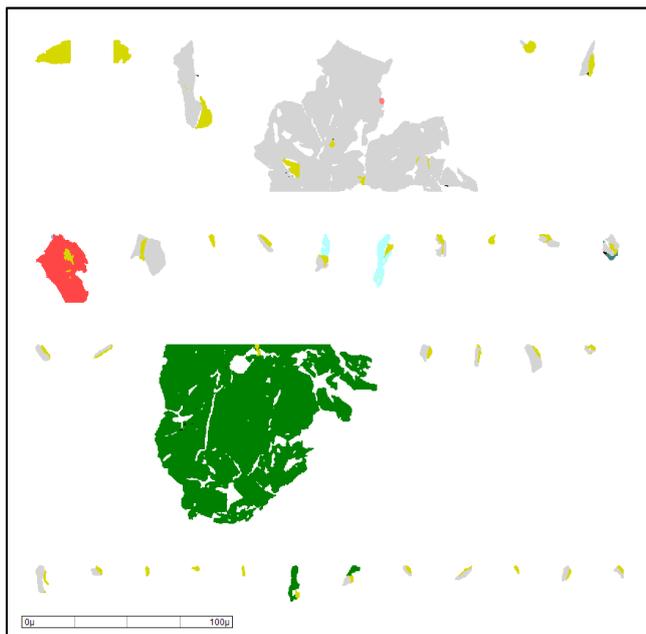
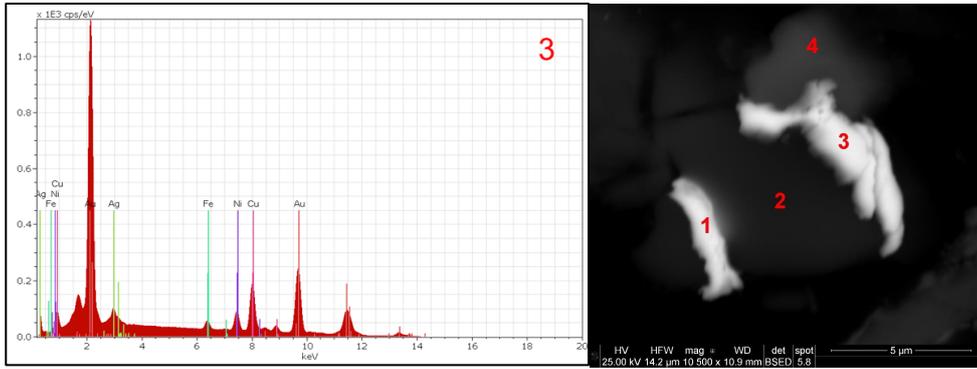


Fase	Ag (%)	Au (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	Sb (%)
Au-Ag-Cu-Fe	7.59	82.76	7.77	1.88	0	0





ase	Ag (%)	Au (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	Sb (%)
Ouro nativo	0	100	0	0	0	0



Fase	Ag (%)	Au (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	Sb (%)
Au-Cu-Ag-Ni-Fe	3.78	81.9	9.62	1.82	2.88	0