



REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS – REDEMAT  
UFOP – CETEC – UEMG  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

**Fernando Brandão Rodrigues da Silva**

**CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO MAGNÉTICO OBTIDO A  
PARTIR DO BENEFICIAMENTO DE ROCHA FOSFÁTICA**

Ouro Preto – MG

Julho de 2020



REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS – REDEMAT  
UFOP – CETEC – UEMG  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

## **CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO MAGNÉTICO OBTIDO A PARTIR DO BENEFICIAMENTO DE ROCHA FOSFÁTICA**

**Fernando Brandão Rodrigues da Silva**

Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Taíse Matte Manhobosco

Co-Orientador: Prof. Dr. Fernando Gabriel da Silva Araújo

Proposta de Monografia apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Rede Temática em Engenharia de Materiais - REDEMAT, do convênio entre a Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP, o Centro Tecnológico de Minas Gerais - CETEC e a Universidade do Estado de Minas Gerais - UEMG, como parte integrante dos requisitos necessários à obtenção do título de Especialista em Engenharia de Materiais.

Ouro Preto – MG

Julho de 2020

## SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

S586c Silva, Fernando Brandão Rodrigues da.  
Caracterização do rejeito magnético obtido a partir do beneficiamento de rocha fosfática. [manuscrito] / Fernando Brandão Rodrigues da Silva. - 2020.  
93 f.

Orientadora: Profa. Dra. Taise Matte Manhabosco.  
Coorientador: Prof. Dr. Fernando Gabriel da Silva Araújo.  
Produção Científica (Especialização). Universidade Federal de Ouro Preto. Rede Temática em Engenharia de Materiais.

1. Rejeitos (Metalurgia) - Materiais magnéticos. 2. Granulometria - Peneiramento. 3. Microscopia. 4. Análise térmica. I. Araújo, Fernando Gabriel da Silva. II. Manhabosco, Taise Matte. III. Universidade Federal de Ouro Preto. IV. Título.

CDU 620.1

Bibliotecário(a) Responsável: Maristela Sanches Lima Mesquita - CRB-1716



## FOLHA DE APROVAÇÃO

**Fernando Brandão Rodrigues da Silva**

Caracterização do rejeito magnético obtido a partir do beneficiamento de rocha fosfática

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de Especialista em Engenharia de Materiais

Aprovada em 24 de julho de 2021.

### Membros da banca

Profª Drª Taise Matte Manhabosco - Orientadora - Universidade Federal de Ouro Preto  
Profª Me. Kelly de Souza Pires Ávila - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais  
Prof. Dr. Fernando Gabriel da Silva Araújo - Universidade Federal de Ouro Preto

O Prof. Gilberto Henrique Tavares Álvares da Silva, Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, aprovou a versão final e autorizou seu depósito na Biblioteca Digital de Trabalhos de Conclusão de Curso da UFOP em 17/03/2022.



Documento assinado eletronicamente por **Gilberto Henrique Tavares Alvares da Silva, PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 17/03/2022, às 13:55, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [http://sei.ufop.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0295002** e o código CRC **8BDC7BE3**.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente agradeço à Deus, por estar presente na minha vida e sempre ter me dado forças para enfrentar os desafios e concluir o curso! Agradeço à minha esposa Lidiane e ao meu filho Guilherme pelo enorme apoio e compreensão nos períodos de ausência. Sem vocês, eu não teria conseguido! Também agradeço à minha mãe, Vera, que sempre me incentivou nos estudos, desejando e orando pelo meu sucesso pessoal e profissional.

Agradeço imensamente à professora orientadora Taíse pelo grande esforço desempenhado neste trabalho, incluindo a viabilização das análises, excelente orientação para a condução do trabalho como um todo, bem como as correções e sugestões para que o trabalho fosse da melhor forma possível. Muito obrigado!

Também agradeço ao professor coorientador Fernando Gabriel por ter me ajudado na estruturação dos ensaios a serem realizados e por compartilhar sua experiência e ensinamentos.

Sou muito grato aos colegas do curso de Especialização em Engenharia de Materiais da REDEMAT pelo companheirismo e apoio durante todo o curso, em especial aos colegas Belchiolina, Karolyne, Kéthura e Paulo Menezes.

E, por fim, agradeço imensamente ao CEFET pelo incentivo na minha capacitação e à AREA por intermediar este curso que, sem dúvidas, contribuirá significativamente na minha vida profissional.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	V
LISTA DE TABELAS.....	VIII
LISTA DE SIGLAS E ABREVIações .....	IX
LISTA DE SÍMBOLOS.....	X
ABSTRACT.....	XII
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2. JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS .....</b>	<b>3</b>
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>4</b>
<b>3.1. Mineração de rocha fosfática na região do Alto Paranaíba .....</b>	<b>4</b>
3.1.1. Geologia e mineralização .....	5
3.1.2. Beneficiamento de rocha fosfática.....	7
3.1.3. Rejeito magnético obtido a partir do beneficiamento da rocha fosfática..	10
<b>3.2. Amostragem e preparação de amostras.....</b>	<b>12</b>
3.2.1. Erros de amostragem .....	12
3.2.2. Homogeneização e quarteamento de amostras .....	15
<b>3.3. Técnicas de caracterização mineral.....</b>	<b>17</b>
3.3.1. Análise de densidade de sólido através de picnometria.....	17
3.3.2. Análise granulométrica através de peneiramento.....	19
3.3.3. Separação magnética.....	25
3.3.4. Espectrometria de fluorescência de raios X .....	27
3.3.5. Microscopia eletrônica de varredura (MEV – EDS).....	28
3.3.6. Microscopia quantitativa eletrônica (MQE) .....	30
3.3.7. Difração de raios X.....	36
3.3.8. Análise térmica – gravimétrica e diferencial .....	41
<b>4. MATERIAIS E METODOLOGIA.....</b>	<b>44</b>
<b>4.1. Materiais .....</b>	<b>44</b>
<b>4.2. Metodologia.....</b>	<b>45</b>
4.2.1. Preparação de amostras .....	45
4.2.2. Análise de densidade por picnometria.....	49

4.2.3. Caracterização granulométrica com peneiramento combinado.....	51
4.2.4. Ensaio de separação magnética.....	54
4.2.5. Microscopia eletrônica de varredura – MEV com EDS.....	55
4.2.6. Microscopia quantitativa eletrônica - MQE .....	56
4.2.7. Difração de raios X .....	56
4.2.8. Análise termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD) .....	57
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>58</b>
<b>5.1. Densidade e granulometria .....</b>	<b>58</b>
<b>5.2. Resultados da separação magnética .....</b>	<b>60</b>
<b>5.3. Microscopia eletrônica de varredura – MEV com EDS .....</b>	<b>62</b>
<b>5.4. Microscopia quantitativa eletrônica - MQE.....</b>	<b>65</b>
5.4.1. Identificação e quantificação dos minerais por volume .....	65
5.4.2. Distribuição de tamanho e associações dos minerais .....	68
5.4.3. Grau de liberação das fases.....	71
<b>5.5. Difração de raios X.....</b>	<b>72</b>
<b>5.6. Análise termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD).....</b>	<b>73</b>
<b>6. CONCLUSÕES .....</b>	<b>75</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>76</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma simplificado do beneficiamento de rocha fosfática .....	2
Figura 2 - Depósitos de rejeito magnético .....	2
Figura 3 - Mineradora da região do Alto Paranaíba.....	4
Figura 4 - Zonas de estéril e mineralizadas.....	6
Figura 5 - Fluxograma do processo de beneficiamento de rocha fosfática em rota úmida.....	9
Figura 6 – Separador magnético Wet-Drum .....	10
Figura 7 - Percentual de redução de $Fe_2O_3$ na fração diamagnética.....	11
Figura 8 - Homogeneização e quarteamento em pilha cônica.....	15
Figura 9 - Lote inicial de minério.....	16
Figura 10 - Pilha alongada.....	17
Figura 11 - Tipos de picnômetros .....	18
Figura 12 - Peneiramento a úmido, em escala de laboratório .....	23
Figura 13 - Representação gráfica referente à distribuição granulométrica de uma amostra de caulim .....	25
Figura 14 - Indução magnética para diferentes espécies mineralógicas: (a) ferromagnéticas, (b) paramagnéticas e (c) diamagnéticas .....	27
Figura 15 - Imagem de elétrons retroespalhados de grão de urânio-chumbo-pirocloro, com níveis de cinza muito variados em função da composição, e análises semi quantitativas referentes aos pontos indicados na imagem .....	29
Figura 16 - Imagem de elétrons retroespalhados da amostragem de rejeito e EDS de microrregião .....	30
Figura 17 - Descrição do processamento de imagens .....	32
Figura 18 - Frequência das partículas de hematita/magnetita das amostras globais por faixas de tamanho obtida por MQE.....	34
Figura 19 - Grau de liberação das partículas hematita/magnetita das	



amostras globais por MQE .....	35
Figura 20 - Corte num retículo cúbico esquemático e representação de diversos planos de repetição sistemática com respectivas distâncias interplanares $d_i$ , detectáveis por difração de raios X.....	36
Figura 21 - Representação esquemática do difratômetro de raios X básico para método do pó .....	37
Figura 22 - Espectro de difração de raios X de amostra de quartzo, e posição e contagem relativa do padrão tabulado do mineral.....	38
Figura 23 - Espectro de difração de raios X de amostra de mineralogia complexa, com superposição de picos. Minerais identificados: quartzo, fluorapatita, monazita, vermiculita, anatásio, hidrobiotita, gorceixita, goethita, priderita.....	39
Figura 24 - Difratograma de raios-X da amostragem de rejeito willemítico .....	40
Figura 25 - Análise térmica (termodiferencial em linha tracejada, e termogravimétrica em linha cheia), com indicação dos picos endotérmicos e perdas de massa .....	42
Figura 26 - Curvas de ATG e ATD da amostra de hidroxiapatita .....	43
Figura 27 - Depósito de rejeito magnético.....	44
Figura 28 - Secagem em estufa e pesagem as amostras .....	45
Figura 29 - Homogeneização em pilha cônica.....	46
Figura 30 - Pilha alongada final e quarteamento da pilha alongada.....	47
Figura 31 - Quarteamento em bancada e pesagem das alíquotas.....	48
Figura 32 - Fluxograma de preparação de amostras.....	49
Figura 33 - Pesagens nos testes de picnometria.....	50
Figura 34 – Peneirador suspenso.....	52
Figura 35 - Fluxograma das etapas de separação magnética.....	54
Figura 36 – Analisador mineral TESCAN – TIMA.....	56
Figura 37 - Curva granulométrica do ensaio de peneiramento.....	59

Figura 38 - Imagem de elétrons retroespalhados, obtida no MEV (100x) .....	62
Figura 39 - Imagem com dispersão de energia (EDS), obtida no MEV (100x).....	63
Figura 40 - Imagem de elétrons retroespalhados, obtida no MEV (250x) .....	64
Figura 41 - Espectro obtido com a análise em MEV.....	64
Figura 42 - Mapa de fases da amostra global utilizada na MQE .....	65
Figura 43 - Imagem de elétrons retroespalhados, obtido no MQE .....	66
Figura 44 - Quantificação das fases minerais identificadas.....	67
Figura 45 - Mapa de fases minerais .....	68
Figura 46 - Distribuição de tamanho da hematita/magnetita, apatita e amostra global .....	69
Figura 47 - Percentual retido simples da amostra global.....	69
Figura 48 - Distribuição de hematita/magnetita associada a outros minerais.....	70
Figura 49 - Distribuição da hematita/magnetita e apatita por grau de liberação .....	71
Figura 50 - Difratoograma de raios X da amostra de rejeito magnético .....	72
Figura 51 - Curvas de análise termogravimétrica e termodiferencial.....	73

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Minerais presentes na rocha fosfática .....	5
Tabela 2 - Escalas granulométricas .....	21
Tabela 3 - Distribuição granulométrica de uma amostra de caulim, utilizando peneiras Tyler .....	24
Tabela 4 - Composição da amostra obtida por EDS na microrregião analisada. ....	30
Tabela 5 - Composição mineralógica das amostras globais por MQE .....	33
Tabela 6 - Composição mineralógica da amostra de rejeito willemítico .....	40
Tabela 7 - Peneiras utilizadas na caracterização granulométrica.....	51
Tabela 8 - Resultados de densidade do rejeito magnético .....	58
Tabela 9 - Análise granulométrica do primeiro peneiramento .....	59
Tabela 10 - Resultados de análise química da alimentação e produtos da separação magnética .....	60
Tabela 11 - Recuperação mássica, metalúrgica e relação de enriquecimento.....	61
Tabela 12 - Elementos químicos e minerais identificados .....	66

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIÇÕES

ATD	Análise termodiferencial
ATG	Análise termogravimétrica
BSE	<i>Backscattered electrons</i>
CEFET	Centro Federal de Educação Tecnológica
DEMET	Departamento de Engenharia Metalúrgica
DRX	Difratometria de raios X
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
EMUFOP	Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto
FRX	Espectroscopia por Fluorescência de raios X
ICDD	<i>International Center for Diffraction Data</i>
ISO	<i>International Standard Opening</i>
MLA	<i>Mineral Liberation Analyzer</i>
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MQE	Mineralogia Quantitativa Eletrônica
PUC	Pontifícia Universidade Católica
QEMSCAN	<i>Quantitative Evaluation Minerals By Scanning Microscope</i>
REDEMAT	Rede Temática em Engenharia de Materiais
REN	Relação de enriquecimento
RMAS	Recuperação mássica
RMET	Recuperação metalúrgica
TIMA	<i>Tescan Integrated Mineral Analyzer</i>
UFOP	Universidade Federal de Ouro Preto

## LISTA DE SÍMBOLOS

A	Área da seção transversal da peneira
$a_0$	Abertura da peneira de referência
$a_y$	Abertura da peneira em análise
d	Distância interplanar
$d_i$	Tamanho da abertura da malha da peneira em análise
$d_s$	Tamanho da abertura da malha da peneira superior à de análise
$d_{95}$	Tamanho de partícula abaixo da qual encontra 95% da massa da amostra
$D_{50}$	Tamanho de partícula abaixo da qual encontra 50% da massa da amostra
$E_a$	Erro total de amostragem
$E_{ap}$	Erro de amostragem propriamente dita
$E_p$	Erro de preparação da amostra primária
$M_{máxi}$	Massa máxima retida na peneira, de Gaudin
$M_i$	Massa retida na peneira i
$M_t$	Massa total do ensaio de peneiramento
n	Número de camadas de material na peneira
r	Razão da escala de peneiramento
y	Ordem da peneira em análise
#	Mesh
$\lambda$	Comprimento de onda
$\Theta$	Ângulo de reflexão
$\rho$	Densidade
$\rho_s$	Densidade do sólido

## RESUMO

Na região do Alto Paranaíba, em Minas Gerais, mineradoras obtêm o concentrado fosfático, matéria-prima principal na produção de fertilizantes fosfatados, a partir do beneficiamento da rocha fosfática. Entre as etapas de beneficiamento, tem-se a separação magnética, que visa a extração de minerais contaminantes da rocha fosfática. Este conjunto de minerais é chamado de rejeito magnético, representa 15% da massa da rocha fosfática e é condicionado em depósitos. Estima-se que há nos depósitos, aproximadamente, 57 milhões de toneladas deste material. Este trabalho teve como objetivo caracterizar o rejeito magnético de modo a conhecer suas propriedades físicas, químicas e mineralógicas. A densidade foi obtida através de picnometria, e a análise granulométrica realizada a partir de ensaios de peneiramento. Também foram realizados ensaios de separação magnética com três frações retidas no peneiramento (1200, 300 e 150  $\mu\text{m}$ ). A análise mineralógica foi realizada com o uso de microscopia eletrônica de varredura, microscopia quantitativa eletrônica e difração de raios X. Através da microscopia quantitativa eletrônica também foi possível analisar a distribuição de tamanho, associações e o grau de liberação dos minerais identificados. O comportamento da massa mediante a variação de temperatura, foi analisado mediante ensaios termogravimétricos e termodiferenciais. Mediante os resultados obtidos, o rejeito apresentou densidade média de 4,67  $\text{g/cm}^3$ , tamanho máximo de partícula ( $d_{95}$ ) de 1,23 mm e tamanho mediano ( $d_{50}$ ) de 0,288 mm. Os resultados da separação magnética mostraram recuperações de óxido de ferro acima de 90% nas três faixas de retenção no peneiramento, com maior razão de enriquecimento no concentrado da fração mais fina, de 150  $\mu\text{m}$ . Também foi observado teores de  $\text{P}_2\text{O}_5$  no rejeito acima de 5%, indicando maior potencial de reaproveitamento nas faixas de 300 e 150  $\mu\text{m}$ . As análises das imagens de elétrons retroespalhados do MEV-EDS e do MQE indicaram predominância dos minerais magnetita e hematita, bem como outros minerais como ilmenita, rutilo, goethita, apatita, perovskita, quartzo, calcita, entre outros. Segundo análise ao MQE a fase hematita/magnetita encontra-se suficientemente liberada, com 82% do seu volume apresentando grau de liberação acima de 85%. Os resultados da difração de raios X condizem com os da MQE. Ensaios ATG e ATD até 800°C indicam dessorção de água da superfície das partículas, desidroxilação da goethita e descarbonatação da calcita.

Palavras-chaves: Rejeito magnético. Peneiramento. Separação magnética. Microscopia. Análise térmica.

## ABSTRACT

Mining companies from Alto Paranaíba, Minas Gerais, obtain phosphate concentrate, the main material for the production of phosphate fertilizers, from the processing of phosphate rock. Among the processing steps, there is the magnetic separation that is performed for extracts contaminating minerals from phosphate rock. The containing minerals are called magnetic tailings and represents about 15% wt of phosphate rock and are conditioned in deposits. It is estimated that there are approximately 57 million tons of this material in the deposits. Therefore, this work is to characterize the magnetic tailings to know its physical, chemical and mineralogical properties. We have obtained the density through pycnometry, and granulometric analysis was carried out from screening tests. Magnetic separation tests were also carried out with three fractions retained in the screening (1200, 300, and 150  $\mu\text{m}$ ). Scanning electron microscopy, quantitative electron microscopy, and X-ray diffraction were employed for mineralogical analysis. Through quantitative electron microscopy, it was also possible to analyze the size distribution, associations, and the liberation analysis of the minerals. The behavior of the mass through the temperature variation was analyzed using thermogravimetric (coloca a sigla aqui, em ingles) and thermo-differential tests (coloca a sigla aqui em ingles) . Based on the obtained results, the tailings showed an average density of 4.67 g /  $\text{cm}^3$ . The results of the magnetic separation showed recoveries of iron oxide above 90% in the three retention bands in the screening, with a higher enrichment ratio in the concentrate of the finest fraction, 150  $\mu\text{m}$ . Also, we observed  $\text{P}_2\text{O}_5$  contents in the tailings above 5% that indicates a greater potential for reuse in the ranges of 300 and 150  $\mu\text{m}$ . The scattered electron images of the SEM and the QEM indicated a predominance of the minerals magnetite and hematite, as well as other minerals such as ilmenite, rutile, goethite, apatite, perovskite, quartz, calcite, among others. According to QEM analysis, the hematite/magnetite phase is sufficiently liberated, with 82% of its volume showing a degree of liberation above 85%. The results of X-ray diffraction are consistent with those of the QEM. ATG and ATD (é a sigla em inglês, se não for, muda), performed until 800 °C, indicate water desorption from particles surface, dehydroxylation of the goethite and decarbonization of the calcite.

Keywords: Magnetic tailings. Screening. Magnetic separation. Microscopy. Thermal analysis.

# 1. INTRODUÇÃO

As mineradoras, localizadas na região do Alto Paranaíba do estado de Minas Gerais, lavram o minério fosfático com o objetivo de gerar matéria prima para a produção de fertilizantes. O minério fosfático da região possui uma mineralogia complexa, incluindo os minerais úteis como a apatita, que contém o pentóxido de fósforo ( $P_2O_5$ ), e os minerais não úteis (chamados de ganga), como a magnetita ( $Fe_3O_4$ ), hematita ( $Fe_2O_3$ ), ilmenita ( $TiO_2$ ), micas de composições variadas (vermiculitas, biotitas e flogopitas), entre outros (REIS, 2010). Os minerais de ganga, compostos principalmente por óxidos de ferro e titânio, são considerados contaminantes do concentrado fosfático. Por essa razão, uma vez lavrado, com o teor em torno de 8% de  $P_2O_5$ , o minério é beneficiado a úmido em diversas etapas, tais como britagem, peneiramento, moagem, separação magnética, classificação com hidrociclones, flotação e espessamento.

Os produtos do beneficiamento são o concentrado fosfático, que representa aproximadamente 15% da massa do minério, e os 85% restantes são as perdas no processo, chamadas de rejeitos, que são destinados aos depósitos e às barragens de rejeitos. Essas perdas são divididas em, aproximadamente, 15% de rejeito magnético, 30% de lamas naturais e 40% de rejeito de flotação. O rejeito magnético é condicionado em depósitos enquanto que as lamas naturais e rejeitos de flotação são armazenados em barragens de rejeitos.

Para que a especificação química do concentrado fosfático ( $P_2O_5 > 35\%$  e  $Fe_2O_3 < 3,5\%$ ) seja atingida, é fundamental que os minerais de óxidos de ferro sejam separados do minério durante o beneficiamento. Portanto, os minerais que compõem o rejeito magnético, principalmente a magnetita e a hematita, são extraídas a partir da etapa de separação magnética de baixa intensidade. Antes do minério passar por esta etapa, o mesmo tem sua granulometria reduzida na etapa de moagem, com o objetivo de liberar as partículas de apatita que seguem no processo e as partículas minerais que apresentam média e alta susceptibilidade magnética. O produto magnético, chamado de rejeito magnético, segue para o depósito, e o produto não magnético alimenta uma etapa de classificação com



hidrociclones. O produto da classificação, chamado de *overflow*, segue para o processo de deslamagem enquanto o produto *underflow* retorna ao moinho de bolas como carga circulante. A Figura 1 apresenta um fluxograma simplificado das etapas de moagem e separação magnética utilizado nas mineradoras da região. Já a Figura 2 mostra a disposição do rejeito magnético em depósitos.

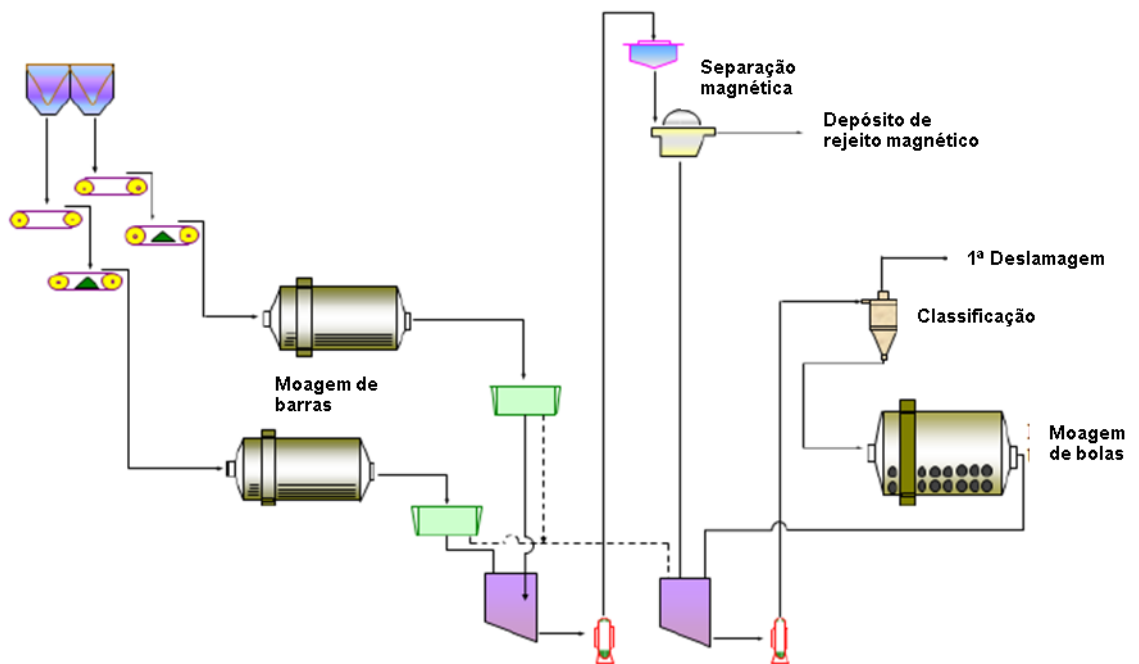


Figura 1 - Fluxograma simplificado do beneficiamento de rocha fosfática

Fonte: Silva (2016)



Figura 2 - Depósitos de rejeito magnético

Fonte: Silva (2016)

## 2. JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS

Considerando que as mineradoras do Alto do Paranaíba estão funcionando há mais de 40 anos, estima-se que os depósitos de rejeito magnético possuam, aproximadamente, 57 milhões de toneladas. Atualmente, o rejeito magnético tem sido utilizado para recobrimento de vias de acesso não pavimentadas.

O que se sabe deste material é que ele acumula-se no fundo das caixas de bombas de polpa da usina de beneficiamento e nas paredes internas da tubulação do mineroduto, servindo de proteção ao desgaste. Conseqüentemente, reduz a frequência de troca destes componentes em paradas de manutenção anuais.

Considerando o exposto acima, o objetivo geral deste trabalho consiste em estudar o rejeito magnético, obtido a partir do beneficiamento de rocha fosfática, através da caracterização física, química e mineralógica. Tem-se como objetivos específicos:

- Pesquisar na literatura as diferentes técnicas de caracterização de minérios;
- Preparar amostras representativas de rejeito magnético para os testes;
- Avaliar as propriedades físicas (densidade e granulometria) do rejeito magnético;
- Determinar a recuperação mássica e metalúrgica de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , bem como a razão de enriquecimento de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{P}_2\text{O}_5$ , mediante a aplicação de um campo magnético à amostra de rejeito magnético;
- Identificar e quantificar os minerais. Avaliar a distribuição de tamanho dos minerais bem como a associação entre os mesmos e o grau de liberação; e
- Conhecer o comportamento da massa mediante à variação de temperatura.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Mineração de rocha fosfática na região do Alto Paranaíba

As mineradoras de rocha fosfática, localizadas na região do Alto Paranaíba, em Minas Gerais, possuem atividades de lavra a céu aberto e beneficiamento, com o objetivo de gerar o concentrado fosfático, a partir da rocha fosfática, para a produção de fertilizantes. O aumento da demanda por fertilizantes se deve à necessidade da oferta de alimentos visto ao aumento exponencial da população mundial. A Figura 3 mostra a visão aérea de uma das mineradoras da região do Alto Paranaíba.



**Figura 3 - Mineradora da região do Alto Paranaíba**

**Fonte: Reis (2010)**

O concentrado fosfático é produzido com a especificação de teor de 35,0% de  $P_2O_5$  para abastecer as indústrias químicas para a posterior produção de ácido fosfórico (HASUI e CORDANI, 1968). Os depósitos minerais são chaminés ultramáficas alcalinas e foram formados a partir do evento magmático relacionado à abertura do Oceano Atlântico que afetou a plataforma brasileira do fim do Jurássico ao Terciário Inferior e que teve início com os derrames basálticos da bacia do Paraná, e encontra-se encaixada em rochas Pré-cambrianas do Grupo Canastra. Estudos geocronológicos colocaram a intrusão geológica no Cretáceo superior, sendo que a datação realizada pelo método K/Ar aplicado às flogopitas existente na rocha ultramáfica mostrou uma idade de 70 milhões de anos para a intrusão (HASUI e CORDANI, 1968).

### 3.1.1. Geologia e mineralização

Os minérios de fosfato, titânio e nióbio foram concentrados através de processos supergênicos, que deram origem ao espesso manto laterítico que cobre a chaminé. Nestes processos, os mecanismos de subtração predominam e por meio deles há a lixiviação dos elementos mais móveis, tendo como resultado uma acumulação residual relativa dos menos móveis (REIS, 2010).

O minério de fosfato ocorre sob a forma de uma camada ou nível sobre a rocha matriz, acompanhando também a topografia atual; encontra-se sempre abaixo ao titânio, sendo o contato entre ambos geralmente caracterizados por uma faixa de mistura entre ambos (Zona de Transição Titânio/Fosfato) (REIS, 2010).

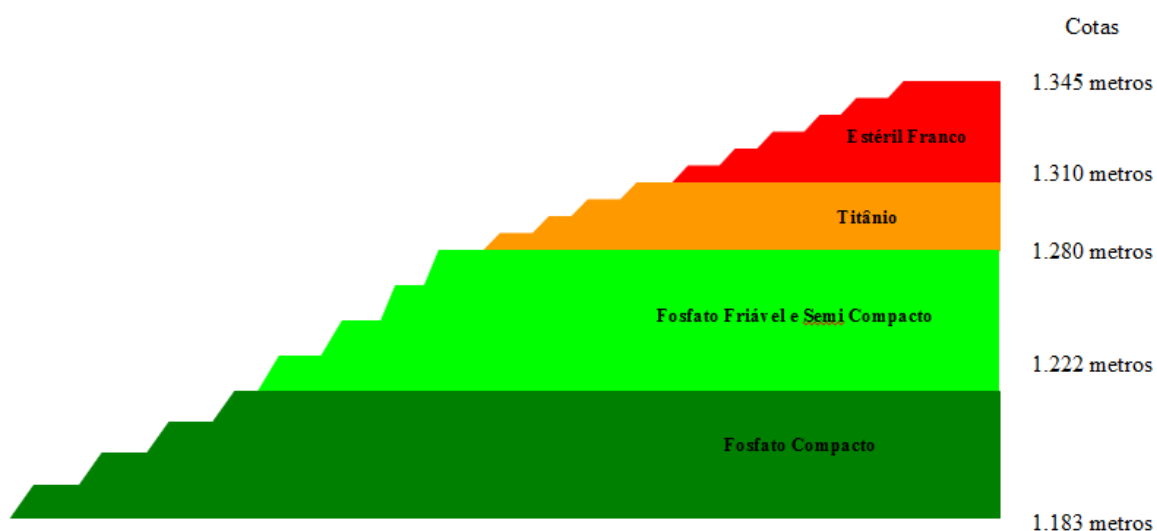
A apatita ocorre como mineral primário na rocha matriz, formando bolsões ou níveis de enriquecimento concordante com a rocha encaixante, ou disseminada como acessórios (contendo entre 5% a 10% em volume) (REIS, 2010). Na Tabela 1 têm-se os principais minerais presentes na rocha fosfática do Alto Paranaíba.

**Tabela 1 - Minerais presentes na rocha fosfática**

<b>Mineral</b>	<b>Fórmula Química</b>
Apatita	$\text{Ca}_5(\text{F, Cl, OH})(\text{PO}_4)_3$
Anatásio	$\text{TiO}_2$
Calcita	$\text{CaCO}_3$
Dolomita	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$
Perovskita	$\text{CaTiO}_3$
Schorlomita	$\text{Ca}_3(\text{Al, Fe, Ti})_2((\text{Si, Ti})\text{O}_4)_3$
Vermiculita	$(\text{Mg, Fe})_3((\text{Si, Al})_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Flogopita	$\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$
Biotita	$\text{K}(\text{Mg, Fe})_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$
Piroxênio	$\text{Mg, Fe, Ca}(\text{SiO}_3)$
Quartzo	$\text{SiO}_2$
Goethita	$\text{HFeO}_2$
Magnetita	$\text{Fe}_3\text{O}_4$
Hematita	$\text{Fe}_2\text{O}_3$
Diopsídio	$\text{CaMg}(\text{Si}_2\text{O}_6)$

**Fonte: Reis (2010)**

Em função de características mineralógicas, químicas e petrográficas verificadas nos estudos realizados na pesquisa mineral, o manto de intemperismo da rocha fosfática de uma das mineradoras, foi subdividido em cinco zonas, conforme é mostrado na Figura 4.



**Figura 4 - Zonas de estéril e mineralizadas**

**Fonte: Reis (2010)**

A zona de estéril contém todo o material com teores abaixo de 5% de  $P_2O_5$  solúvel e menor que 10% de  $TiO_2$ . Este material possui características físicas bastante especiais: solo de coloração amarelo-avermelhado de consistência acentuadamente argilosa, coerente e de aspecto granular. A olho nu distinguem pequenos fragmentos de rocha silicificada, nódulos milimétricos de limonita e raríssimas palhetas de vermiculita (REIS, 2010).

Na zona mineralizada de titânio foi classificado todo material contendo mais que 10% de  $TiO_2$  e menos que 5% de  $P_2O_5$  solúvel. Tal material normalmente ocorre imediatamente abaixo da zona de estéril, notadamente entre as cotas 1300 e 1275 metros. A principal distinção entre esta zona e a precedente, é a diminuição em frequência dos componentes argilosos, e o conteúdo de  $TiO_2$  aumenta consideravelmente, sendo superior a 10%, a maior parte dele estando relacionado a anatásio e ou leucoxênio (REIS, 2010).

Já na zona mineralizada de fosfato, o intemperismo é menor que nas partes superiores, sendo um fato marcante a passagem das zonas de titânio, para uma

zona de mineralização essencialmente de apatita. Nesta zona tem-se  $\text{TiO}_2$  menor que 10% e  $\text{P}_2\text{O}_5$  solúvel maior que 5%, aparecendo geralmente nas cotas inferiores a 1250 metros, até atingir a rocha fresca em profundidade. Há uma tendência em se encontrar maiores teores de  $\text{P}_2\text{O}_5$  e  $\text{TiO}_2$  nos níveis mais elevados, passando a existir predominância de perovskita e outros minerais de titânio sobre a ilmenita; a magnetita firma-se como o mineral de ferro mais comum e entre os silicatos são observados, serpentina, vermiculita, flogopita, piroxênios, olivinas, sendo a mais frequente a flogopita. O teor de  $\text{CaO}$  acompanha o de  $\text{P}_2\text{O}_5$ , estando relacionado também ao percentual de perovskita e calcita, que aumentam em profundidade (REIS, 2010).

Em termos físicos as porções superiores desta zona, que apresentam maior grau de alteração, possuem aspecto friável, sendo que com o aumento de profundidade (e a conseqüente diminuição no grau de alteração nas rochas), aparecem termos de aspecto semi-compacto e compacto, respectivamente. Estes litotipos apresentam também diferenças quanto à química e condição de beneficiamento (REIS, 2010).

### **3.1.2. Beneficiamento de rocha fosfática**

Nas reservas minerais, antigamente, recuperava-se apenas a rocha fosfática grossa, com elevado teor de fosfato tricálcio e desprezavam-se os finos, abaixo de 74 micrômetros. Ao passar dos anos e a evolução dos processos, desenvolveram-se técnicas capazes de elevar o teor de fosfato tricálcio nos finos. Uma das técnicas mais importantes e que mais elevam esse teor é o processo de flotação, podendo chegar a um teor de 40%. Esse processo é conhecido como beneficiamento e trata-se de operações de concentração de grande alcance e importância, pois as reservas, não só de rochas fosfática, mas também de outros minerais, são facilmente exploradas levando ao seu esgotamento. O beneficiamento proporciona um produto de maior qualidade, possibilita a recuperação e a utilização de maiores quantidades de material de baixo custo.

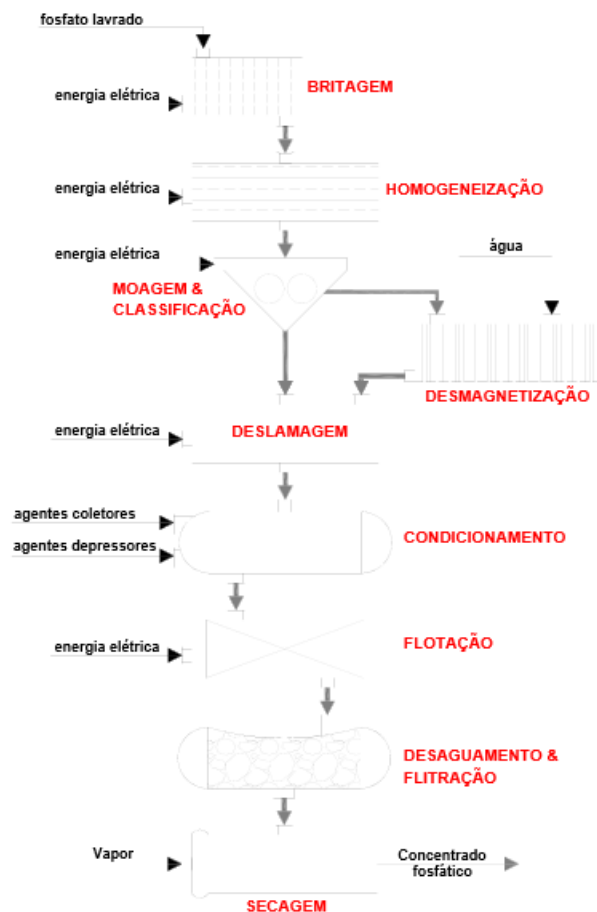
O minério lavrado é descarregado em uma moega, onde a partir daí iniciam as operações de beneficiamento. Primeiramente, a rocha é fragmentada em um

britador e classificada em um diâmetro compatível com o resto do circuito produtivo. Antes de o material seguir o circuito, deve passar por uma etapa de homogeneização. Tal necessidade é proveniente da relativa variabilidade da composição mineralógica da rocha fosfatada.

Após as etapas de britagem e homogeneização, o material segue para as operações de moagem, desmagnetização, deslamagem, condicionamento, flotação, desaguoamento, filtração e secagem. Cekinski (1990) mostra a sequência típica das operações de beneficiamento, bem como os fluxos de entrada de cada etapa do circuito conforme apresentado na Figura 5.

A moagem da rocha é realizada a úmido, normalmente em moinhos de barras. Nesta etapa a granulometria do material é definida pelo grau de moabilidade, que estabelece o percentual de separação entre os grãos de apatita e os dos demais componentes da rocha fosfática. Silva (1998) *apud* Kulay (2004) adverte que a definição do grau de moabilidade está intimamente relacionada ao consumo de energia despendido durante a moagem. Deve ser ressaltado ainda que a determinação deste parâmetro está diretamente ligada às características físico-química da rocha fosfática.

Após a etapa de moagem/classificação, o material segue para a etapa de separação magnética, na qual os minerais de magnetita presente na rocha estudada são e direcionados para o depósito de rejeitos magnéticos.



**Figura 5 - Fluxograma do processo de beneficiamento de rocha fosfática em rota úmida**  
**Fonte: Cekinski (1990)**

De acordo com Cekinski (1990), a desmagnetização inicia-se pelo transporte do material moído por esteiras rolantes até um tanque de armazenamento, no qual será adicionada água suficiente para formar uma suspensão. A desmagnetização é realizada a úmido, colocando-se a suspensão minério-água em contato com um cilindro imantado que, valendo-se das propriedades magnéticas da magnetita, separa esse mineral dos demais constituintes da rocha. Segue-se à desmagnetização a operação de deslamagem na qual se processa a separação de partículas de tamanho reduzido, geralmente com diâmetro aparente inferior a 20 µm, pela passagem da suspensão minério-água por hidrociclones, e direcionados à barragem de lamas.

O estágio seguinte, a flotação, tem por objetivo separar a apatita dos demais minerais acessórios ainda presentes na rocha fosfática, dentre os quais, irá merecer especial destaque a calcita. Para realizar a referida separação, faz-se necessário o condicionamento prévio do meio no qual os minerais encontram-se em suspensão.



Leal (1991) descreve o condicionamento como a adição à suspensão minério-água dos chamados agentes coletores e depressores, os quais por agirem modificando as propriedades superficiais do sistema, garantem que a concentração dos minerais de minério de fósforo ocorra com maior grau de eficiência. Assim, a polpa condicionada é alimentada a baterias de células ou colunas de flotação, nas quais é introduzido ar atmosférico. A fração sobrenadante proveniente da flotação é submetida a uma operação de espessamento, de onde será transferida para um filtro a vácuo. Por outro lado, a calcita, que deixa o sistema pelo fundo do flotador é enviada a um pátio de estocagem para ser eventualmente comercializada.

Finalmente, o material concentrado é encaminhado para etapa de secagem, onde um secador rotativo deixa o produto com a umidade ideal, entre 10 e 12%. Ao término do processo de beneficiamento é obtido o concentrado fosfático, cujo teor de  $P_2O_5$  varia entre 32 e 36%.

### 3.1.3. Rejeito magnético obtido a partir do beneficiamento da rocha fosfática

O rejeito magnético, das mineradoras de rocha fosfática da região do Alto Paranaíba, é obtido através da etapa de separação magnética via úmida, conforme rota de processo descrita no fluxograma da Figura 1. Segundo Silva *et al.* (2015), o separador magnético utilizado é o do tipo tambor, modelo Wet-Drum, com intensidade de 900 Gauss, da empresa Inbras Eriez. A Figura 6 ilustra o equipamento.

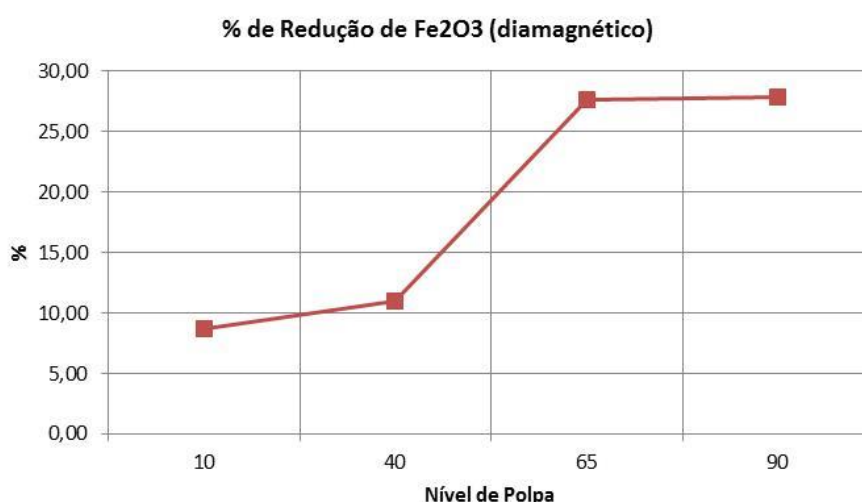


**Figura 6 – Separador magnético Wet-Drum**

**Fonte: Silva *et al.* (2015)**

O equipamento consiste em um corpo metálico, chamado de bacia, o qual recebe a polpa de minério fosfático a passar pela separação magnética. A bacia possui duas saídas, sendo uma para o rejeito magnético e outra para a fração não magnética. A outra parte crucial do equipamento é o tambor magnético que possui ímãs permanentes em seu interior, sendo revestido externamente por uma camada inoxidável. Para que a separação magnética ocorra com eficiência, ou seja, com baixo percentual de óxidos de ferro na fração não magnética, é necessário que as duas variáveis operacionais sejam controladas com precisão, que são a concentração de sólidos e o nível de polpa no interior da bacia. Nas empresas de minério fosfático, a concentração de sólidos deve estar entre 30 e 35% (SILVA *et al.*, 2015).

Silva *et al.* (2015) fez um estudo para avaliar o percentual de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na fração não magnética (ou diamagnética), mediante a aplicação de diferentes níveis de polpa, de 10, 40, 65 e 90%. Os autores concluíram neste estudo que, somente para os níveis de polpa de 65 e 90% há significativa redução do percentual de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na fração diamagnética, na ordem de 27,5%, conforme ilustrado na Figura 7. Porém, como a mineralogia e o grau de liberação dos minerais ainda são desconhecidos, esta etapa pode ser otimizada mediante um estudo específico.



**Figura 7 - Percentual de redução de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  na fração diamagnética**

**Fonte: Silva *et al.* (2015)**

## 3.2. Amostragem e preparação de amostras

Segundo Góes *et al.* (2010), o processo de amostragem consiste na retirada de quantidades moduladas de material (incrementos) de um todo que se deseja amostrar, para a composição da amostra primária ou global, de tal forma que esta seja representativa do todo amostrado. Em seguida, a amostra primária é submetida a uma série de etapas de preparação que envolvem operações de cominuição, homogeneização e quarteamento, até a obtenção da amostra final, com massa e granulometria adequadas para a realização de ensaios (químicos, físicos, mineralógicos, etc). Cabe ressaltar que a representatividade referida é válida para as características de interesse (densidade, teor, umidade, distribuição granulométrica, constituintes minerais, etc) definidas *a priori*. E, ainda, que todos os cuidados devem ser tomados para que essa representatividade não se perca, quando da preparação da amostra primária.

Amostragem é, portanto, um processo de seleção e inferência, uma vez que a partir do conhecimento de uma parte, procura-se tirar conclusões sobre o todo. A diferença entre o valor de uma dada característica de interesse no lote e a estimativa desta característica na amostra é chamada erro de amostragem.

### 3.2.1. Erros de amostragem

De acordo com Góes *et al.* (2010), o erro total de amostragem ( $E_a$ ) é o somatório do erro de amostragem propriamente dita ( $E_{ap}$ ) e do erro de preparação da amostra primária ( $E_p$ ), para obtenção da amostra final. A Equação 1 apresenta o cálculo do erro total de amostragem.

$$E_a = E_{ap} + E_p \quad [1]$$

O erro de amostragem propriamente dita é o somatório de sete erros independentes, resultantes do processo de seleção da amostra primária, e

provenientes, principalmente, da variabilidade do material que está sendo amostrado. A Equação 2 mostra o cálculo do erro de amostragem propriamente dita.

$$E_{ap} = E_{a1} + E_{a2} + E_{a3} + E_{a4} + E_{a5} + E_{a6} + E_{a7} \quad [2]$$

Onde:

$E_{a1}$  = erro de ponderação, resultante da não uniformidade da densidade ou da vazão do material;

$E_{a2}$  = erro de integração - termo regional, resultante da heterogeneidade de distribuição das partículas, a longo prazo, no material;

$E_{a3}$  = erro de periodicidade, resultante de eventuais variações periódicas da característica de interesse no material;

$E_{a4}$  = erro fundamental, resultante da heterogeneidade de constituição do material. Depende fundamentalmente da massa da amostra e, em menor instância, do material amostrado. É o erro que se comete quando a amostragem é realizada em condições ideais;

$E_{a5}$  = erro de segregação, resultante da heterogeneidade de distribuição localizada do material;

$E_{a6}$  = erro de delimitação, resultante da eventual configuração incorreta da delimitação da dimensão dos incrementos; e

$E_{a7}$  = erro de extração, resultante da operação de tomada dos incrementos.

Já o erro de preparação é o somatório de cinco erros independentes, provenientes das operações de redução de granulometria, homogeneização e quarteamento a que a amostra primária é submetida (GÓES *et al.*, 2010). Na Equação 3 tem-se o cálculo do erro de preparação.

$$E_p = E_{p1} + E_{p2} + E_{p3} + E_{p4} + E_{p5} \quad [3]$$

Onde:

$E_{p1}$  = perda de partículas pertencentes à amostra;

$E_{p2}$  = contaminação da amostra por material estranho;

$E_{p3}$  = alteração não intencional da característica de interesse a ser medida na amostra final;

$E_{p4}$  = erros não intencionais do operador (como a mistura de subamostras provenientes de diferentes amostras); e

$E_{p5}$  = alteração intencional da característica de interesse a ser medida na amostra final.

Os erros  $E_{a1}$ ,  $E_{a2}$ ,  $E_{a3}$ ,  $E_{a4}$  e  $E_{a5}$  podem ser definidos quantitativamente, enquanto os erros  $E_{a6}$ ,  $E_{a7}$  e  $E_p$  não podem ser estimados experimentalmente. Todavia, é possível minimizá-los e, em alguns casos, eliminá-los, evitando assim os erros sistemáticos indesejáveis.

O erro fundamental é o único erro que não pode ser evitado, pois teoricamente a massa ideal da amostra seria aquela que englobasse todo o seu universo. Para que se possa trabalhar com uma amostra de massa menor, normalmente é necessário diminuir a sua granulometria. De uma maneira geral, a redução da granulometria pode ser realizada como segue:

- (i) até cerca de 50,8mm, utilizam-se britadores de mandíbulas;
- (ii) de 50,8mm até 1,2mm, britadores cônicos ou de rolos; e
- (iii) abaixo de 1,2mm, moinho de barras ou bolas, moinho de discos, pulverizadores ou trituradores manuais (gral).

O erro de segregação é observado principalmente em silos e pilhas, onde as partículas maiores e/ou mais densas tendem a estratificar-se. Esse erro é minimizado através da homogeneização do material a ser amostrado e da diminuição da dimensão dos incrementos e conseqüente aumento do número de incrementos que compõem a amostra. A amostragem em usinas de beneficiamento piloto e/ou industrial é feita a partir da tomada de incrementos e está sujeita a todos os tipos de erros já apresentados (item "Do Erro Total de Amostragem"). Quanto maior o número de incrementos, menor o erro total cometido. O número mínimo de incrementos está relacionado à massa mínima necessária para formar a amostra primária (GÓES *et al.*, 2010).

### 3.2.2. Homogeneização e quarteamento de amostras

Segundo Góes *et al.* (2010), todas as etapas de preparação, devem ser feitas observando-se técnicas de homogeneização e quarteamento. Para isso, utilizam-se pilhas e/ou equipamentos auxiliares. As pilhas mais empregadas são as dos tipos cônica e alongada (tronco de pirâmide).

Na própria preparação de uma pilha cônica, obtém-se uma boa homogeneização do material. A seguir, divide-se a mesma em quatro setores iguais (A). O quarteamento é feito formando-se duas novas pilhas (B). Caso seja necessário dividir ainda mais a amostra, toma-se uma destas pilhas e repete-se a operação. Todo este processo é ilustrado na Figura 8, a seguir.

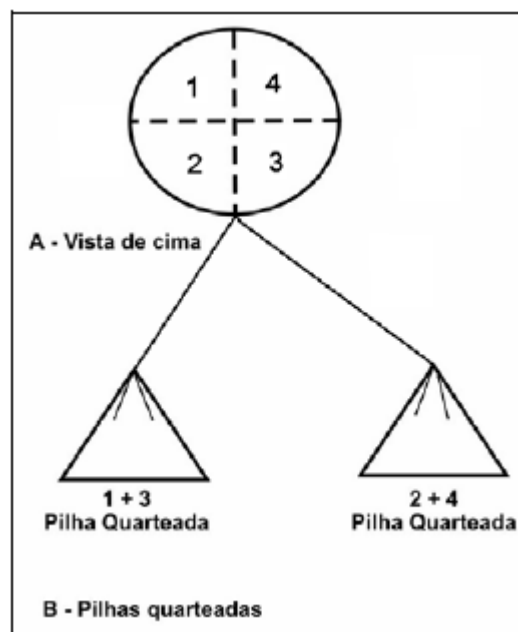


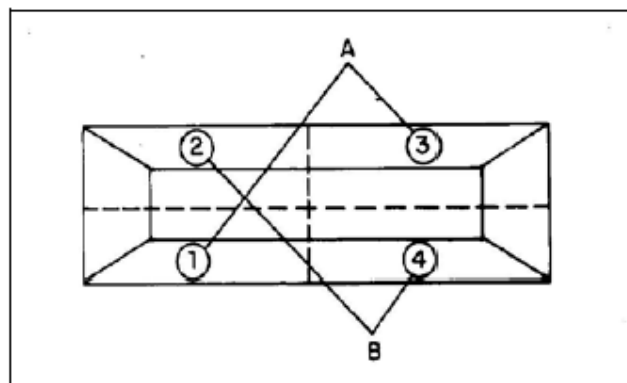
Figura 8 - Homogeneização e quarteamento em pilha cônica

Fonte: Góes *et al.* (2010)

Ainda segundo Góes *et al.* (2010), a pilha alongada, por sua vez, é a mais indicada tanto em laboratório, como para grandes quantidades de minério. A preparação desse tipo de pilha é feita dividindo-se o lote inicial em quatro regiões aproximadamente iguais. Em seguida, atribui-se a uma pessoa ou grupo de pessoas (A) a responsabilidade da retirada do minério, alternadamente, de quartos opostos (1 e 3); outra pessoa ou grupo de pessoas (B) são responsáveis pelos outros quartos

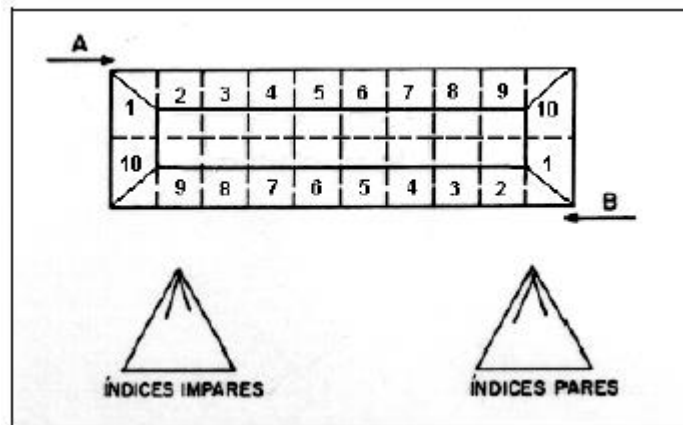
(2 e 4), conforme mostrado na Figura 9. Forma-se a seguir uma pilha com a forma de tronco de pirâmide, conforme apresentado na Figura 10, com uma das pessoas ou grupo (A) colocando sucessivas porções por pá ou equipamento adequado, num dado sentido; e a (o) outra (o), (B) no sentido oposto.

Deve-se ter o cuidado para que a quantidade de minério tomado do lote inicial seja suficiente para descarregar ao longo de toda a pilha, a velocidade constante. O material constituinte das extremidades (partes 1 e 10 na Figura 10) deve ser retomado, sendo distribuído novamente ao longo da pilha. Divide-se a pilha ao meio no sentido longitudinal e, posteriormente, em partes iguais em seu sentido transversal. A espessura de cada seção transversal deve estar relacionada com a largura da pá ou instrumento que será utilizado para a remoção do minério (incremento). O quarteamento é feito formando-se duas pilhas cônicas, tomando-se para uma, as porções de índices ímpares e para outra, as de índices pares. Caso seja necessário, repete-se a operação com uma das pilhas cônicas. Para pequenas quantidades de amostras, da ordem de quilogramas, a formação da pilha é realizada distribuindo-se o minério, a velocidade constante (manualmente ou com equipamento adequado), ao longo de toda pilha, num dado sentido e no sentido oposto. O quarteamento é feito seguindo a mesma metodologia descrita anteriormente (GÓES *et al.*, 2010).



**Figura 9 - Lote inicial de minério**

**Fonte: Góes *et al.* (2010)**



**Figura 10 - Pilha alongada**

Fonte: Góes *et al.* (2010)

### 3.3. Técnicas de caracterização mineral

#### 3.3.1. Análise de densidade de sólido através de picnometria

De acordo com Sampaio *et al.* (2007), o método do picnômetro é uma das técnicas mais utilizadas para medir a densidade de sólidos. O picnômetro consiste, basicamente, num balão de vidro com fundo chato, equipado com uma rolha também de vidro, através da qual passa um canal capilar, conforme ilustrado na Figura 11. O volume dos picnômetros varia de 25 a 250 mL ou mais, dependendo da sua aplicação. Os mais usados possuem capacidades entre 25 e 100 mL. A Figura 11 ilustra exemplos de três picnômetros de mesmo volume utilizados para medir densidade de sólidos, em particular, de rocha, minérios ou minerais.





**Figura 11 - Tipos de picnômetros**

**Fonte: Sampaio *et al.* (2007)**

A determinação da densidade de um mineral por meio da técnica do picnômetro exige também uma balança de precisão, com, no mínimo, duas casas decimais (SAMPAIO *et al.*, 2007). Para calcular a densidade de um sólido, é utilizada a Equação 4.

$$\rho_s = \frac{A_2 - A_1}{(A_2 + A_4) - (A_1 + A_3)} \quad [4]$$

Onde:

$\rho_s$  = densidade do sólido;

$A_1$  = massa do picnômetro;

$A_2$  = massa do picnômetro + amostra;

$A_3$  = massa do picnômetro + amostra + água; e

$A_4$  = massa do picnômetro + água.

Sampaio *et al.* (2007) descreveu o procedimento, a seguir, usado na quantificação da densidade de uma rocha, minério ou mineral.

- (i) Pesar o picnômetro vazio, previamente limpo e seco, em estufa, a 100 °C e resfriado em dessecador;
- (ii) Encher o picnômetro com água até transbordar, secar a água que molha a superfície externa do mesmo e, em seguida, pesar o picnômetro com água;

- (iii) A diferença entre os pesos do picnômetro com água e sem água é a massa de água utilizada. Sabendo o volume de água colocada no picnômetro pode-se determinar a densidade da água ou de outro líquido utilizado;
- (iv) Adiciona-se a amostra de minério no picnômetro e, em seguida, pesa-se todo o conjunto, obtendo-se o valor de  $A_2$ . A massa da amostra é determinada pela diferença entre a massa do picnômetro com minério e sem minério (vazio), informação obtida no item (i);
- (v) A massa de água adicionada ao picnômetro com amostra é determinada pela diferença entre a massa do picnômetro com caulim e água ( $A_3$ ) e a massa do picnômetro com amostra de minério ( $A_2$ );
- (vi) O volume de água adicionado é obtido pela relação entre a densidade da água (obtida em iii) e a massa de água adicionada no picnômetro (obtida em v);
- (vii) O volume da amostra de minério é determinado pela diferença entre o volume total do picnômetro e o volume de água adicionada (obtida em vi); e
- (viii) A densidade do minério é obtida pela relação entre a massa e volume de minério (obtidos em iv e vii, respectivamente).

### **3.3.2. Análise granulométrica através de peneiramento**

Entende-se por peneiramento, a separação de um material em duas ou mais classes, estando estas limitadas uma superior e outra inferiormente. No peneiramento a úmido adiciona-se água ao material a ser peneirado com o propósito de facilitar a passagem dos finos através da tela de peneiramento. O material retido na tela da peneira é denominado *oversize* e o passante, *undersize* (CORREIA, 2010).

#### **3.3.2.1. Escalas granulométricas**

Segundo Correia (2010), a determinação das faixas de tamanho das partículas é feita por meio de uma série de aberturas de peneiras que mantém entre

si uma relação constante. A primeira escala granulométrica foi proposta por Rittinger, na Alemanha, e obedece a Equação 5.

$$a_y = a_o r^y \quad [5]$$

Onde:

$a_y$  = abertura de ordem  $y$ ;

$a_o$  = abertura de referência ( $a_o = 1$  mm);

$r$  = razão de escala ( $r = 1,414$ ).

Posteriormente, a U.S. Tyler Company alterou a escala de Rittinger, tomando como abertura de referência 74  $\mu$ m. Esta escala tornou-se de uso geral em todo o mundo. Uma segunda escala foi sugerida por Richards, Estados Unidos, que seguiu a mesma equação de Rittinger, sendo que adotou como razão de escala  $r = 1,19$ . Esta escala foi tomada como padrão pelo Governo Americano (CORREIA, 2010).

As aberturas das peneiras para as duas escalas (Tyler e Richards) foram relacionadas ao número de malhas (*Mesh*) que representa o número de aberturas de uma mesma dimensão contido num comprimento de 25,4 mm (CORREIA, 2010).

A escala ISO (International Standard Opening) adotou como abertura de referência 1 mm, que corresponde a 18 malhas (*mesh*), e como razão de escala  $r = 1,414$ . Na Tabela 2 são apresentadas as escalas Tyler, Richards e ISO e suas associações com o número de malhas (*Mesh*).

**Tabela 2 - Escalas granulométricas**

Escala Tyler $r = \sqrt{2} = 1,414$ $a_0 = 74 \mu\text{m}$		Escala Richards $r = \sqrt[4]{2} = 1,19$ $a_0 = 1,0 \text{ mm} = 18$ malhas			Escala ISO	
Malhas	mm	Malhas	mm	polegadas	Malhas	
3	6,680	3	6,35	0,250	3 ½	
4	4,699	3 ½	5,66	0,223		
6	3,327	4	4,77	0,187		
8	2,362	5	4,00	0,157		
10	1,651	6	3,36	0,132		
14	1,168	7	2,83	0,111		
20	0,833	8	2,38	0,0937		
28	0,589	10	2,00	0,0787		
35	0,417	12	1,68	0,0661		
48	0,295	14	1,41	0,0555		
65	0,208	16	1,19	0,0469		
100	0,147	18	1,00	0,0394		18 (Base)
150	0,104	20	0,841	0,0331		25
200 (Base)	0,074	25	0,707	0,0278		35
270	0,053	30	0,595	0,0234		45
400	0,038	35	0,500	0,0197		60
		40	0,420	0,0165	80	
		45	0,354	0,0139	120	
		50	0,297	0,0117	170	
		60	0,250	0,0098	230	
		70	0,210	0,0083	325	
		80	0,177	0,0070		
		100	0,149	0,0059		
		120	0,125	0,0049		
		140	0,105	0,0041		
		170	0,088	0,0035		
		200	0,074	0,0029		
		230	0,063	0,0025		
		270	0,053	0,0021		
		325	0,044	0,0017		
		400	0,037	0,0015		

Fonte: Correia (2010)

### 3.3.2.2. Ensaios de peneiramento

De acordo com Sampaio *et al.* (2007), nos ensaios de análise granulométrica por peneiramento, devem ser considerados o peso da amostra utilizada, o tempo e a precisão do ensaio, além da forma como será conduzido o ensaio: a seco, a úmido ou a forma combinada úmido/seco. Na determinação do peso da amostra, deve ser considerado o tipo de amostra, o teor do mineral minério, a granulometria do material, entre outros. Com relação aos minérios com granulometria grossa, isto é, abaixo de 50 mm, em muitos casos, são tomadas amostras de 10,0 kg ou mais. Nos casos dos minérios finamente moídos, a quantidade de amostra varia no intervalo de

200 a 600 g. Em todas as situações, o tamanho das amostras depende da finalidade da análise granulométrica, isto é, das análises subsequentes com as frações resultantes do ensaio granulométrico, entre outros. Não se deve utilizar quantidade excessiva da amostra sobre a peneira. Neste caso, muitas partículas finas ficarão inclusas nas grossas, sem a chance de se exporem à abertura da peneira. Entende-se que a amostra deve ser bastante para que cada fração retida seja representativa e sua quantidade seja suficiente para as análises subsequentes. O uso da metodologia adequada e boa experiência laboratorial tornam-se instrumentos indispensáveis a uma análise granulométrica confiável, ou seja, com resultados consistentes.

O tempo do ensaio está ligado, entre outros, aos seguintes fatores: natureza e granulometria do minério, precisão e finalidade do ensaio. Minérios com granulometria grossa requerem tempo menor de peneiramento. Ao contrário, para aqueles com granulometrias finas, torna-se essencial a operação com tempos mais longos, para que todas as partículas tenham a chance de se exporem às aberturas de cada peneira. Além disso, para melhorar a eficiência do peneiramento, recomenda-se a realização do ensaio a úmido (SAMPAIO, 2007).

Segundo Sampaio (2007), os ensaios a seco são indicados para minérios com granulometria grossa e quantidades mínimas da fração fina. Porém, em muitos casos, o minério contém uma fração fina, cujas partículas estão aglomeradas em decorrência da tensão superficial resultante da umidade ou da atração eletrostática. Em outras situações, as partículas finas estão aderidas às grossas. Como consequência, num peneiramento a seco, essas partículas são retidas nas peneiras de aberturas maiores ou obstruem as peneiras com aberturas menores, ou seja, peneiras de malhas finas. Portanto, há necessidade da remoção dessa fração fina para não mascarar os resultados do ensaio. Nesse caso, o peneiramento a seco impede a reprodutibilidade dos resultados e compromete, sobretudo, a consistência dos mesmos. A alternativa consiste em combinar os peneiramentos a úmido e a seco, utilizando a peneira com abertura de 37  $\mu\text{m}$ . Esse procedimento, com a vantagem de ser mais rápido que o úmido, resume-se em cinco etapas: dispersão, lavagem, secagem, peneiramento a seco e pesagem das frações.

A dispersão da polpa é feita em recipiente com adição de água para o ajuste da concentração de sólidos. Na segunda etapa procede-se à lavagem da amostra. Para tal, utiliza-se a peneira com abertura de 37  $\mu\text{m}$ , para remover a fração fina. Na etapa seguinte conduz-se o peneiramento com auxílio de um peneirador vibratório, conforme apresentado na Figura 12, com adição de água. A operação prossegue até que não haja partículas de minério no fluxo de água de descarga. Nesse momento, suspende-se a operação de lavagem e retira-se a fração grossa, que será secada em estufa até 150°C. A fração fina, é filtrada, secada e pesada. Na última etapa procede-se à análise granulométrica a seco da fração grossa, acima de 37  $\mu\text{m}$ , com a composição completa da série de peneiras selecionadas para o ensaio (SAMPAIO, 2007).



Figura 12 - Peneiramento a úmido, em escala de laboratório

Fonte: Sampaio *et al.* (2007)

### 3.3.2.3. Análise granulométrica a partir dos dados obtidos no peneiramento

Após a secagem e pesagem de cada fração granulométrica, realiza-se o cálculo da distribuição granulométrica. Inicialmente, prepara-se uma tabela para apresentação dos dados obtidos, conforme o modelo da Tabela 3. O método de preenchimento, explicado por Sampaio (2007) encontra-se seguir. A coluna **Abertura ( $\mu\text{m}$ )** corresponde às aberturas das peneiras utilizadas no ensaio. A coluna **Peso (g)** refere-se às massas (g) da fração retida na peneira correspondente.

Em seguida, somam-se esses valores, registrando o total na linha 17 e na coluna **Peso (g)**. A coluna **Percentagem Retida** é obtida pela divisão do valor da massa retida em cada peneira pelo total da soma das massas, multiplicando-se o quociente por 100. O registro é feito na mesma linha, porém na coluna **Percentagem Retida**. Na coluna **Percentagem Acumulada**, inicialmente, registra-se o valor da primeira linha correspondente à coluna **Percentagem Retida**, na mesma linha da coluna **Percentagem Acumulada**. Em seguida, soma-se esse valor àquele da linha seguinte e coluna anterior. Repete-se a operação com esse novo valor até o último valor da coluna **Percentagem Retida**. Obtém-se a coluna **Percentagem Passante** pela subtração do valor 100 àquele registrado na coluna **Percentagem Acumulada**. Registra-se a diferença na linha correspondente da coluna **Percentagem Passante**. Repete-se a operação até o último valor na coluna **Percentagem Acumulada**.

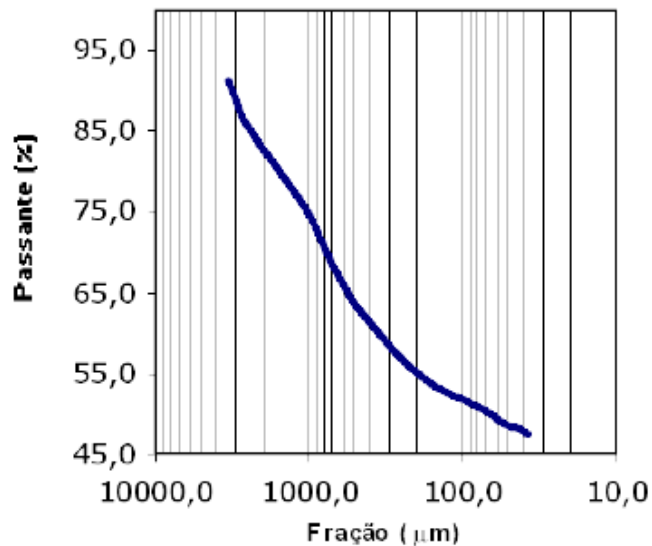
**Tabela 3 - Distribuição granulométrica de uma amostra de caulim, utilizando peneiras Tyler**

Linha	Abertura ( $\mu\text{m}$ )	Peso (g)	Percentagens		
			Retida	Acumulada	Passante
1	3350	83,44	8,55	8,55	91,45
2	2623	50,61	5,19	13,74	86,27
3	1700	50,74	5,20	18,93	81,07
4	1170	44,07	4,52	23,45	76,55
5	830	51,26	5,25	28,70	71,30
6	589	54,95	5,63	34,33	65,67
7	420	38,27	3,92	38,25	61,75
8	290	36,51	3,74	41,99	58,01
9	210	24,78	2,54	44,53	55,47
10	150	20,00	2,05	46,58	53,42
11	100	14,50	1,49	48,07	51,93
12	74	12,16	1,25	49,31	50,69
13	53	19,38	1,99	51,30	48,70
14	45	2,71	0,28	51,58	48,43
15	37	10,54	1,08	52,66	47,35
16	-37	462,1	47,35	100,00	0,00
17	Total	976,02	100,00	-	-

- 37: material passante na peneira de 37  $\mu\text{m}$ .

**Fonte: Sampaio et al. (2007)**

Geralmente, para uma melhor interpretação dos resultados, são construídos gráficos em escala logarítmica, chamados de curvas granulométricas, conforme mostra-se na Figura 13.



**Figura 13 - Representação gráfica referente à distribuição granulométrica de uma amostra de caulim**

**Fonte: Sampaio et al. (2007)**

### 3.3.3. Separação magnética

Os estudos sobre separação magnética e eletrostática datam de pelo menos 600 anos a.C. e chegaram ao conhecimento da humanidade por meio da divulgação dos estudos e experimentos do filósofo grego, Thales de Mileto, conhecedor de algumas propriedades magnéticas dos minerais. Ainda o mesmo filósofo descobriu, ao esfregar âmbar em pele de animal, que a carga eletrostática produzida por esta atrição poderia atrair fracamente partículas minerais não condutoras (VENKATRAMAN *et al.*,2006).

A aplicação da separação magnética ao processamento mineral depende da susceptibilidade magnética dos minerais a serem processados (SAMPAIO e LUZ, 2004).

A separação magnética pode ser classificada em quatro categorias, dependendo do meio utilizado e da intensidade de campo. Assim, tem-se a separação magnética, a seco, de baixa e alta intensidade e, a úmido, de alta e baixa intensidade. A aplicação desse método de separação no processamento mineral estende-se desde a remoção de sucatas metálicas, aos separadores criogênicos ou supercondutores. A atração magnética de um mineral, quando submetido a um



campo magnético, varia com a sua composição química, isto é, com o seu índice de impurezas, as quais dependem da sua forma de ocorrência nos jazimentos minerais (SAMPAIO, 2007).

Segundo Sampaio (2007), a propriedade de um material que determina a sua resposta a um campo magnético é a **susceptibilidade magnética**. Com base nessa propriedade, os minerais ou materiais são classificados em duas categorias: aqueles que são atraídos pelo campo magnético e os que são repelidos por esse campo. Os detalhes sobre cada tipo de material são discutidos a seguir:

- (i) minerais **ferromagnéticos** compreendem aqueles que são fortemente atraídos pelo ímã comum. O exemplo mais conhecido é a magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ );
- (ii) minerais **paramagnéticos** são fracamente atraídos pelo ímã comum e o exemplo clássico é a hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Esses minerais possuem permeabilidade magnética mais elevada que a do meio circundante, usualmente, água ou ar. Além disso, concentram um elevado número de linhas de indução provenientes do campo externo; e
- (iii) minerais **diamagnéticos** possuem susceptibilidade magnética negativa e, portanto, são repelidos quando submetidos a um campo magnético. Nesse caso, além do quartzo, destacam-se a cerussita, magnesita, calcita, barita, fluorita, esfalerita, dentre outros. Esses minerais possuem permeabilidade magnética mais baixa que a do meio circundante (usualmente água ou ar). Esse efeito diamagnético é geralmente menor que o correspondente efeito de atração dos minerais paramagnéticos.

Na Figura 14, tem-se a indução magnética (ou susceptibilidade magnética) para diferentes espécies mineralógicas, em função da intensidade de campo aplicado. Observa-se que os minerais ferromagnéticos (curva a) caracterizam-se pela resposta rápida da indução magnética com o campo. Na curva b, a indução magnética é menos acentuada, é o caso dos minerais paramagnéticos. No caso da curva c, a situação é inversa, ou seja, a indução magnética possui valor negativo. Isso é observado com os minerais diamagnéticos.

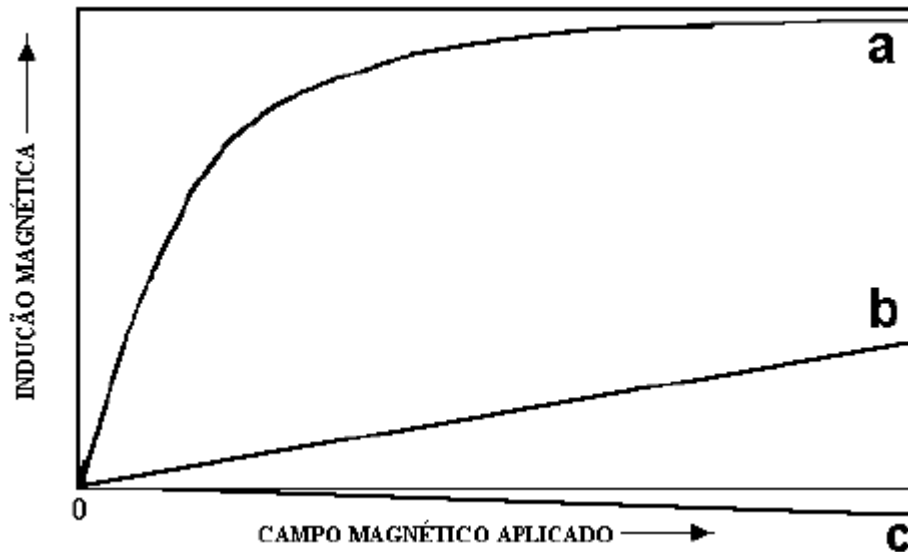


Figura 14 - Indução magnética para diferentes espécies mineralógicas: (a) ferromagnéticas, (b) paramagnéticas e (c) diamagnéticas

Fonte: Sampaio *et al.* (2007)

### 3.3.4. Espectrometria de fluorescência de raios X

A fluorescência de raios X, nos últimos anos, tornou-se uma técnica universal de análise de materiais. Na fluorescência de raios X, o processo de excitação da amostra deve-se à irradiação por um feixe primário de raios X, que resulta na produção de uma radiação secundária devido à característica dos elementos químicos presentes. Conhecendo-se os ângulos de reflexão e as intensidades da radiação, é possível, não só identificar esses elementos, como também proceder à quantificação (DUTRA e GOMES, 1984).

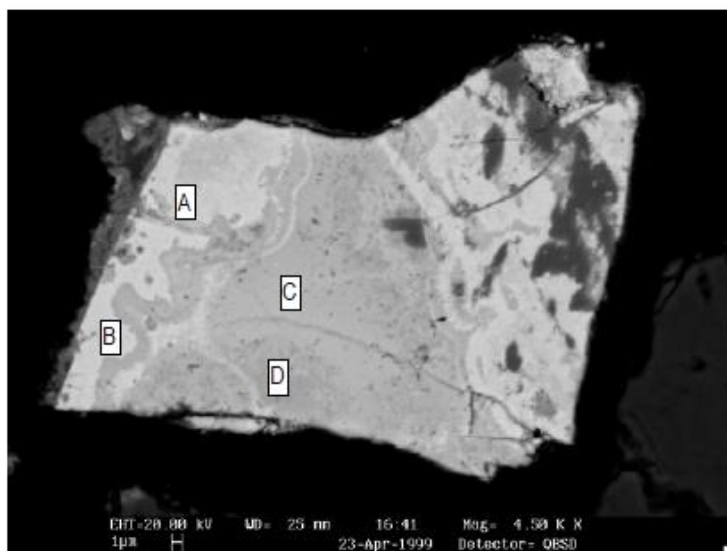
De acordo com Dutra e Gomes (1984), as análises qualitativas são em geral fáceis e confiáveis, em virtude da simplicidade do espectro. A análise quantitativa pode ser realizada pela simples comparação das alturas dos picos com os espectros-padrão. A análise quantitativa consiste na medida das linhas do espectro característico dos elementos procurados e do relacionamento dessas intensidades com sua concentração na matriz onde encontram-se dispersos. Ainda, por ser uma das técnicas instrumentais mais versáteis, permite a análise de amostras sob a forma líquida ou sólida. Tem ampla capacidade de detecção, abrangendo elementos para os quais a espectrografia óptica de emissão se mostra ineficiente, por exemplo: S, Cl, As, Se, Br, I, Ta e Th.

### 3.3.5. Microscopia eletrônica de varredura (MEV – EDS)

Segundo Neumann *et al.* (2010), outro equipamento imprescindível à caracterização de minérios e materiais é o microscópio eletrônico de varredura (MEV), principalmente se estiver acoplado a um espectrômetro de dispersão de energia (EDS) para permitir determinação de elementos químicos em pontos de até 2 µm de diâmetro.

O funcionamento do MEV é baseado na interação de um feixe de elétrons finamente colimado com a amostra. O MEV fornece, basicamente, imagens em níveis de cinza proporcionais a algum sinal gerado pela interação do feixe com a superfície da amostra. Em tecnologia mineral, as imagens mais importantes são as de elétrons retroespalhados (no inglês *backscattered electrons - BSE*), que são os elétrons do feixe que se chocam com as eletrosferas dos átomos e são arremessadas de volta, e detectados num detector que circunda a abertura inferior da coluna de elétrons. Nestas imagens, o nível de cinza é proporcional ao número de elétrons, e conseqüentemente ao peso atômico médio em cada *pixel* da imagem, o que a torna, de maneira indireta, uma imagem composicional (NEUMANN *et al.*, 2010).

Se o MEV dispõe de EDS, a identificação dos minerais é imediata pela sua composição química, eventualmente complementada pelo conhecimento prévio da amostra, facilitando muito o trabalho de identificar a mineralogia da amostra. Outro exemplo muito comum é verificar a presença de composição variável dentro do mesmo mineral (NEUMANN *et al.*, 2010). A Figura 15 mostra um grão de pirocloro com considerável variação de composições, apresentadas na tabela a seguir.



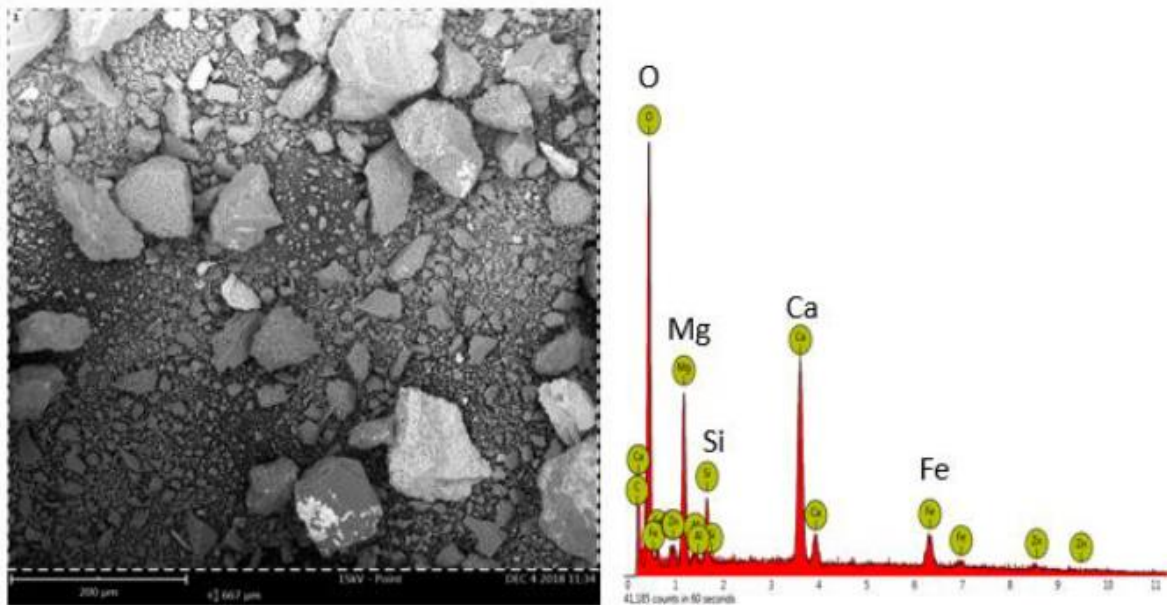
Óxido	A	B	C	D
TiO <sub>2</sub>	0,57	0,64	0,45	0,95
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,29	1,04	0,97	1,22
ZrO <sub>2</sub>	1,18	0,65	2,28	1,76
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	35,07	36,22	32,02	32,42
SnO <sub>2</sub>	3,53	3,34	1,66	0,47
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	6,62	6,93	14,36	12,79
PbO	42,97	42,43	35,67	21,33
ThO <sub>2</sub>	1,13	0,96	0,66	1,45
UO <sub>3</sub>	7,65	7,78	11,92	27,61

**Figura 15 - Imagem de elétrons retroespalhados de grão de urânio-chumbo-pirocloro, com níveis de cinza muito variados em função da composição, e análises semi quantitativas referentes aos pontos indicados na imagem**

**Fonte: Neumann *et al.* (2010)**

Vinhal *et al.* (2019) realizaram a análise de rejeito proveniente da flotação de minério willemítico com microscópio eletrônico de varredura. Para tal, foi utilizado o aparelho Phenon modelo ProX para a geração de imagens ampliadas, e o aparelho EDS acoplado para identificar e quantificar as partículas.

A Figura 16 apresenta a imagem do MEV e EDS para uma microrregião. Na imagem de elétrons retroespalhados é notável partículas com granulometria variada e diferença no brilho.



**Figura 16 - Imagem de elétrons retroespalhados da amostragem de rejeito e EDS de microrregião**

**Fonte: Vinhal *et al.* (2019)**

Na Tabela 4 tem-se a composição química e os teores dos elementos na microrregião, na qual percebe-se que os elementos com maiores concentrações são Ca, Mg e Fe. Os teores de Ca e Mg apresentam variação quando comparado, contudo, para o Fe esse teor permanece praticamente inalterado, mesmo o EDS sendo uma técnica de análise semi quantitativa (VINHAL *et al.*, 2019).

**Tabela 4 - Composição da amostra obtida por EDS na microrregião analisada.**

Concentração %	C	O	Na	Mg	Al	Si	Ca	Fe	Zn
	14,4	49,9	1,3	8,6	0,6	2,4	13	7	2,7

**Fonte: Vinhal *et al.* (2019)**

### 3.3.6. Microscopia quantitativa eletrônica (MQE)

A mineralogia quantitativa eletrônica (MQE) é uma técnica que, segundo Gu (2003), utiliza um software acoplado a um moderno MEV, equipado com pelo menos um analisador EDS, para microanálise química. O sistema emprega ainda, em auxílio às informações de composição fornecidas pela microanálise, imagens de elétrons retro espalhados (BSE), nas quais o nível de cinza de cada pixel é

proporcional ao número atômico médio daquele ponto (Neumann, Scheneider e Neto, 2010; Fandrich *et al.*, 2007), permitindo de forma expedita a identificação das fronteiras entre diferentes partículas minerais. Nos casos em que os minerais apresentam números atômicos próximos (exemplo: esfarelita e calcopirita) e níveis de cinza indistinguíveis entre si, a identificação é baseada exclusivamente em espectros de dispersão de energia (EDS) (SHIMUSU, 2012).

Os sistemas de análise de imagens automatizados integrados ao MEV, tais como: TIMA (*TESCAN Integrated Mineral Analyzer*), MLA (*Mineral Liberation Analyzer*) e o QEMSCAN (*Qualitative Evaluation Minerals By Scanning Microscope*), são na verdade ferramentas para a aplicação da técnica MQE (Mineralogia Quantitativa Eletrônica) (ÁVILA, 2018).

O método fornece informações mineralógicas de um material a partir da combinação de imagens de elétrons retro espalhados (BSE) e análises de raios X característicos (ULSEN, 2011). Os estudos de mineralogia quantitativa utilizando microscopia eletrônica automatizada apresentam resultados confiáveis de grau de liberação e associações minerais, partição dos elementos químicos de interesse, composição mineralógica, distribuição do tamanho das partículas, além da recuperação potencial do mineral-minério (CARMO *et al.*, 2016).

As funções de análise desses sistemas consistem principalmente em desaglomeração e segmentação das fases (GU, 2003), importantes na análise de liberação. Segundo Souza (2014), na etapa de preparação das amostras, as partículas podem se aglomerar. Caso isso ocorra, e se a aglomeração não for identificada e tratada, poderá gerar resultados errôneos de liberação. Os parâmetros de forma das partículas são utilizados na desaglomeração e, posteriormente, a segmentação identifica os minerais (grãos) e determina seus limites em uma imagem de partículas (GU, 2003).

Para Fandrich *et al.* (2007), a desaglomeração consiste em separar as partículas que se tocam através de um sistema automatizado que detecta partículas aglomeradas e as separa por parâmetros definidos pelo operador. Em seguida, o *software* delimita áreas onde a escala de tons de cinza da imagem de BSE é

homogênea e corresponde a um mineral – segmentação de fases. O mineral correspondente a cada área é identificado com base em espectros de EDS coletados através de um ponto ou área escaneada para cada área homogênea ou como um mapeamento da seção quando há minerais de números atômicos médios próximos. Quanto mais próximos os números atômicos médios dos minerais, ou seja, quanto mais semelhantes os tons de cinza na seção mapeada, maior o tempo de coleta.

Segundo Fandrich *et al.* (2007), o processamento para análise mineralógica quantitativa eletrônica está descrito na ilustração da Figura 17. Sendo os itens: I) partículas desaglomeradas; II) segmentação em tons de cinza homogêneos; III) pontos de coleta de EDS em cada área segmentada; IV) partículas após classificação (comparação com banco de dados).

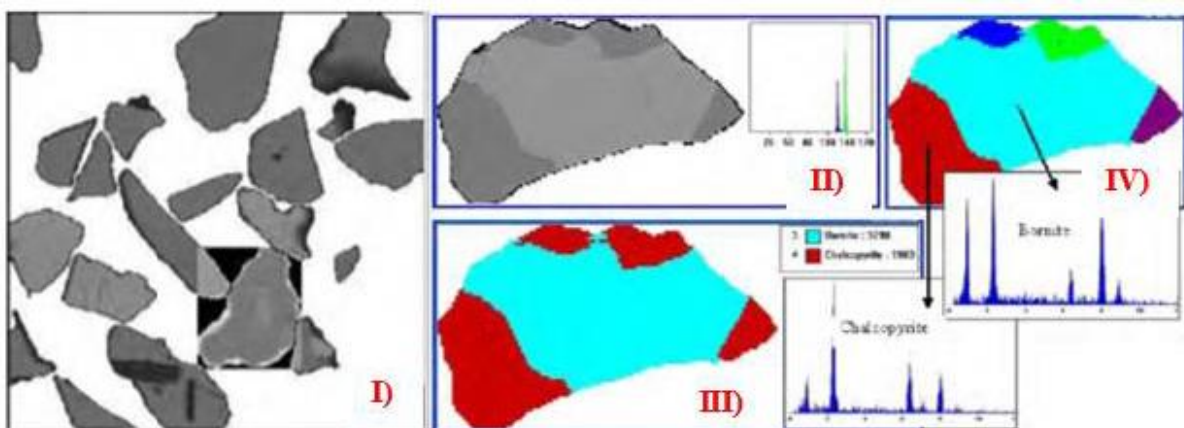


Figura 17 - Descrição do processamento de imagens

Fonte: Fandrich *et al.*, (2007)

Para Sampaio (2016) os analisadores automatizados e integrados de imagens minerais ainda são pouco utilizados na indústria mineral. Para identificação, quantificação e determinação das formas de associações são aplicadas duas abordagens – análise modal e análise de liberação. A análise modal identifica os minerais presentes na amostra e determina suas proporções. Enquanto que a análise de liberação determina o tamanho e a distribuição das partículas. Se as partículas são constituídas por mais de um mineral, o programa identifica as associações dos minerais de interesse com sua ganga.

Segundo Ferreira (2013), o sistema pode classificar erroneamente minerais ferrosos de números atômicos próximos. Afirma ainda que, para minérios pobres e rejeitos do beneficiamento de minério de ferro, a MQE pode fornecer informações mais detalhadas com relação aos minerais de ganga que a microscopia ótica. Entretanto, para caracterizar minérios com elevados teores de ferro e com variedade de minerais ferrosos, a melhor opção de caracterização seria uma abordagem que combine análises de imagens automatizadas e óticas.

Ávila (2018) estudou o rejeito dos processos de flotação de minérios itabiríticos, utilizando a técnica de MQE em sete amostras, com o uso do software TIMA versão 1.5.24, associado ao MEV modelo MIRA3 LMH, com energia de excitação para o feixe de elétrons de 25keV, diâmetro do feixe de 70nm, magnificação de 180x, resolução de imagens de 3µm, campos quadrados com lado de 1500µm e, varredura de 12 campos para as amostras globais e fracionadas, e 4 campos para as amostras de fração menor que 37µm e média de 200.000 partículas analisadas por amostra de rejeito. Para os ensaios as amostras foram embutidas em resina epoxy, no formato de pastilhas com 30mm de diâmetro, polidas e recobertas com película de carbono. O tempo de análise para cada pastilha foi em média 90 minutos.

A Tabela 5 apresenta as composições mineralógicas das amostras de rejeitos globais por MQE com as principais fases presentes.

**Tabela 5 - Composição mineralógica das amostras globais por MQE**

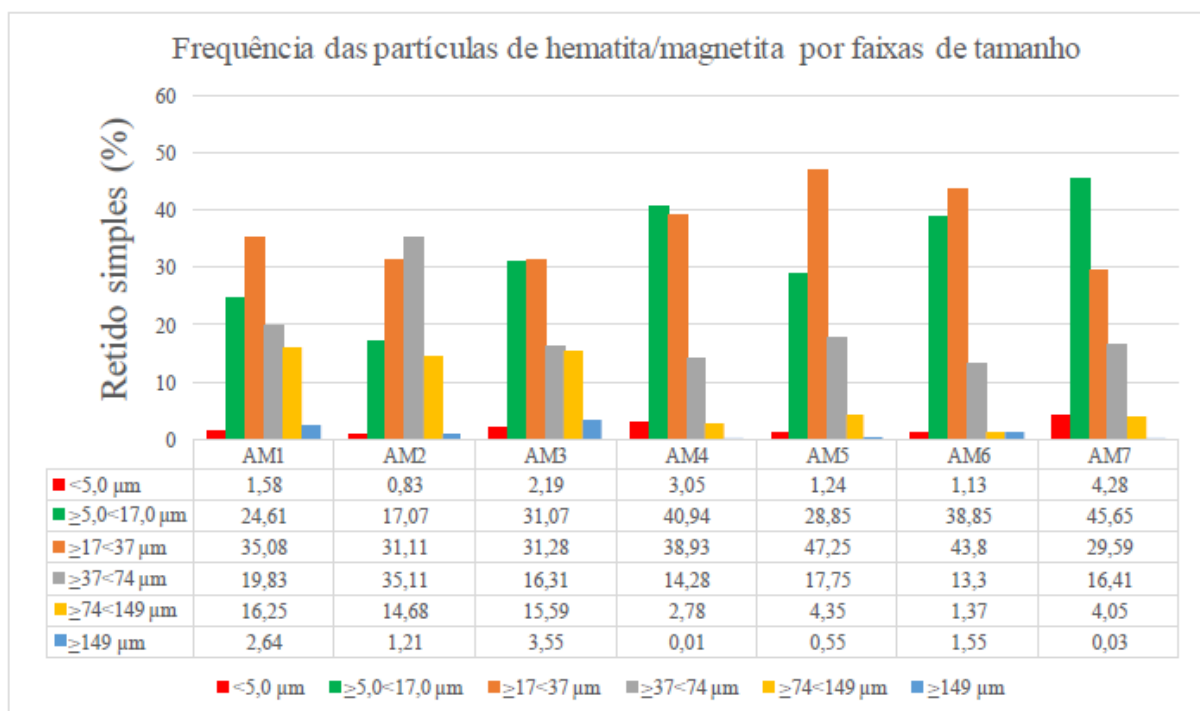
Composição mineralógica (%massa)	AM1	AM2	AM3	AM4	AM5	AM6	AM7
Quartzo	83,08	53,77	55,38	42,98	75,29	61,05	50,72
Hematita/magnetita	14,50	42,04	28,91	46,69	18,21	33,95	39,47
Goethita	0,79	1,73	9,66	5,66	3,05	2,13	3,49
Goethita terrosa	0,11	0,23	2,96	1,43	0,97	0,70	1,05
Caulinita	0,39	0,72	0,16	0,63	0,69	0,39	1,98
Gibbsita	0,00	0,21	0,03	0,16	0,03	0,02	0,10
Não classificados	0,83	1,20	2,80	2,32	1,71	1,50	3,02
Outros minerais	0,30	0,09	0,10	0,13	0,05	0,26	0,17

Fonte: Ávila (2018)



Ávila (2018) observou que o quartzo é o mineral predominante em todas as amostras com teores acima de 50%, a exceção da amostra AM4 constituída por aproximadamente 47% de hematita/magnetita e 43% de quartzo. As demais amostras apresentam mais de 50% em massa de quartzo. As amostras AM1 e AM5 são as que possuem maior participação de quartzo, 83% e 75%, respectivamente. As amostras AM3 e AM4 destacam-se pelas maiores presenças de goethita e goethita terrosa. As fases não classificadas apresentam maiores participações em AM3 e AM7, em torno de 3%. É importante destacar que análises com menos de 5% de fases não classificadas são consideradas análises confiáveis.

A frequência das partículas de hematita/magnetita por faixas de tamanho obtida por Ávila (2018) através de MQE é apresentada no gráfico da Figura 18.



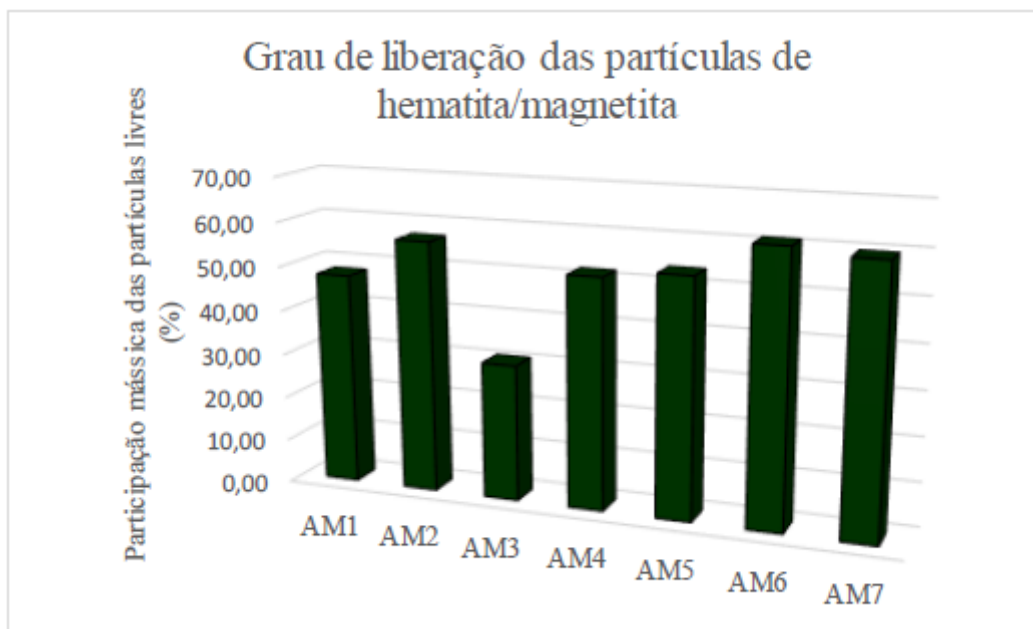
**Figura 18 - Frequência das partículas de hematita/magnetita das amostras globais por faixas de tamanho obtida por MQE**

**Fonte: Ávila (2018)**

De acordo com a análise de Ávila (2018), a maioria das partículas de hematita/magnetita apresentam tamanhos entre 5µm e 37µm, sendo que AM4 e AM6 possuem cerca de 80% de suas partículas nessa faixa de tamanho. AM5 possui mais de 47% da massa dessas partículas com tamanhos entre 17µm e 37µm.

AM1, AM2 e AM3 possuem em torno de 15% da massa dessa fase com tamanho entre 74 $\mu$ m e 149 $\mu$ m. AM1 e AM3 são as amostras com partículas de hematita/magnetita mais grossas com aproximadamente 20% da massa maior que 74 $\mu$ m. AM7 é a amostra que apresenta as partículas mais finas de hematita/magnetita, aproximadamente 50% da massa abaixo de 17 $\mu$ m. Enquanto que, AM2 possui a maior massa de partículas mais grossas dessa fase, cerca de 50% acima de 37 $\mu$ m.

A Figura 19 apresenta o grau de liberação das partículas de hematita/magnetita, obtido por Ávila (2018).

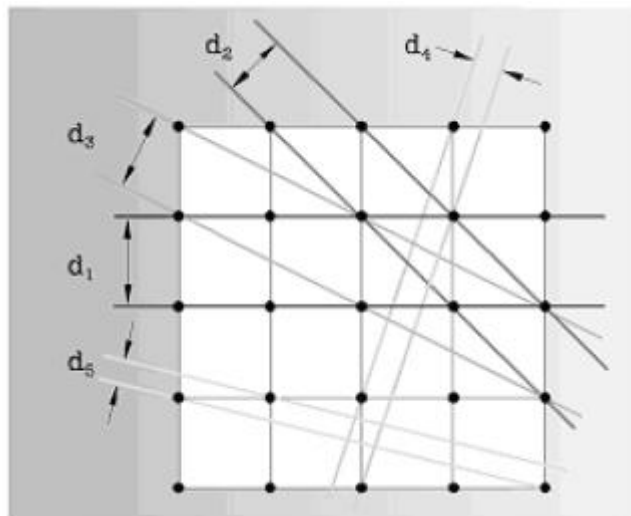


**Figura 19 - Grau de liberação das partículas hematita/magnetita das amostras globais por MQE**  
Fonte: Ávila (2018)

As amostras que apresentam a maior quantidade de partículas livres de hematita/magnetita são as amostras AM2, AM6 e AM7, com grau de liberação próximo de 60%. AM3 apresenta o menor grau de liberação 30%. Para as demais amostras, o grau de liberação é aproximadamente 50% (ÁVILA, 2018)

### 3.3.7. Difração de raios X

De acordo Neumann *et al.* (2010), a difração de raios X é uma das ferramentas básicas para caracterização mineralógica de minérios. O método baseia-se na interação de ondas na frequência de raios X (geralmente entre 0,70 e 2,30 Å) com os planos de repetição sistemática do retículo cristalino, como pode ser visualizado esquematicamente na Figura 20. Pela própria definição, portanto, aplica-se apenas a materiais cristalinos, e não a amorfos.



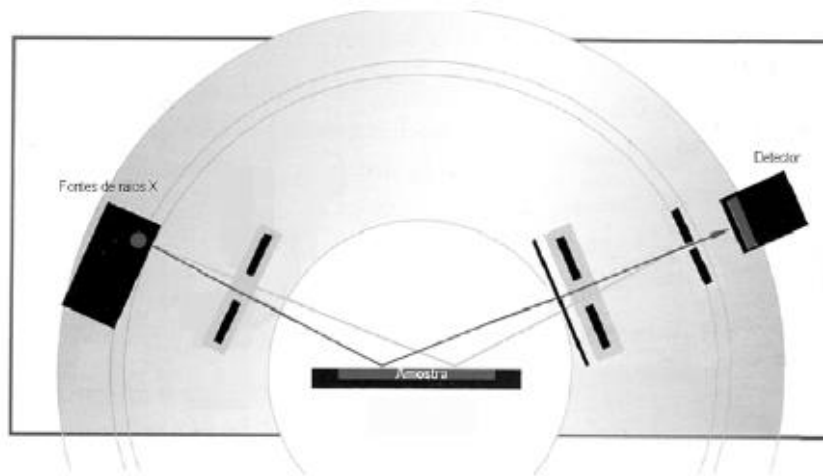
**Figura 20 - Corte num retículo cúbico esquemático e representação de diversos planos de repetição sistemática com respectivas distâncias interplanares  $d_i$ , detectáveis por difração de raios X**

**Fonte: Neumann *et al.* (2010)**

Segundo Neumann *et al.* (2010), a Lei de Bragg fornece a base teórica do método:  $\lambda = 2d \sin\theta$ , onde  $\lambda$  é o comprimento de onda da fonte de raios X utilizado,  $d$  são as distâncias interplanares e  $\theta$  é o ângulo da reflexão. Um conjunto das diversas distâncias interplanares  $d$  é típica para cada mineral, e estão tabuladas em diversas referências, sendo a mais difundida e utilizada a do ICDD (*International Center for Diffraction Data*). Maiores detalhes podem ser obtidos em livros sobre o assunto (por exemplo, Klug & Alexander 1974, Azároff & Buerger 1958, Moore & Reynolds 1989).

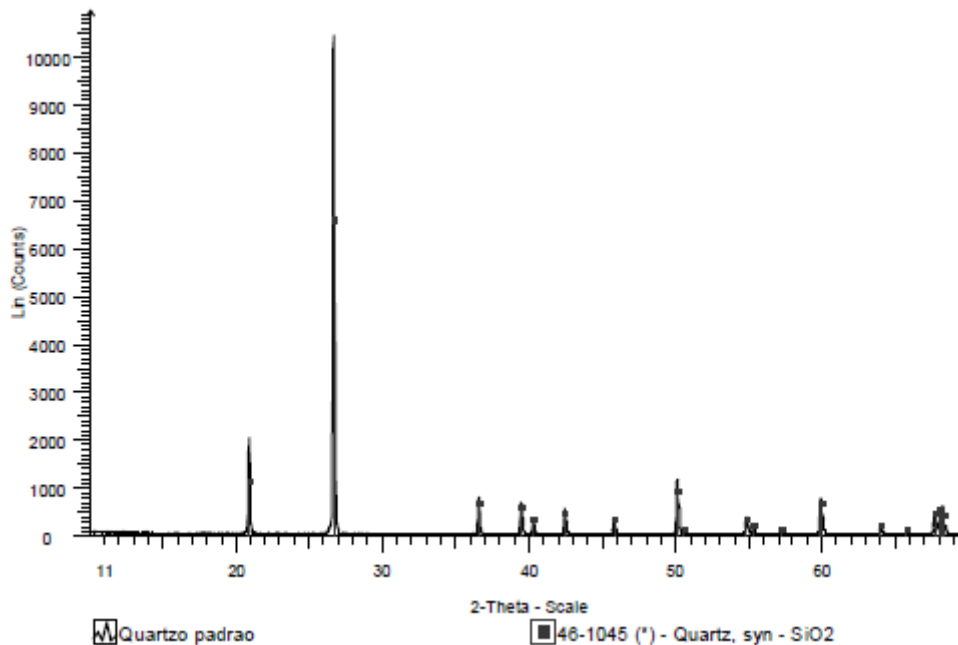
A Figura 21 ilustra a configuração básica de uma difratômetro de raios X, para método do pó, está esquematizada. Pela figura, nota-se que a amostra (na

horizontal na figura) localiza-se no centro, do qual a fonte de raios X e a fenda do detector são equidistantes. Na configuração mais comum, chamada de  $\theta/2\theta$ , a amostra move-se numa velocidade angular  $\theta$ , e o detector no dobro desta, de maneira que sempre está detectando as contagens refletidas no plano da amostra. A leitura que se faz são contagens refletidas em determinado ângulo  $\theta$ , convertido para distâncias interplanares  $d$  pela equação de Bragg, e qualquer má preparação de amostra, que perturbe esta geometria, resulta em erros de leitura do ângulo (NEUMANN *et al.*, 2010).



**Figura 21 - Representação esquemática do difratômetro de raios X básico para método do pó**  
**Fonte: Neumann *et al.* (2010)**

Um espectro de difração de raios X típico é exemplificado na Figura 22. Trata-se de um quartzo puro, e além do espectro de difração (contagens no eixo das ordenadas contra  $2\theta$  na abscissa) está também representado graficamente o seu padrão tabulado (NEUMANN *et al.*, 2010).



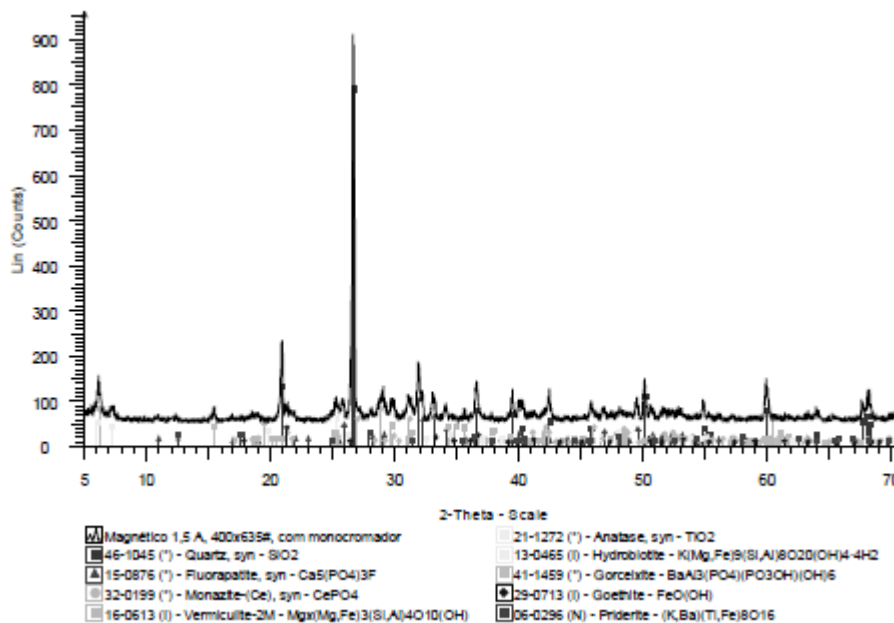
**Figura 22 - Espectro de difração de raios X de amostra de quartzo, e posição e contagem relativa do padrão tabulado do mineral**

**Fonte: Neumann *et al.* (2010)**

Segundo Neumann *et al.* (2010), a posição dos picos (ângulo  $\theta$ , ou distância interplanar após cálculo pela Lei de Bragg) de determinado mineral não deveria mudar, mas na prática pode haver pequenos desvios, principalmente pela variação na sua composição. As intensidades relativas dos picos, por outro lado, são muito afetadas por orientação preferencial na preparação das amostras, pela superposição de picos de diferentes fases, pela variação da composição dos minerais, e por outros fatores. Além disto, a intensidade (e a largura dos picos) depende muito da cristalinidade das fases. A simples comparação de altura ou a integral da área dos picos não representa quantificação, e nem permite comparação quantitativa das fases. A quantificação por difração de raios X é possível, mas é bem mais complicada.

A interpretação de espectros de amostras de boa cristalinidade e monofásicas, ou de misturas simples, é muito fácil, e geralmente as próprias ferramentas de busca dos *softwares* de interpretação de espectros de difração mais modernos identificam corretamente as fases presentes. À medida que coexistam na amostra diversos minerais diferentes, a complexidade das estruturas aumenta, ou

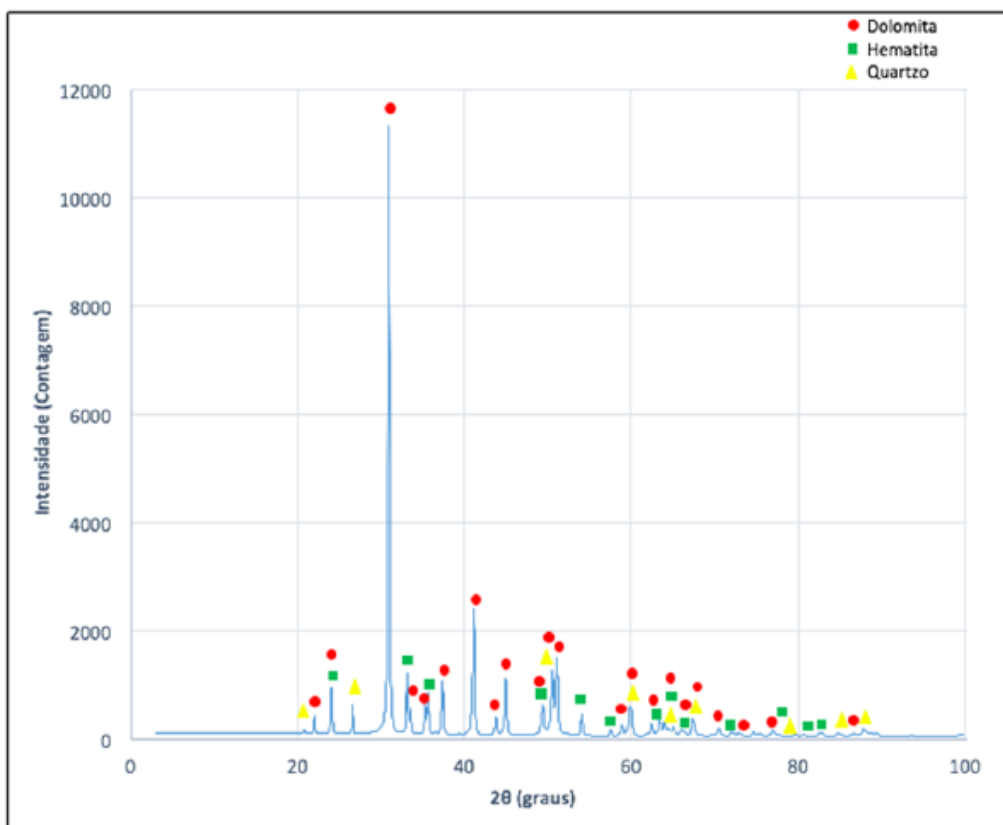
que seja necessário identificar minerais presentes em pequena quantidade, a intervenção do operador se torna mais importante. O espectro da Figura 23 apresenta uma mistura de diversos minerais, com forte sobreposição de alguns dos picos principais. Este material já foi concentrado em separador magnético, e fases menos comuns aparecem (NEUMANN *et al.*, 2010).



**Figura 23 - Espectro de difração de raios X de amostra de mineralogia complexa, com superposição de picos. Minerais identificados: quartzo, fluorapatita, monazita, vermiculita, anatásio, hidrobiotita, gorceixita, goethita, priderita**

**Fonte: Neumann *et al.* (2010)**

Vinhal *et al.* (2019) realizaram análise do rejeito willemítico através da técnica de difração de raios X. A Figura 24 ilustra o difratograma obtido, o qual apresentou picos característicos que possibilitaram verificar a presença de hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). Foi identificado ainda a presença do carbonato de cálcio e magnésio, mineral conhecido como dolomita ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) e a fase quartzo ( $\text{SiO}_2$ ).



**Figura 24 - Difratoograma de raios-X da amostragem de rejeito willemítico**

**Fonte: Vinhal *et al.* (2019)**

Após a quantificação, associando ao método de Rietveld, foi observado que a dolomita é parte predominante na composição da amostra, conforme mostra-se na Tabela 6. Na análise não foi identificado fases mineralógicas relacionadas ao zinco, visto que a técnica apresenta limitação para fases inferiores a 5% (VINHAL *et al.*, 2019).

**Tabela 6 - Composição mineralógica da amostra de rejeito willemítico**

<b>Mineral</b>	<b>Teor</b>
Dolomita	90,4%
Hematita	6,5%
Quartzo	3,1%

**Fonte: Vinhal *et al.* (2019)**

### 3.3.8. Análise térmica – gravimétrica e diferencial

Segundo Neumann *et al.* (2010), as análises térmicas (termodiferenciais e termogravimétricas - ATD/ATG) podem ser úteis tanto para identificação de fases, quanto para a sua quantificação. Ambas são efetuadas com a amostra (entre poucos mg até poucos g de amostra, dependendo do equipamento) sendo aquecida num forno com controle preciso, e monitorando mudanças em função da programação (em geral da temperatura).

No caso da análise termodiferencial (ATD), um microtermopar analisa a temperatura da amostra, e a compara com a temperatura de um padrão inerte (geralmente alumina) analisado simultaneamente por outro termopar, acusando, portanto, transformações endotérmicas (decomposição, fusão, redução, transformações estruturais e magnéticas) e exotérmicas (oxidação, incluindo combustão, transformações de estrutura e a sua reconstrução). É um excelente método qualitativo, quando se dispõe dos dados térmicos dos minerais tabulados (NEUMANN *et al.*, 2010).

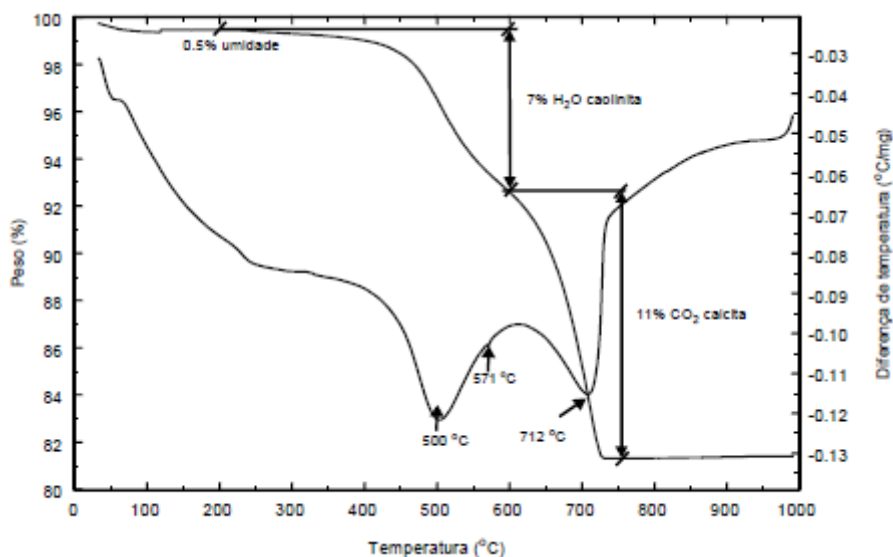
Na análise termogravimétrica (ATG), monitora-se a massa da amostra durante o seu aquecimento precisamente controlado, por intermédio de uma microbalança de precisão, que registra e quantifica qualquer perda ou ganho de massa. Uma das medidas mais úteis é a determinação da perda de água estrutural de caolinita, mica, goethita, gibbsita e de outros minerais hidratados, ou a descarbonatação de calcita, dolomita e outros carbonatos. Cada mineral destes tem a faixa de temperatura característica em que ocorrem as decomposições, que infelizmente podem estar, pelo menos parcialmente, superpostas. Estas análises são em geral conduzidas em ambiente inerte (sendo fluxo de nitrogênio o padrão), para evitar que oxidação de alguns elementos (Mn e Fe, por exemplo) possa alterar a variação de massa que será atribuída aos respectivos minerais (NEUMANN *et al.*, 2010).

O exemplo da Figura 25 mostra as curvas de análises termodiferencial e termogravimétrica obtidas simultaneamente, numa amostra contendo caolinita, calcita e quartzo. A análise foi efetuada em fluxo de nitrogênio, com rampa de



aquecimento de 10°C/min. A curva termodiferencial (tracejada) indica um comportamento endotérmico (de absorção de calor) em toda a análise, com a diferença sempre negativa, e dois picos marcados, a 500,5 e 712,2 °C, correspondentes respectivamente à desidroxilação da caolinita e à descarbonatação da calcita. Um pico também endotérmico, muito pequeno, está realçado a 571,5 °C, correspondendo à transformação polimorfofórica do quartzo, de  $\alpha$  para  $\beta$  (NEUMANN, 2010).

A curva termogravimétrica (linha cheia), por outro lado, indica uma pequena perda de massa até aproximadamente 220 °C, referente à umidade da amostra. De 220 a 600 °C ocorreu a eliminação de água estrutural da caolinita, e os 7,04 % em massa eliminados correspondem a 50,3 % de caolinita na amostra (considerando 14,0 % de H<sub>2</sub>O na caolinita). A partir de 600 °C, foram eliminados mais 11,10 % de sua massa, até aproximadamente 730 °C, devidos à eliminação do CO<sub>2</sub> da calcita. Como o mineral contém 44,0 % de CO<sub>2</sub>, a quantificação é imediata, 25,2 % de calcita. Desprezando a umidade, como a amostra foi previamente identificada como contendo caolinita, calcita e quartzo, este último representa por volta de 24 % de sua massa.



**Figura 25 - Análise térmica (termodiferencial em linha tracejada, e termogravimétrica em linha cheia), com indicação dos picos endotérmicos e perdas de massa**

**Fonte: Neumann *et al.* (2010)**

Azevedo *et al.* (2015) realizaram análises termogravimétrica (ATG) e térmica

diferencial (ATD) em amostras de hidroxiapatita para se avaliar as reações que ocorrem durante o tratamento térmico, com a utilização do aparelho TA Instr. SDT-2690. O material foi aquecido a uma taxa de 10 °C/min em um fluxo de ar de 100 mL/min, da temperatura ambiente (~ 25 °C) até 1300 °C. Como material de referência utilizou-se alumina ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). A Figura 26 ilustra os resultados das análises.

Azevedo *et al.* (2015) observaram que a amostra de hidroxiapatita apresentou uma diminuição da massa inicial próxima de 100 °C, que está relacionada à perda da água fisicamente adsorvida na superfície da matriz cerâmica com a consequente absorção de energia (reação endotérmica). Na Figura 26, os autores observaram que o contínuo aumento da temperatura promoveu uma acentuada perda de massa próxima entre 150 e 1000 °C, associada ao início da decarbonização do material. Em aproximadamente 1100 °C teve o início da decomposição do material e em 1250 °C a curva DTA exotérmica correspondeu à transição de fases do produto da decomposição da hidroxiapatita. A perda de massa observada em temperaturas superiores a 1150 °C está associada com a perda de água estrutural da hidroxiapatita, que está relacionada ao processo de desidroxilação responsável pela decomposição da hidroxiapatita.

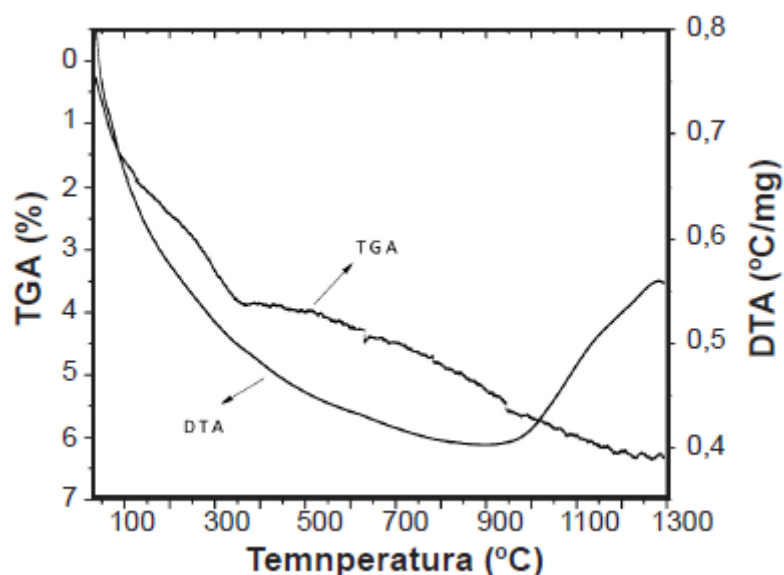


Figura 26 - Curvas de ATG e ATD da amostra de hidroxiapatita

Fonte: Azevedo *et al.* (2015)

## 4. MATERIAIS E METODOLOGIA

### 4.1. Materiais

O lote de amostra de rejeito magnético foi doado por uma mineradora de fosfato da região do Alto Paranaíba, em Minas Gerais. A Figura 27 mostra o depósito onde as amostras foram coletadas. A coleta foi realizada aleatoriamente no depósito com o uso de pás, em incrementos de aproximadamente 5 kg, em dez pontos de coleta (topo e base) e condicionadas em baldes, previamente higienizados, com aproximadamente 20 kg de amostra em cada.



**Figura 27 - Depósito de rejeito magnético**

**Fonte: A autoria própria (2019)**

A preparação do material, incluindo a secagem, a homogeneização e o quarteamento, foram realizados no Laboratório de Tratamento de Minérios do CEFET, em Araxá/MG, assim como também, os ensaios de picnometria, peneiramento e separação magnética. Os teores de  $P_2O_5$  e  $Fe_2O_3$  das amostras dos ensaios de separação magnética foram analisados no Laboratório Químico da mineradora doadora do lote de amostras. A análise de MQE foi feita no Laboratório de Nanotecnologia da Rede Temática em Engenharia de Materiais da UFOP. Já a análise ao MEV-EDS e ensaios térmicos foram realizados na PUC-Minas, em Belo Horizonte.

## 4.2. Metodologia

### 4.2.1. Preparação de amostras

A etapa de preparação de amostras é de suma importância, pois assegura que a amostra em estudo será representativa em relação ao universo de material existente e, dessa forma, obter assertividade nas análises que forem realizadas. Portanto, para a obtenção das alíquotas de teste, além da secagem do material, foram realizadas três etapas criteriosas de homogeneização, sendo uma em pilha cônica e duas em pilhas alongadas. O primeiro passo para o início do trabalho, foi tomar o conhecimento da quantidade de material. Assim que o material chegou ao laboratório, foi pesado úmido em uma bandeja de aço inoxidável e em etapas, em uma balança da marca Líder, modelo B-530 (capacidade máxima de 100 kg), sendo obtida a massa úmida, de 450 kg. Em seguida, todo o material foi colocado em bandejas retangulares de aço inoxidável e inserido na estufa, em etapas, a 150 °C e durante 24 horas. Após a completa secagem, o material foi pesado novamente e, dessa forma, foi obtida a massa seca, de 432 kg. A Figura 28 ilustra as etapas de secagem e pesagem.



**Figura 28 - Secagem em estufa e pesagem as amostras**

**Fonte: Autoria própria (2019)**

Por fim, todo o material seco foi condicionado em sacos plásticos. A partir do conhecimento das massas úmida e seca, tornou-se possível calcular a umidade do material, em percentual, conforme a Equação 6, que foi na ordem de 4,0 %.

$$Umidade (\%) = \frac{massa\ úmida\ (kg) - massa\ seca\ (kg)}{massa\ úmida\ (kg)} \times 100 \quad [6]$$

A representatividade das amostras para testes é um fator crucial para a análise correta dos resultados e uma conclusão assertiva. Portanto, para a obtenção das amostras que foram disponibilizadas aos ensaios descritos nos tópicos seguintes, foi realizada a homogeneização em pilha cônica e alongada com todo o material, seguido do quarteamento em pilha alongada de bancada até atingir a massa final das amostras.

Primeiramente, a região de homogeneização foi delimitada e limpa para eliminar o risco de contaminação com outros materiais. Após esta etapa, todo o material (432 kg), condicionado nos sacos plásticos, foram dispostos um sobre o outro, formando uma pilha de material em formato cônico. Para homogeneizar o material na pilha, o mesmo foi movimentado da base para o topo da pilha, com o auxílio de uma enxada, em oito ciclos em torno da pilha. A Figura 29 ilustra o processo de homogeneização em pilha cônica.



**Figura 29 - Homogeneização em pilha cônica**

**Fonte: Autoria própria (2019)**

A partir da pilha cônica formada, amostras foram coletadas de sua base, com o auxílio de um coletor manual, e dispostas da esquerda para a direita sucessivamente, formando uma pilha alongada de 3 metros de comprimento. Sempre que acabava a amostra do coletor durante a formação da pilha alongada, o local era referenciado e, após a retomada de uma nova amostra da base da pilha cônica, a formação da pilha alongada continuava a partir do local referenciado. Após o término da massa da pilha cônica e a completa formação da pilha alongada, as extremidades desta última foram retomadas, com o auxílio de uma chapa de aço inoxidável, e novamente distribuídas ao longo da pilha com o uso do coletor manual. A partir da pilha alongada final, a mesma foi quarteada, com o auxílio da chapa de aço inoxidável, gerando 21 amostras, sendo 20 amostras de 20 kg cada e 1 amostra de 30 kg, que foram condicionadas em sacos plásticos reforçados. Nota-se que houve uma perda de 2 kg de material durante a retomada, que representa um percentual muito pequeno (menor que 0,5%) em relação à toda a massa do lote. A Figura 30 mostra a pilha alongada final e o quarteamento da pilha, respectivamente.



**Figura 30 - Pilha alongada final e quarteamento da pilha alongada**

**Fonte: Autoria própria (2019)**

Conforme dito, para a obtenção das alíquotas de teste foi realizado o quarteamento em pilha alongada de bancada. Para tal, uma das amostras de 20 kg foi distribuída na bancada, com o uso do coletor manual, de forma semelhante à formação da pilha alongada completa, porém retomando o material diretamente do saco plástico, considerando que o mesmo já se encontra homogeneizado. Após a completa formação da pilha, a mesma foi quarteada em quatro alíquotas de 0,5 kg cada, sendo uma para os ensaios de picnometria e três para os de peneiramento, e o restante arquivado. A Figura 31 apresenta o quarteamento da pilha alongada de bancada, respectivamente, e a pesagem das alíquotas de 0,5 kg em uma balança da marca UPX, modelo C6MT (capacidade máxima de 30 kg). Por fim, todas as alíquotas foram condicionadas em sacos plásticos.



**Figura 31 - Quarteamento em bancada e pesagem das alíquotas**

**Fonte: Autoria própria (2019)**

Para representar todo o processo de preparação de amostras, incluindo todas as etapas citadas nos parágrafos anteriores, foi construído um fluxograma o qual é representado pela Figura 32.

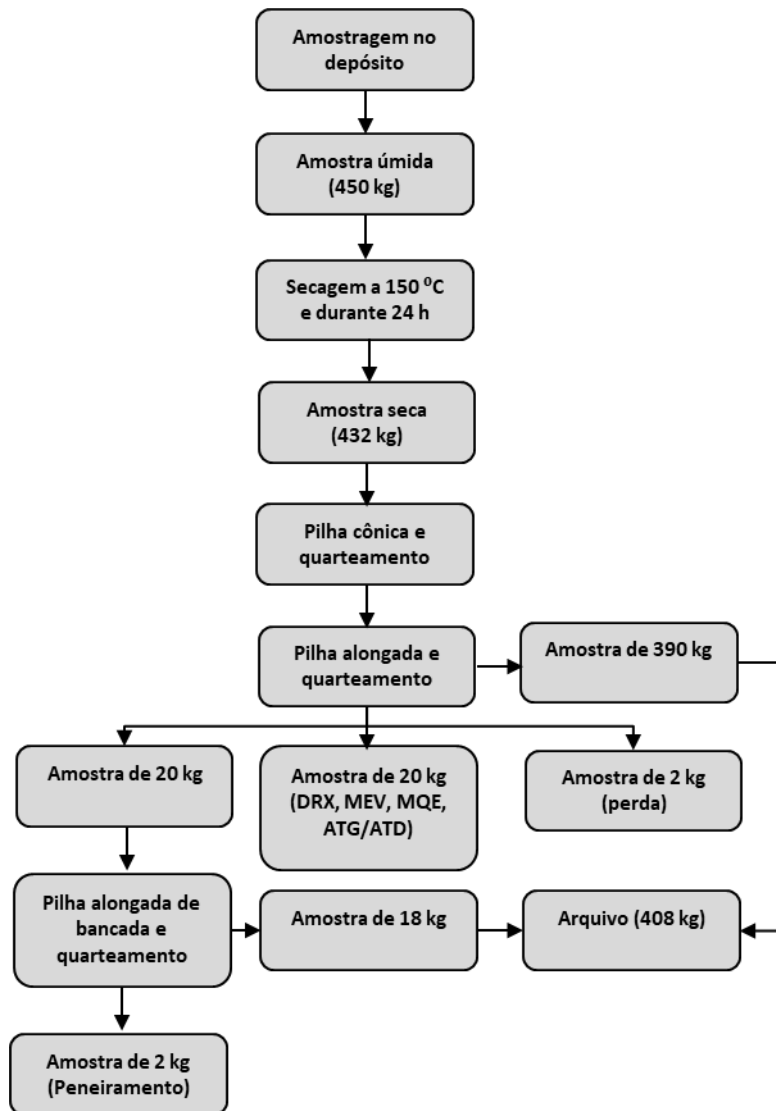


Figura 32 - Fluxograma de preparação de amostras

#### 4.2.2. Análise de densidade por picnometria

Para a determinação da densidade, foi utilizada a técnica de picnometria. As pesagens foram realizadas em uma balança centesimal, da marca Bioscale, modelo BL (capacidade máxima de 4,2 kg). Primeiramente, o picnômetro (vide Figura 33) foi pesado vazio e seco, e obtida a massa do picnômetro, chamada de  $A_1$ . Em seguida, foi inserida uma pequena alíquota de rejeito magnético no fundo do picnômetro e este conjunto foi pesado, e obtida a massa  $A_2$ . Logo percebe-se que a diferença entre  $A_2$  e  $A_1$  é a massa seca de rejeito magnético inserida ao picnômetro. Na sequência, o picnômetro, contendo o fundo preenchido pelo rejeito magnético, foi preenchido com água, secado nas bordas com o auxílio de uma toalha e verificada a



ausência de bolhas em seu interior. O conjunto (picnômetro + rejeito magnético + água) foi pesado e obtida a massa denominada A<sub>3</sub>. Após estas etapas, o picnômetro foi esvaziado e secado ao ar atmosférico. Após seco, o mesmo foi preenchido somente com água, limpo nas bordas com o uso de uma toalha, verificada a ausência de bolhas e pesado, sendo obtida a massa de picnômetro e água, chamada de A<sub>4</sub>.

Ao todo, foram realizados sete testes de picnometria com massa do sólidos variando entre 4 e 7 g, e foi utilizada a Equação 7 para a determinação da densidade do material, em g/cm<sup>3</sup>. A Figura 33 ilustra as pesagens nas quais foram obtidas as massas A<sub>1</sub> a A<sub>4</sub>.

$$\rho_s = \frac{A_2 - A_1}{(A_2 + A_4) - (A_1 + A_3)} \quad [7]$$

Onde:

$\rho_s$ : Densidade dos sólidos, em g/cm<sup>3</sup>;

A<sub>1</sub>: Massa do picnômetro, em g;

A<sub>2</sub>: Massa do picnômetro + Amostra, em g;

A<sub>3</sub>: Massa do picnômetro + Amostra + Água, em g; e

A<sub>4</sub>: Massa do picnômetro + água, em g.



Figura 33 - Pesagens nos testes de picnometria

Fonte: Autoria própria (2019)

#### 4.2.3. Caracterização granulométrica com peneiramento combinado

A amostra de rejeito magnético, de 500 g, foi caracterizada quanto a sua granulometria, por meio do peneiramento combinado, ou seja, sendo uma parte do ensaio realizado a úmido e a outra a seco. Primeiramente, foram selecionadas as peneiras da série Tyler a serem utilizadas no teste, cujas descrições, em Mesh (#) e de abertura da malha ( $\mu\text{m}$  e mm) são apresentadas na Tabela 7.

**Tabela 7 - Peneiras utilizadas na caracterização granulométrica**

Malha (#)	Abertura ( $\mu\text{m}$ )	Abertura (mm)
14	1200	1,20
28	590	0,59
35	425	0,425
48	300	0,30
65	212	0,212
100	150	0,15
150	106	0,106
200	74	0,074
-200	-74	-0,074

Inicialmente, a amostra de 500 g passou por um peneiramento a úmido na malha de 0,074 mm, que é a malha de menor abertura do teste. Este procedimento, chamado pré-classificação, ajuda na confiabilidade do teste, uma vez que as partículas finas (abaixo de 0,074 mm), não passarão pelas peneiras de maior abertura, eliminando o risco de agregação de material fino e obstrução de telas de peneiras. O produto passante nessa malha, ou seja, as partículas minerais abaixo de 0,074 mm, foi decantado em uma balde por 3 horas. Após a decantação, o excesso de água do balde foi descartado e o produto levado em uma estufa, a 150 °C, por 4 horas. Após a completa secagem, o produto passante foi pesado em uma balança centesimal, da marca Bioscale, modelo BL e com capacidade máxima de 4,2 kg.

Já a fração retida na peneira com abertura de 0,074 mm, foi seca em estufa a 150 °C, durante 4 horas, e posteriormente pesada. Na sequência, já na segunda etapa de peneiramento (etapa a seco), a fração retida foi peneirada por 20 minutos, em peneirador suspenso, da marca CDC e modelo PV-08, utilizando as peneiras da série Tyler, como mostrado na Figura 34.



Figura 34 – Peneirador suspenso.

Fonte: Autoria própria (2019)

Após o peneiramento, as frações retidas em cada peneira e o material de fundo, retido no prato, foram pesados com o uso da balança centesimal. Em seguida, todas as frações retidas foram condicionadas em sacos plásticos identificados. Para assegurar a representatividade do ensaio, foi calculada a massa para cada peneira, segundo o critério de Gaudin (COSTA, 2014), que indica a massa máxima recomendada a ficar retida em uma determinada peneira, representadas pela Equação 8.

$$M_{máx\ i} = \frac{n (d_i + d_s)}{2} A \rho \quad [8]$$

Onde:

$M_{máx\ i}$  é a massa máxima retida recomendada, segundo Gaudin, em g;

$n$  é o número de camadas na peneira (1 a 3). Foi considerado  $n = 3$ ;

$d_i$  é o tamanho da abertura da malha, em cm, da peneira em estudo;

$d_s$  é o tamanho da abertura da malha, em cm, da peneira imediatamente superior à peneira em estudo;

$A$  é a área da peneira, em  $cm^2$ ; e

$\rho$  é a densidade, em g/cm<sup>3</sup>, determinada no ensaio de picnometria.

As massas retidas nos ensaios e as massas de Gaudin foram comparadas. Caso a massa retida de alguma peneira apresentasse valor acima da massa calculada de Gaudin, seria recomendado a adição de mais peneiras para que a quantidade de amostra fosse reduzida.

Então, após a realização das duas etapas de peneiramento (a úmido e a seco) e a validação da representatividade dos ensaios, foram calculados o percentual retido simples, percentual retido acumulado e percentual passante acumulado, que são representados pelas Equações 9 a 11, respectivamente.

$$\% \text{ retido simples na peneira } i = \frac{M_i}{M_t} \times 100 \quad [9]$$

$$\% \text{ retido acumulado na peneira } n = \frac{\sum_{i=1}^n M_i}{M_t} \times 100 \quad [10]$$

$$\% \text{ passante acumulado na peneira } n = 100 - \% \text{ retido acumulado na peneira } n \quad [11]$$

Onde:

$M_i$  é a massa retida na peneira  $i$ , em g; e

$M_t$  é a massa total do ensaio, em g.

Ao todo, foram realizados três ensaios seguindo esta metodologia. A partir dos percentuais calculados, foram construídas as curvas granulométricas, representadas pelos eixos % passante acumulado *versus* abertura da peneira (mm), e obtidos os diâmetros equivalentes de partículas, chamados de  $d_{95}$  e  $d_{50}$ . O  $d_{95}$  indica o diâmetro de partícula no qual 95% da massa da amostra se encontra abaixo, sendo importante para identificar os maiores tamanhos de partícula na amostra, chamado de *top size*. Já o  $d_{50}$ , de forma semelhante ao  $d_{95}$ , indica o diâmetro mediano, no qual 50% se encontra abaixo.

A partir das curvas granulométricas, foi avaliada a distribuição do tamanho das partículas minerais presentes no rejeito magnético em estudo.

#### 4.2.4. Ensaios de separação magnética

Pelo fato de a magnetita, principal mineral constituinte do rejeito em estudo, apresentar alta susceptibilidade magnética, a separação magnética foi realizada com o uso de um ímã de mão de baixa intensidade, com 900 Gauss.

Com o objetivo de avaliar o comportamento do rejeito magnético em diferentes faixas granulométricas, quando submetido a um campo magnético externo, foram selecionadas as frações retidas nas peneiras de 14# (1,2 mm), 48 # (0,3 mm) e 100# (0,15 mm). Então foram realizados três ensaios de separação magnética, sendo um para cada faixa de tamanho selecionada.

Em cada ensaio, o material foi disposto sobre uma bandeja de aço inoxidável e, com o auxílio de um ímã de mão revestido com plástico, a separação magnética foi efetuada em duas etapas, chamadas de etapa *Rougher* e etapa *Scavenger*. Na etapa *Rougher*, a amostra, chamada de alimentação, foi submetida ao campo magnético, sendo obtido duas frações, a magnética e a não magnética. Na etapa *Scavenger*, a fração não magnética obtida na etapa *Rougher*, foi submetida a um novo campo magnético e obtido duas novas frações, sendo uma magnética e a outra não magnética. A fração magnética da etapa *Rougher* representa o concentrado e a fração não magnética da etapa *Scavenger* foi considerado rejeito final. A Figura 35 mostra a o fluxograma das etapas do ensaio de separação magnética.

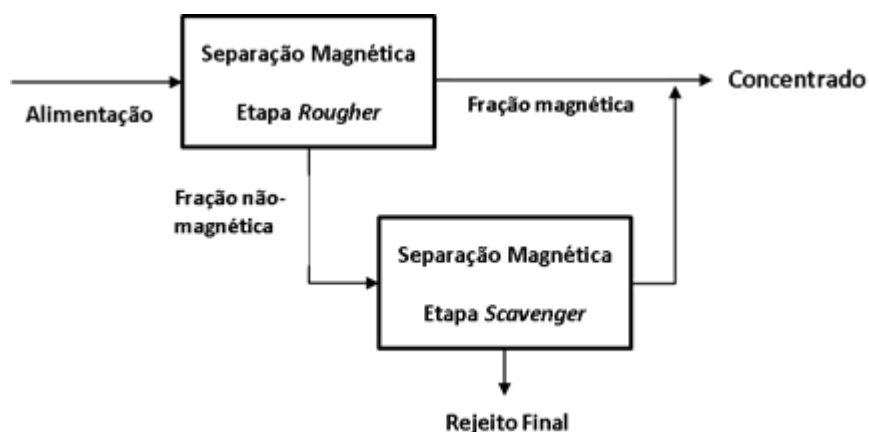


Figura 35 - Fluxograma das etapas de separação magnética

Fonte: Autoria própria (2019)

Na sequência, as três amostras (alimentação, concentrado e rejeito) foram analisadas quimicamente, em um espectrômetro de fluorescência de raios X, para a obtenção dos teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. A leitura do teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> se torna importante, considerando que a apatita é o mineral de interesse econômico para a empresa geradora do rejeito. Tendo posse dos teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> analisados, em %, foram obtidas a recuperação mássica e metalúrgica de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, bem como a razão de enriquecimento de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> no concentrado (magnético) e a razão de enriquecimento de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> no rejeito (não magnético), em %, através das Equações 12 a 15, respectivamente.

$$\text{Recuperação mássica (\%)} = \frac{\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ alimentação} - \% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ rejeito}}{\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ concentrado} - \% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ rejeito}} \times 100 \quad [12]$$

$$\text{Recuperação metalúrgica (\%)} = \text{Recuperação mássica (\%)} \times \frac{\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ concentrado}}{\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ alimentação}} \quad [13]$$

$$\text{Razão de enriquecimento de Fe}_2\text{O}_3 \text{ no concentrado} = \frac{\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ concentrado}}{\% \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ alimentação}} \quad [14]$$

$$\text{Razão de enriquecimento de P}_2\text{O}_5 \text{ no rejeito} = \frac{\% \text{P}_2\text{O}_5 \text{ rejeito}}{\% \text{P}_2\text{O}_5 \text{ alimentação}} \quad [15]$$

#### 4.2.5. Microscopia eletrônica de varredura – MEV com EDS

A análise com microscópio eletrônico de varredura foi realizada com o equipamento da marca JEOLJSM e modelo IT300LV, do laboratório de microscopia da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Os parâmetros experimentais foram: aumento de 100 a 2500 vezes, tensão de aceleração de 10 KV, uso de elétrons retroespalhados na obtenção das imagens e função EDS. A partir das imagens obtidas no MEV, os contornos dos grãos minerais foram identificados e avaliados qualitativamente quanto à forma em uma área selecionada da amostra, e os elementos químicos foram quantificados em toda a área da amostra.

#### 4.2.6. Microscopia quantitativa eletrônica - MQE

A análise com o Analisador Mineral Integrado da TESCAN – TIMA, foi realizada com o uso do equipamento da marca TESCAN, do Laboratório de Nanotecnologia da Rede Temática em Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de Ouro Preto. O equipamento é ilustrado pela Figura 36. A partir da análise, foi possível identificar e quantificar os minerais, bem como avaliar a distribuição de tamanho e a associação entre os mesmos. E, também, foi possível avaliar o grau de liberação das fases hematita/magnetita e apatita.



Figura 36 – Analisador mineral TESCAN – TIMA

#### 4.2.7. Difração de raios X

Para a identificação dos minerais presentes na amostra, foi utilizado o difratômetro D2 Phaser da marca Bruker, usando radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1,5419 \text{ \AA}$ ), velocidade de varredura de  $0,018 \text{ }^\circ 2\theta/\text{s}$ , corrente de 10 mA e tensão de 30 kV. O software utilizado para indexação dos picos foi: X'Pert HighScore Plus, utilizando o banco de dados International Center for Diffraction Data (ICDD). A análise foi realizada no Laboratório de Nanotecnologia da Rede Temática em Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de Ouro Preto.

#### **4.2.8. Análise termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD)**

Os ensaios térmicos, gravimétrico e diferencial, foram realizados no laboratório de análise térmica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, com o uso do equipamento da marca Shimadzu e modelo DTG – 60H, sob a atmosfera de nitrogênio a uma vazão de 50 mL/min. A temperatura variou de 22,5 a 800 °C. A partir dos resultados deste teste, foram construídas as curvas de análise termogravimétrica e termodiferencial *versus* temperatura. A partir das curvas, foi avaliado o comportamento da massa mediante a variação da temperatura.



## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Densidade e granulometria

A Tabela 8 apresenta os resultados de densidade do rejeito magnético, obtidos pela técnica de picnometria, cuja média foi de 4,67 g/cm<sup>3</sup>, com um desvio padrão relativamente baixo, ou seja, inferior a 3% em relação à média. Era esperado que a densidade apresentasse um valor alto se comparado ao do minério fosfático (3,2 g/cm<sup>3</sup>), visto a amostra é constituída, em sua maior parte, por óxidos de ferro (SILVA, 2016).

**Tabela 8 - Resultados de densidade do rejeito magnético**

Ensaio	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )
1	4,64
2	4,59
3	4,63
4	4,72
5	4,82
6	4,61
7	4,65
<b>Média</b>	<b>4,67</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>0,08</b>

Já os resultados de granulometria do rejeito magnético foram muito semelhantes nas triplicatas de peneiramento realizados. A análise granulométrica do primeiro peneiramento é apresentada na Tabela 9.

Considerando a densidade média de 4,67 g/cm<sup>3</sup> e a área da peneira de 314,16 cm<sup>3</sup>, a massa retida máxima recomendada em cada peneira, proposta por Gaudin, foi calculada conforme mostrado na Tabela 9. Nota-se que as massas retidas simples, retidas em cada peneira, apresentaram valor abaixo da massa máxima recomendada por Gaudin, o que mostra que os ensaios foram representativos, visto que as peneiras foram dimensionadas corretamente. Observa-se também que a perda de amostra no ensaio foi aceitável, de 1,4%, considerando que a massa inicial era de 500 g e a massa final foi de 492,82 g.

Tabela 9 - Análise granulométrica do primeiro peneiramento

Mesh (#)	Abertura (µm)	Abertura (mm)	Massa Retida Simples (g)	Massa de Gaudin (g)	% Retida Simples	% Retida Acumulada	% Passante Acumulada
14	1200	1,200	26,29	568,50	5,33	5,33	94,67
28	590	0,590	36,65	391,39	7,44	12,77	87,23
35	425	0,425	123,34	221,94	25,03	37,80	62,20
48	300	0,300	51,43	158,53	10,44	48,23	51,77
65	212	0,212	64,53	111,95	13,09	61,33	38,67
100	150	0,150	63,57	79,15	12,90	74,23	25,77
150	106	0,106	44,34	55,98	9,00	83,23	16,77
200	75	0,075	27,25	39,58	5,53	88,75	11,25
-200	-75	-0,075	55,42	-	11,25	100,00	0,00
<b>TOTAL</b>	-	-	<b>492,82</b>	-	<b>100,00</b>	-	-

A Figura 37 ilustra a curva granulométrica do peneiramento do rejeito magnético, no qual observa-se que 95% das partículas encontram-se abaixo de 1,23 mm (*top size*) e 50% das partículas apresentam tamanhos inferiores a 0,288 mm. Face ao tamanho máximo de partícula (*top size*) de 1,23 mm, cabe ressaltar que este material possui granulometria fina visto que o mesmo passou por moagem industrial antes de ser obtido via separação magnética de baixa intensidade.

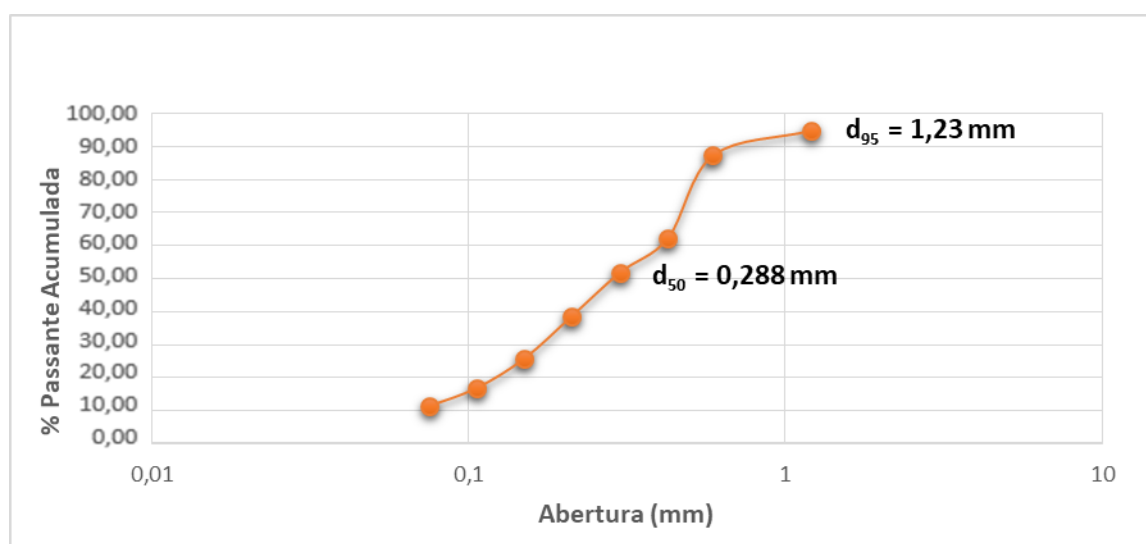


Figura 37 - Curva granulométrica do ensaio de peneiramento

A partir do ensaio de peneiramento, foram selecionadas três faixas granulométricas (1,2; 0,3 e 0,15 mm) para passarem pelo ensaio de separação magnética, cujos resultados são mostrados no tópico a seguir.

## 5.2. Resultados da separação magnética

Conforme citado no tópico 4.2.4, as amostras submetidas ao ensaio de separação magnética, chamadas de “alimentação”, são as frações retidas nas peneiras de 14, 48 e 100#. Após os respectivos ensaios de separação magnética, foram obtidos dois produtos, um sendo o “concentrado”, composto predominantemente por partículas com elevada susceptibilidade magnética, enquanto a outro chamado de “rejeito”, é composto em sua maior parte por partículas que apresentam baixa ou nenhuma susceptibilidade magnética.

Na análise química, através da espectrometria de fluorescência de raios X, foram obtidos os teores de  $P_2O_5$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $CaO$ ,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$  e  $TiO_2$ , para os três pontos de amostragem de cada ensaio (alimentação, concentrado e rejeito), que são apresentados na Tabela 10, onde o concentrado é representado pela fração magnética, enquanto o rejeito é a fração não magnética.

**Tabela 10 - Resultados de análise química da alimentação e produtos da separação magnética**

Fração Granulométrica	Ponto de Amostragem	Teores (%)						
		$P_2O_5$	$Fe_2O_3$	$MgO$	$CaO$	$Al_2O_3$	$SiO_2$	$TiO_2$
14# (1,2 mm)	Alimentação	1,26	80,79	5,07	2,82	3,25	6,37	11,82
	Concentrado	1,32	83,08	4,82	2,24	0,42	0,83	11,52
	Rejeito	6,24	43,09	1,39	12,05	0,77	6,46	24,99
48# (0,3 mm)	Alimentação	1,29	93,07	4,89	2,53	0,04	1,18	11,56
	Concentrado	1,02	95,84	5,11	2,03	0,08	0,86	11,6
	Rejeito	12,54	19,64	2,95	22,77	2,93	23,2	15,47
100# (0,15 mm)	Alimentação	1,75	83,49	5,30	3,52	3,46	7,23	9,07
	Concentrado	1,49	89,24	5,74	2,43	3,76	7,72	8,71
	Rejeito	15,00	21,06	2,57	25,87	2,11	15,35	13,99

Observa-se na Tabela 10 que, na fração de 0,15 mm, houve um maior aumento do teor de  $Fe_2O_3$  no concentrado se comparado ao da alimentação. Isto se deve ao fato de partículas mais finas geralmente apresentarem maior grau de liberação e, dessa forma, ocorreu maior seletividade quando as partículas de magnetita foram submetidas ao campo magnético externo. Também observou-se um maior teor de  $Fe_2O_3$  no rejeito da fração mais grossa, de 1,2 mm. Na fração mais fina, de 0,15 mm, o teor de  $SiO_2$  apresentou-se elevado se comparado ao das frações de 1,2 e 0,3

mm. Isto mostra que o mineral quartzo encontra-se fino e fortemente associado à magnetita nesta faixa.

Outro fator observado é que, após a separação magnética, os teores de  $P_2O_5$  nos rejeitos, obtidos nas três faixas de tamanho, apresentaram valores acima de 6%, sendo que, geralmente nas minas de rocha fosfática, o teor de corte (aquele a partir do qual a rocha é considerada minério) é na ordem de 5% de  $P_2O_5$ . Ou seja, existe a possibilidade de parte deste rejeito ser reincorporado ao processo de beneficiamento de rocha fosfática, mediante um estudo específico para este reaproveitamento.

Também se nota o elevado teor de  $TiO_2$  em ambas as faixas granulométricas. Atualmente, não há estudo de viabilidade econômica comprovado para o seu reaproveitamento, porém os minerais de titânio (ilmenita, rutilo, entre outros), apresentam baixa susceptibilidade magnética e, portanto, podem ser concentrados apenas com média a altas intensidades magnéticas (SILVA *et al.*, 2015).

A partir dos teores de  $Fe_2O_3$ , foram calculadas as recuperações mássica (RMAS) e metalúrgica (RMET) de  $Fe_2O_3$  e a razão de enriquecimento de  $Fe_2O_3$  no concentrado (REN  $Fe_2O_3$  Conc.). E, utilizando os teores de  $P_2O_5$ , da alimentação e do rejeito, foi calculada a razão de enriquecimento de  $P_2O_5$  no rejeito (REN  $P_2O_5$  Rej.). Os resultados são apresentados na Tabela 11.

**Tabela 11 - Recuperação mássica, metalúrgica e relação de enriquecimento**

Fração Granulométrica ( $\mu m$ )	Ponto de Amostragem	RMAS (%)	RMET (%)	REN $Fe_2O_3$ Conc.	REN $P_2O_5$ Rej.
14# (1,2 mm)	Alimentação	94,27	96,95	1,03	4,95
	Concentrado				
	Rejeito				
48# (0,3 mm)	Alimentação	96,36	99,23	1,03	9,72
	Concentrado				
	Rejeito				
100# (0,15 mm)	Alimentação	91,57	97,87	1,07	8,57
	Concentrado				
	Rejeito				

Ao analisar os resultados da Tabela 11, nota-se que as recuperações, mássica

e metalúrgica de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , ficaram acima de 90% nas três frações estudadas, ou seja, a maior parte deste material é recuperado no concentrado. Por exemplo, na faixa de 300  $\mu\text{m}$ , que apresentou maiores recuperações, 96,36% da massa total da alimentação foi recuperada no concentrado, e 99,23% da massa de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  da alimentação foi recuperação no concentrado.

Em relação à razão de enriquecimento de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  no concentrado, nota-se que não houve variação significativa entre as três faixas de tamanho estudadas, sendo observado um pequeno aumento na faixa de menor tamanho, de 0,15 mm. Conforme dito, isto se deve principalmente ao fato de partículas mais finas apresentarem maior grau de liberação. Houve uma maior razão de enriquecimento de  $\text{P}_2\text{O}_5$  no rejeito para as faixas de 0,3 e 0,15 mm, indicando que essa faixa pode servir de referência para trabalhos futuros de reaproveitamento deste material.

### 5.3. Microscopia eletrônica de varredura – MEV com EDS

A Figura 38 corresponde à imagem de elétrons retroespalhados, obtida através da técnica de MEV.

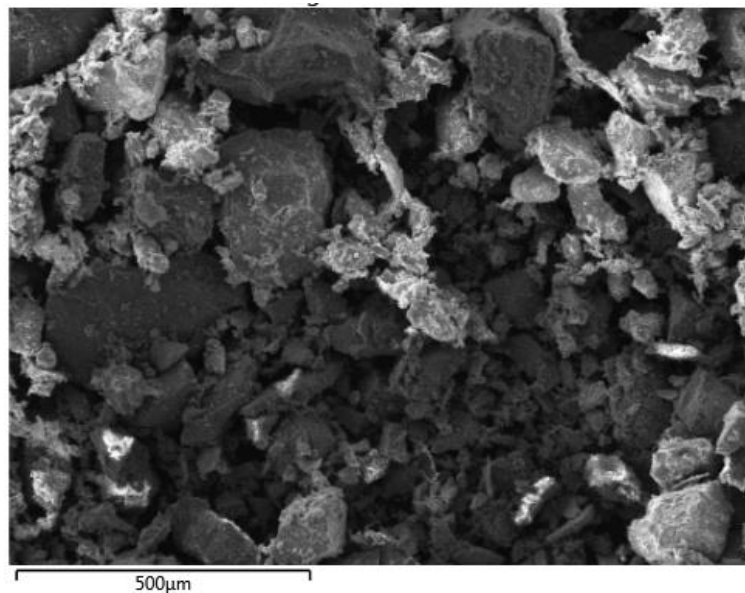
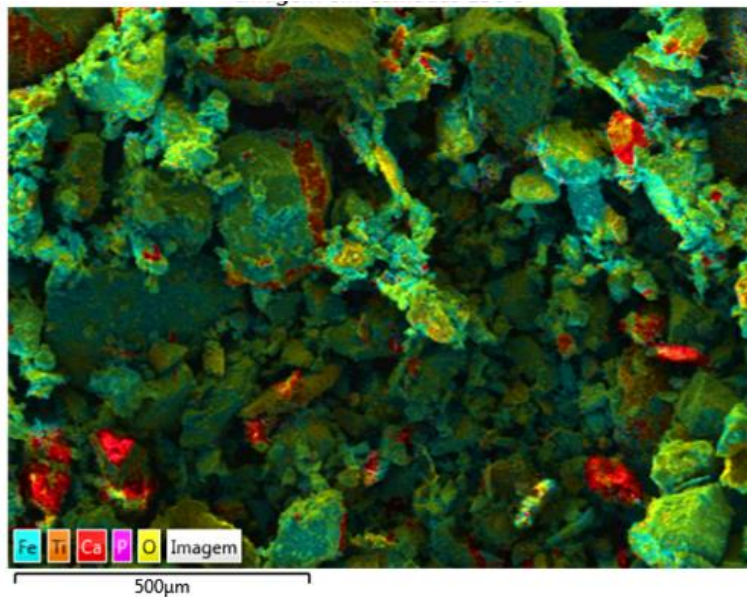


Figura 38 - Imagem de elétrons retroespalhados, obtida no MEV (100x)

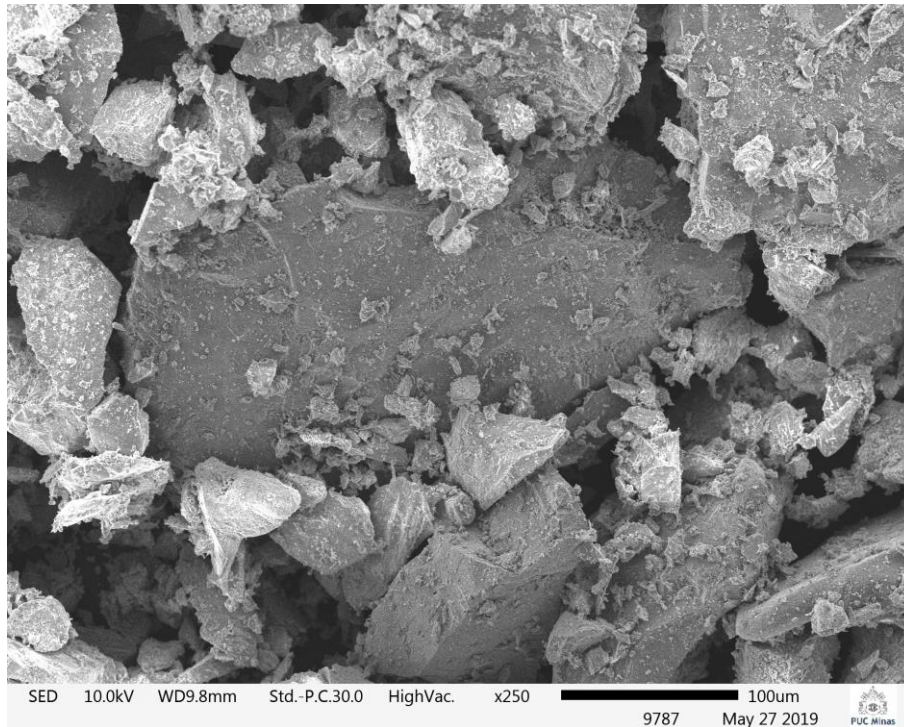
A Figura 39, mostra a imagem obtida no MEV utilizando a função EDS – Espectroscopia por Dispersão de Energia.



**Figura 39 - Imagem com dispersão de energia (EDS), obtida no MEV (100x)**

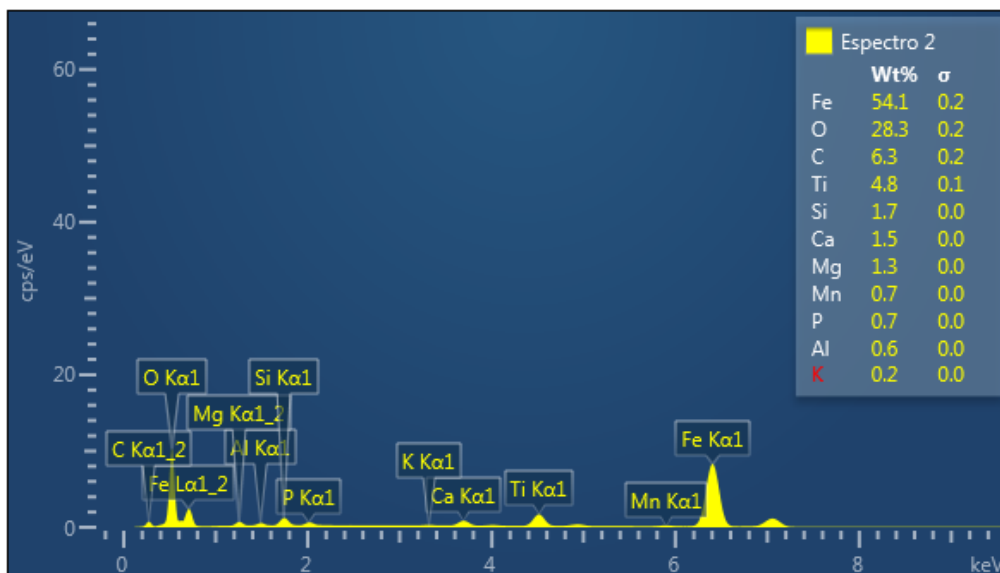
Nas imagens das Figuras 38 e 39, nota-se que há predominância do elemento ferro, (possivelmente na forma de hematita e magnetita) na amostra de rejeito magnético e a presença de outros minerais, em menor quantidade, que contêm os elementos titânio, cálcio e fósforo.

Na Figura 40, os minerais de coloração cinza claro são as partículas de maior densidade, representados possivelmente pela magnetita e hematita em diversos tamanhos. Também, pode-se ver que estes grãos minerais apresentam diferentes contornos, sendo em sua maior parte de angulação reta, o que é favorável para formação de compósitos particulados.



**Figura 40 - Imagem de elétrons retroespalhados, obtida no MEV (250x)**

A Figura 41 ilustra o espectro dos elementos identificados em uma microrregião da amostra, através da técnica EDS. Nota-se que há maiores picos dos elementos ferro e oxigênio, que reflete a grande presença dos óxidos de ferro.



**Figura 41 - Espectro obtido com a análise em MEV**

## 5.4. Microscopia quantitativa eletrônica - MQE

Através da técnica de MQE foi possível obter resultados importantes na caracterização mineral tais como a identificação e a quantificação de fases minerais, distribuição de tamanho de partículas, associações minerais e espectro de liberação da fase mineral de interesse que, neste estudo, é a fase hematita/magnetita. Embora o rejeito magnético, proveniente do beneficiamento de rocha fosfática, ser composto em sua maior parte por minerais de ferro, estes apresentam diferentes tamanhos, forma de grãos e distribuição de fases. A Figura 42 ilustra o mapa de fases da amostra global utilizada nesta análise, e observa-se que a mesma se apresenta desaglomerada e dispersa, que são premissas para uma boa representatividade dos resultados. Os resultados serão apresentados nos tópicos seguintes.

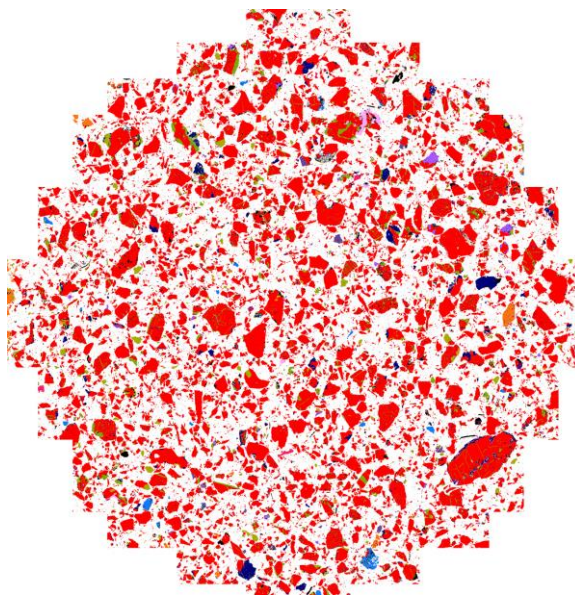


Figura 42 - Mapa de fases da amostra global utilizada na MQE

### 5.4.1. Identificação e quantificação dos minerais por volume

A partir das imagens de elétrons retroespalhados (BSE) e espectros de raios X característicos, foram obtidas informações mineralógicas do rejeito magnético. A Figura 43 ilustra a imagem de elétrons retroespalhados, de uma partícula



selecionada na amostra, na qual foram identificados seis minerais a partir dos picos correspondentes aos elementos químicos.

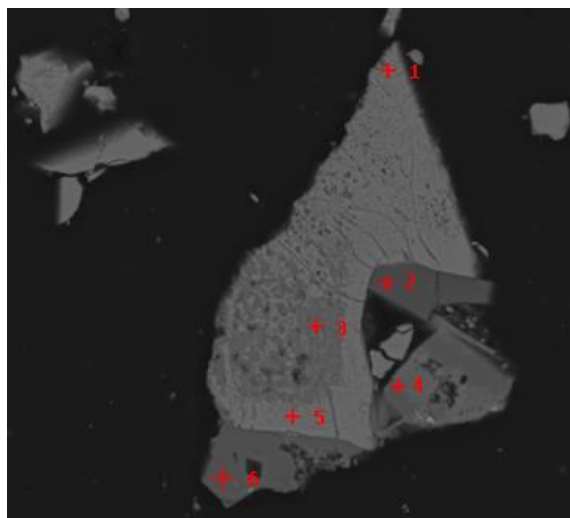


Figura 43 - Imagem de elétrons retroespalhados, obtido no MQE

Através da análise dos elementos químicos presentes nos espectros analisados e, a partir da correlação com um banco de dados, foram identificados os minerais hematita/magnetita, apatita, goethita, ulvospinel, rutilo, ilmenita, perovskita, quartzo, calcita, biotita, entre outros, caracterizando a partícula como mista. Cabe expor que cerca de 3% dos minerais contidos na amostra não foram identificados. A Tabela 12 apresenta os elementos químicos presentes e os minerais identificados para a Figura 43 e suas respectivas e possíveis fórmulas químicas.

Tabela 12 - Elementos químicos e minerais identificados

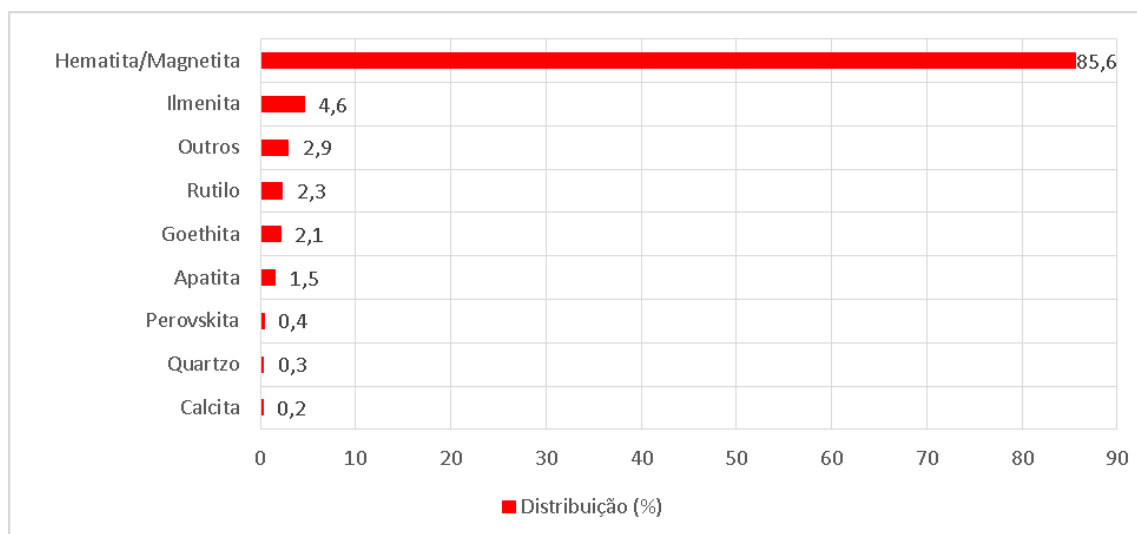
Espectro	O	Al	Si	P	Ca	Ti	Fe	Mineral	Fórmula
#1	30,44%	0,79%	0,75%	0,31%	0,15%	2,63%	64,88%	Hematita/Magnetita	$Fe_2O_3 / Fe_3O_4$
#2	34,84%	0,28%	1,01%	19,10%	42,97%	0,14%	1,62%	Apatita	$Ca_5(PO_4)_3(OH,F,Cl)$
#3	33,33%	1,21%	2,50%	0,90%	0,51%	0,45%	61,06%	Goethita	$FeO(OH)$
#4	42,80%	0,72%	1,62%	0,57%	0,32%	16,27%	37,65%	Ulvospinel	$Fe_2TiO_4$
#5	26,98%	0,43%	0,58%	0,25%	0,19%	1,71%	69,81%	Hematita/Magnetita	$Fe_2O_3 / Fe_3O_4$
#6	33,83%	0,21%	0,41%	0,19%	0,12%	64,32%	0,89%	Rutilo	$TiO_2$

Segundo Kruger e Pires (2018), os minerais hematita e magnetita são classificados como uma única fase hematita/magnetita devido às dificuldades da técnica em distinguir esses minerais, pois além de apresentarem brilhos próximos nas imagens BSE, possuem espectros de raios X característicos também próximos. No espectro da fase hematita/magnetita há predominância dos elementos ferro e

oxigênio, enquanto que na fase goethita há picos de ferro e oxigênio em menor intensidade do que na hematita/magnetita e também pequenos picos correspondentes ao silício e ao alumínio.

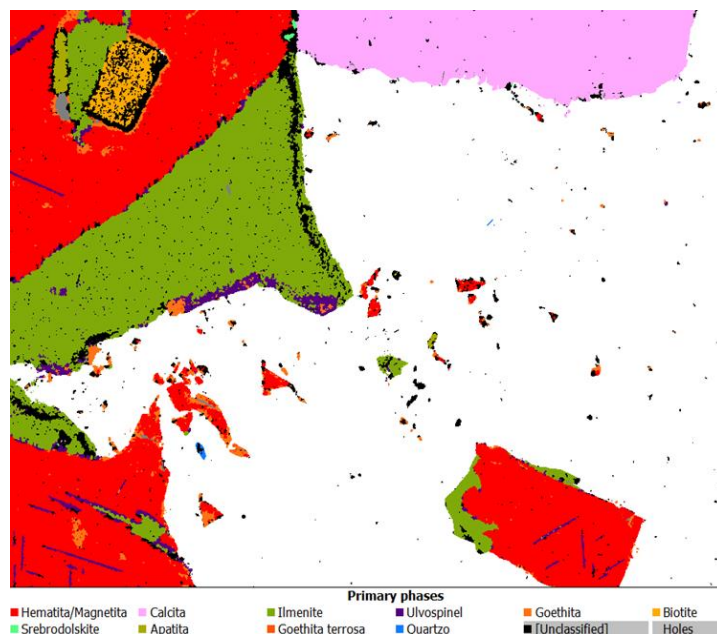
Na fase apatita observa-se maiores proporções de cálcio, seguido de oxigênio e fósforo. E, na fase rutilo, pode ser observada a presença significativa de titânio e oxigênio.

No espectro característico, as alturas relativas dos picos dos elementos permitiram determinar a distribuição percentual dos minerais. A Figura 44 mostra a quantificação das fases minerais identificadas. A partir da análise da distribuição das fases minerais, nota-se que a fase hematita/magnetita representa, em volume, 85% do rejeito magnético. Este resultado mostra a elevada eficiência da separação magnética industrial. Também, é notável a presença de 1,5% de apatita que representa a perda do mineral de interesse econômico para a mineradora doadora da amostra de rejeito magnético. E, também, cabe ressaltar que estes resultados condizem com a análise de fluorescência de raios X apresentada na Tabela 10.



**Figura 44 - Quantificação das fases minerais identificadas**

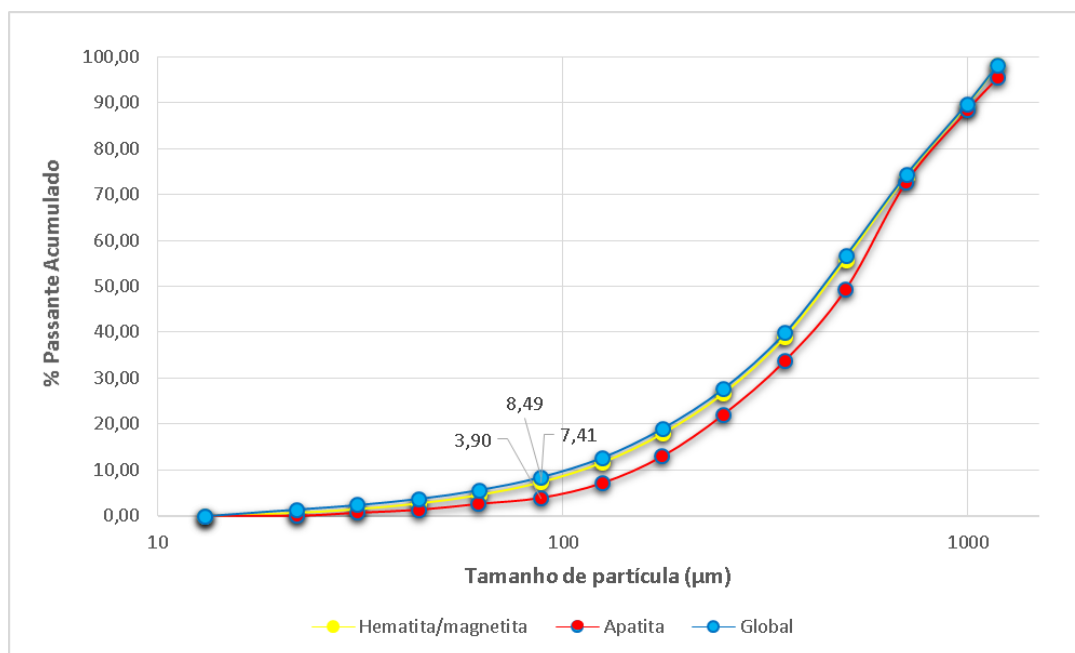
A Figura 45 ilustra o mapa de algumas fases minerais. Observa-se minerais de granulometria mais fina associados à hematita/magnetita. E, também, pode-se ver que hematita/magnetita e ilmenita apresentam granulometrias discrepantes, desde as maiores até as menores.



**Figura 45 - Mapa de fases minerais**

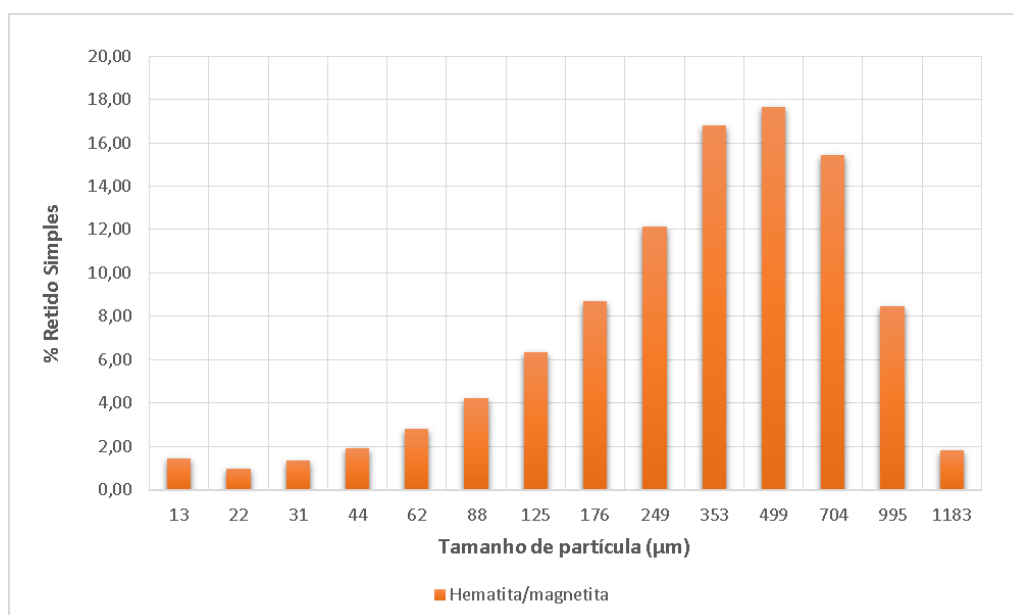
#### 5.4.2. Distribuição de tamanho e associações dos minerais

A Figura 46 apresenta a distribuição de tamanho da amostra global de rejeito magnético, das fases hematita/magnetita e apatita, sendo o eixo das ordenadas representado pelo percentual passante acumulado e o eixo das abscissas o tamanho de partícula, em micrômetros. Como a hematita/magnetita compõe 85% da amostra global, o comportamento das curvas granulométricas é bastante semelhante. A apatita apresenta maior granulometria se comparada à amostra global e à hematita/magnetita, pois a apatita apresenta apenas 3,90% de suas partículas abaixo de 88  $\mu\text{m}$ , enquanto a amostra global e a hematita/magnetita apresentam, respectivamente, 8,50 e 7,41%.



**Figura 46 - Distribuição de tamanho da hematita/magnetita, apatita e amostra global**

A Figura 47 ilustra o gráfico do percentual retido simples da amostra global *versus* tamanho de partícula, em micrômetros.

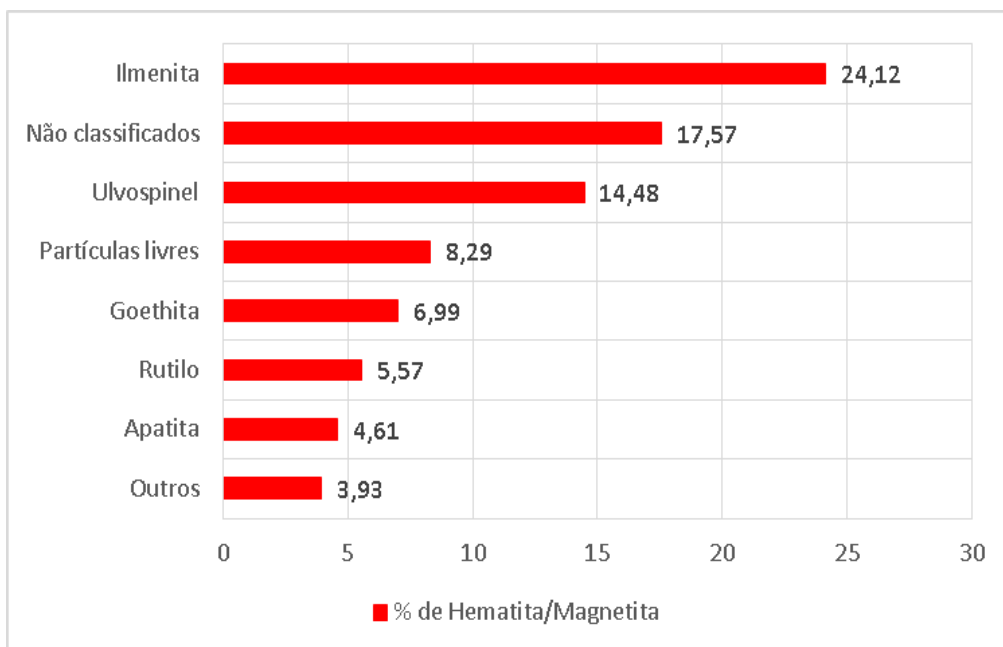


**Figura 47 - Percentual retido simples da amostra global**

Analisando o gráfico da Figura 47, observa-se que 46,6% da amostra global e 40,4% da hematita/magnetita encontra-se no intervalo de 249 a 499 µm. Este

resultado está coerente com os da caracterização granulométrica com peneiramento combinado, pois neste 48,6% da amostra global encontra-se entre 212 e 425 µm, conforme apresentado na Tabela 9.

A Figura 48 mostra as associações da hematita/magnetita com outros minerais. Nota-se que dos 85,56% de hematita/magnetita na amostra de rejeito magnético, 24,12% estão associados com ilmenita, 14,48% com Ulvospinel. Isto mostra a forte associação da fase em estudo com minerais que contêm o elemento titânio. Isto pode ser explicado pela disposição das rochas nas minas de fosfato, onde a rocha hospedeira do óxido de titânio sobrepõe à rocha que contém o óxido de ferro em abundância. Também, cabe destacar que apenas 8,29% de partículas de hematita/magnetita encontram-se livres. Este resultado mostra que, apesar das altas recuperações mássica e metalúrgica de  $Fe_2O_3$  tenham sido obtidas nos ensaios de separação magnética, um grande percentual de hematita/magnetita se encontra associado a outros minerais. Para o aumento do espectro de liberação da fase estudada, seria necessário realizar a cominuição, que oneraria bastante o beneficiamento.



**Figura 48 - Distribuição de hematita/magnetita associada a outros minerais**

### 5.4.3. Grau de liberação das fases

O gráfico, da Figura 49, apresenta a distribuição das partículas de hematita/magnetita e apatita por grau de liberação, em percentual.

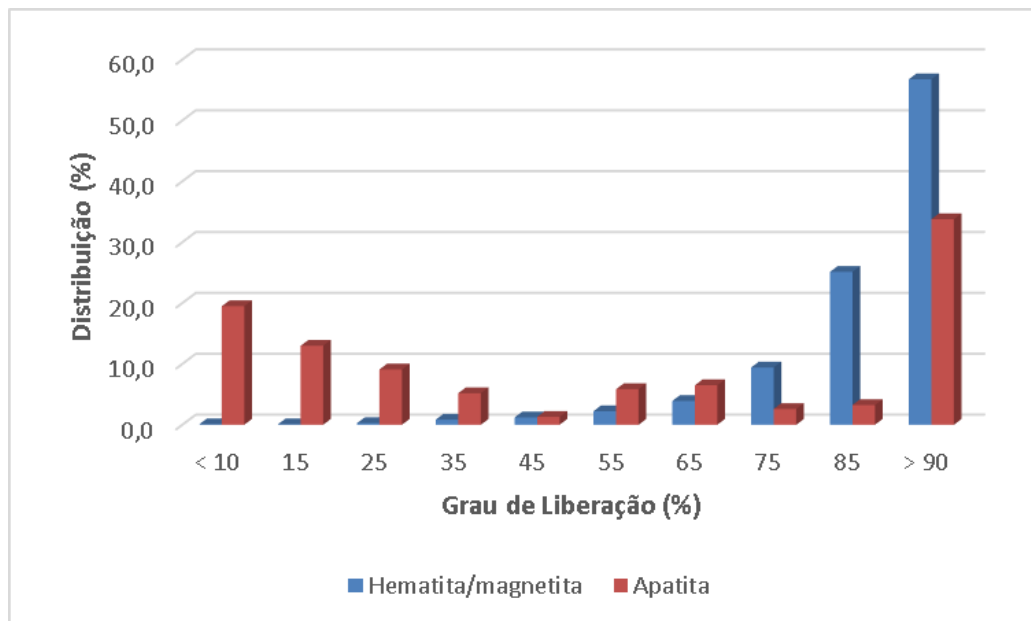


Figura 49 - Distribuição da hematita/magnetita e apatita por grau de liberação

A partir da análise dos resultados mostrados na Figura 49, evidencia-se que do total de hematita/magnetita presente na amostra de rejeito magnético, cerca de 82% das partículas possuem grau de liberação acima de 85%, ou seja, se encontram suficientemente liberadas. Já em relação às partículas de apatita, 37% das mesmas possuem grau de liberação superior a 85%, indicando que a hematita/magnetita se encontra muito mais liberada do que a apatita. Portanto, para um melhor reaproveitamento da apatita, que representa apenas 1,54% em massa no rejeito magnético, seria necessário realizar novas etapas de moagem do rejeito magnético para o aumento do grau de liberação para valores acima de 80%. Geralmente, as etapas de moagem são grandes consumidoras de energia, o que caberia a um estudo de viabilidade econômica mais detalhado.

Os resultados da distribuição da associação da hematita/magnetita com outros minerais, conjuntamente com os resultados do grau de liberação, mostram que para se obter a fase hematita/magnetita liberada, seriam necessárias novas etapas de moagem e separação magnética.

## 5.5. Difração de raios X

O difratograma de raios X, ilustrado pela Figura 50, apresentou picos característicos que possibilitaram verificar a presença de magnetita, hematita, ilmenita, fluorapatita e periclásio. Também foram identificados os compostos carbonato de cálcio, dióxido de silício, dióxido de titânio e óxido hidróxido de ferro. Os resultados da difração de raios X confirmam os resultados obtidos com a microscopia quantitativa eletrônica (vide Figura 44) pois, com a exceção do mineral periclásio, que possivelmente está entre os 3% que não foram identificados, estão bem correlacionados com os da Figura 50, que apresenta os minerais identificados por difração de raios X. A técnica de difração de raios X permitiu identificar separadamente a presença de hematita e magnetita. Da intensidade relativa dos picos apresentados pela magnetita e hematita, conclui-se que a fração de magnetita é bem superior à hematita. Uma quantificação da porcentagem de cada mineral poderá ser realizada futuramente a fim de complementar os resultados de MQE.

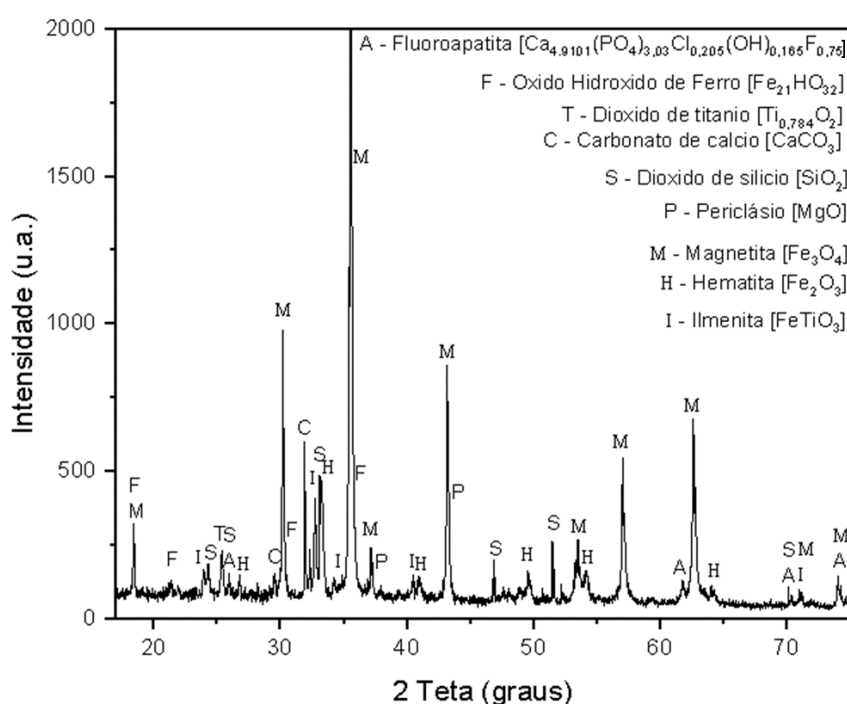


Figura 50 - Difratograma de raios X da amostra de rejeito magnético

## 5.6. Análise termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD)

A Figura 51 mostra as curvas de análise termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD) obtidas simultaneamente, numa amostra de rejeito magnético contendo minerais como hematita/magnetita, ilmenita, rutilo, goethita, apatita, calcita, entre outros identificados nas análises anteriores.

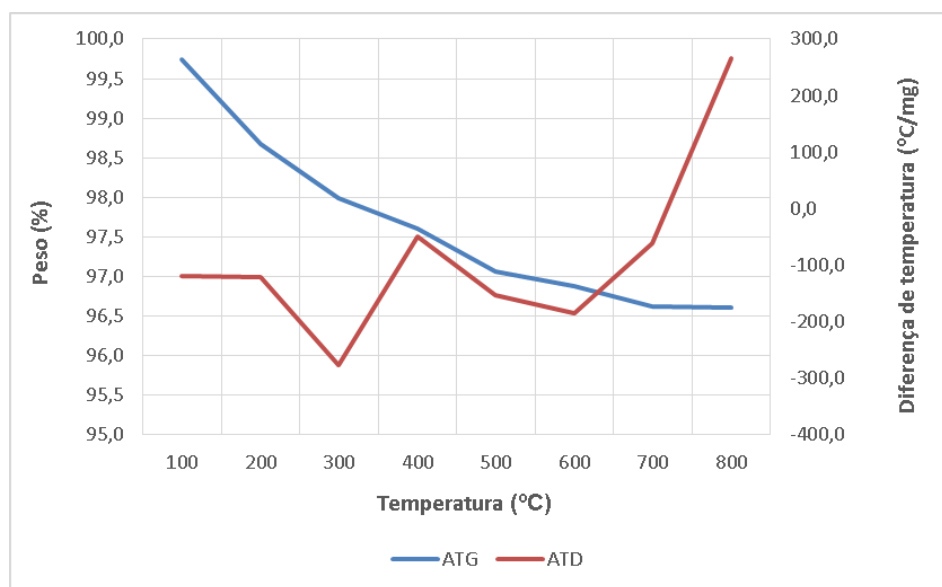


Figura 51 - Curvas de análise termogravimétrica e termodiferencial

Ao analisar a curva ATG, nota-se que, ao atingir a temperatura máxima de 800 °C, a amostra perdeu, aproximadamente, 3,40 % de massa, que se trata de uma perda pequena considerando que mais de 85 % da amostra é composta pela fase hematita/magnetita, a qual funde em temperaturas acima de 1595 °C. Houve uma perda de 1,32 % da massa até aproximadamente 200 °C, possivelmente referente à dessorção de água da superfície das partículas. Entre 200 e 300 °C houve uma pequena perda de 0,68 % possivelmente devido à desidroxilação da goethita pois, segundo Neumann *et al.* (2010), nesta faixa de temperatura a goethita ( $\text{FeOOH}$ ) se transforma em hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ). De 600 a 800 °C a perda de massa, de aproximadamente 0,28% foi possivelmente decorrente da eliminação de  $\text{CO}_2$  da calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) (NEUMANN *et al.*, 2004). Como a calcita contém 44 % de  $\text{CO}_2$ , o mineral é quantificado em 0,64 %. Na microscopia quantitativa eletrônica, a calcita foi quantificada em 0,2 %, porém cabe ressaltar que 2,9 % dos minerais não foram



SILVA, F.B.R. Análise das principais variáveis na flotação industrial do complexo de mineração de Tapira - MG. 2016. 198 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Uberlândia. 2016.

SILVA, F.B.R.; DINIZ, E.S; AMARAL, J.T.L; CASTRO, G.F; NUNES, F.A.F. Automatização do controle de nível de polpa das polias magnéticas do Complexo de Mineração de Tapira. In: XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 2015, Poços de Caldas – MG.

SOUZA, A. A. P. Caracterização mineralógica de itabiritos da Serra do Sapo, MG: Aplicação da técnica *Mineral Liberation Analyser* – MLA. 2014. 121 f. Dissertação (Mestrado em Geologia). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.

ULSEN, C. Caracterização e separabilidade de agregados miúdos produzidos a partir de resíduos de construção e demolição. 2011. 239 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

VENKATRAMAN, P.; KNOLL, F. S. e LAWYER, J.E. Magnetic and electrostatic separation. In: Principles of Mineral Processing, Eds. Fursteneau, SME Editors, 2006, p. 221-244.

VINHAL, J. T.; HÚNGARO, R. C.; ESPINOSA, D.C.R.; TENÓRIO, J.A.S. Caracterização de rejeito proveniente do processo de flotação do minério willemítico. In: XXVIII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. Belo Horizonte, 2019. Anais, Belo Horizonte, 2019, p. 1 - 8.

von Kruger, F. L.; Pires, K. S. A microscopia quantitativa eletrônica (MQE) aplicada a minérios de ferro. Universidade Federal de Ouro Preto. REDEMAT. Ouro Preto, 2018.

quantificados nesta técnica.

Em relação à curva de ATD, observa-se o comportamento endotérmico (absorção de calor) da amostra até a temperatura de 700 °C, com diferenças de temperatura negativas. O pico na temperatura de 300 °C corresponde possivelmente à desidroxilação da goethita enquanto o pico na temperatura de 600 °C está possivelmente relacionado à descarbonatação da calcita (NEUMANN *et al.*, 2004). Quanto ao pico na temperatura de 400 °C, suspeita-se da perda de água estrutural da apatita (AZEVEDO *et al.*, 2015).

## 6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos trouxeram informações de suma importância na caracterização do rejeito magnético além de ter mostrado a boa representatividade da técnica de microscopia quantitativa eletrônica, uma vez que os resultados qualitativos foram confirmados pela técnica de difração de raios X.

Verificou-se que o rejeito apresentou elevada densidade (aproximadamente 4,67 g/cm<sup>3</sup>) se comparada à do minério fosfático (3,20 g/cm<sup>3</sup>) devido à presença de óxidos de ferro na amostra. Ainda, o estudo mostrou que o rejeito do ensaio de separação magnética (etapa *Scavenger*) apresentou teor de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> maior do que 5 %, sendo que, este é um dos critérios utilizados para classificar a rocha fosfática como minério. Cabe ressaltar que a razão de enriquecimento de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi superior nas faixas de granulometria mais fina, sendo esta uma possível referência de tamanho para reaproveitamento deste composto de interesse para a indústria mineradora de fosfato. Porém, a fase apatita, que contém P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> em abundância, apresenta maior granulometria e menor grau de liberação se comparada à fase hematita/magnetita. Isto mostra que a viabilidade econômica de recuperação do P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> no rejeito com maior granulometria é baixa visto a necessidade de estágios de moagem adicionais.

A MQE indicou a presença predominante da fase hematita/magnetita suficientemente liberada e de outros minerais em menor quantidade, como ilmenita, rutilo, goethita, apatita, perovskita, quartzo e calcita. A técnica de difração de raios X corroborou com às análises de MQE e ainda mostrou que presença de magnetita é bastante superior à de hematita.

O rejeito magnético, embora seja composto em sua maior parte por magnetita e hematita, é complexo do ponto de vista mineralógico. Além disso a elevada densidade do rejeito dificulta e encarece o seu transporte. Portanto, sugere-se um estudo de reaproveitamento deste material na forma *in situ*, ou seja, sem realizar novas etapas de beneficiamento.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ÁVILA, Kelly de Souza Pires. Caracterização mineralógica de rejeitos de flotação de itabiritos do Quadrilátero Ferrífero utilizando microscopia quantitativa eletrônica. 2018. 94 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Ouro Preto. REDEMAT. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais. Ouro Preto. 2018.

AZEVEDO, A. G.; STRECKER, K.; GORGULHO, H. F. Efeito da temperatura em processos de sinterização de pós de hidroxiapatita. HOLOS, [S.l.], v.3, 2015. p.52-59, ISSN [ISSN 1678-4553](#). Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132015613571879>>. Acesso em: 09 mar. 2020.

CARMO, Sheila Schuindt *et al.* Estudos de caracterização tecnológica em amostras de minério de ferro de baixo teor. HOLOS, [S.l.], v.3, jul.2014. p.35-43, ISSN 1807-1600. Disponível em: <http://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/1772>>. Acesso em: 18 nov. 2016.

CEKINSKI, E. Tecnologia de produção de fertilizantes. São Paulo: IPT, 1990. Cap. 3, p. 35-130: Fertilizantes fosfatados. (Publicações IPT, 1816).

CORREIA, J. C.G. Classificação e Peneiramento. In: LUZ, Adão Benvindo *et al.* Tratamento de minérios. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 2010. p. 257-295.

COSTA, E. N. Peneiramento de partículas finas e ultrafinas com adição de dispersantes. 2014. 78 f. Monografia (Especialização em Tratamento de Minérios). Universidade Federal de Goiás. Catalão, p. 15, 2014.

DUTRA, C.V., GOMES, C.B. A fluorescência de raios X na geologia. In: *Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia*. São Paulo: Edagard Blücher, 1984. p. 84-120.

FANDRICH, R. *et al.* Modern SEM-based mineral liberation analysis. *International Journal of Mineral Processing*, v.84, p.310-320, 2007.

FERREIRA, R. F. Estudo de liberação das fases minerais em minérios de ferro. 2013. 228 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral). Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto. 2013.

GOES, M. A. C; LUZ, A. B. e POSSA, M.V. Amostragem. In: LUZ, Adão Benvindo *et*

*al.* Tratamento de minérios. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 2010. p. 23-42.

GU, YING. Automated Scanning Electron Microscope Based Mineral Liberation Analysis. An Introduction to JK/MRC/ FEI Mineral Liberation Analyser, In.: Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering, USA, v. 2, p. 33-41, 2003.

HASUI Y & CORDANI UG. Idade Potássio-Argônio de rochas eruptivas Mesozóicas do Oeste Mineiro e sul de Goiás. In: Congresso Brasileiro de Geologia, 22., Belo Horizonte, 1968. Anais, Belo Horizonte, SBG, 1968, p. 139-143.

KULAY, L, A: Uso da análise de ciclo de vida para comparação do desempenho ambiental das rotas úmida e térmica de produção de fertilizantes fosfatados. 314 p. Tese (Doutorado) –Universidade de São Paulo, São Paulo, 2004.

LEAL FILHO, L. S. Aspectos Relevantes na Separação Apatita/ Minerais de Ganga Via Processo Serrana. São Paulo, 1991. 265p. Tese (Doutorado) –Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

NEUMANN, R; SCHENEIDER, C.L. e NETO, A.A. Caracterização tecnológica de minérios. In: LUZ, Adão Benvindo *et al.* Tratamento de minérios. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 2010. p. 94-136.

REIS, R.C. Estudo da Estabilidade de Taludes da Mina de Tapira-MG. Ouro Preto: Programa de Pós-Graduação em Geotecnia da Universidade Federal de Ouro Preto, 2010. P. 21-34 (Dissertação de mestrado em Engenharia Mineral).

SAMPAIO, Ney Pinheiro. Construção de banco de dados de minerais brasileiros para Analisador Mineral Integrado, acoplado a Sistema MEV-EDS automatizado. 2016. 261 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2016.

SAMPAIO, J.A.; FRANÇA, S.C.A; BRAGA, P.F.A. Tratamento de Minérios: Práticas Laboratoriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2007. p. 37-74.

Sampaio, J. A. e Luz, A. B. Separação magnética e eletrostática. In: Luz, A. B.; Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de Minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p. 303-335.

SHIMIZU, V. K. Classificação e caracterização de tipos de minérios de cobre da Mina de Sossego – região de Carajás. 2012. 138 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.