

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

Belchiolina Flávia Ferreira

# ESTUDO DO REJEITO MAGNÉTICO DE FOSFATO DA REGIÃO DE TAPIRA/MG VISANDO O REAPROVEITAMENTO SUSTENTÁVEL E A ECONOMIA CIRCULAR

Ouro Preto - MG Dezembro de 2022



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

# ESTUDO DO REJEITO MAGNÉTICO DE FOSFATO DA REGIÃO DE TAPIRA/MG VISANDO O REAPROVEITAMENTO SUSTENTÁVEL E A ECONOMIA CIRCULAR

# Belchiolina Flávia Ferreira

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Taíse Matte Manhabosco Coorientador: Prof. Dr. Guilherme Jorge Brigolini Silva

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 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 Dezembro de 2022

# SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

F383e	Ferreira, Belchiolina Flavia. Estudo do rejeito magnético de fosfato da região de Tapira/MG visando o reaproveitamento sustentável e a economia circular. [manuscrito] / Belchiolina Flavia Ferreira 2022. 61 f.: il.: color., gráf., tab., mapa.
	Orientadora: Profa. Dra. Taise Matte Manhabosco. Coorientador: Prof. Dr. Guilherme Jorge Brigolini Silva. Produção Científica (Especialização). Universidade Federal de Ouro Preto. Rede Temática em Engenharia de Materiais.
	1. Rejeitos (Metalurgia). 2. Barragens de rejeitos. 3. Sustentabilidade e meio ambiente. 4. Economia compartilhada. I. Manhabosco, Taise Matte. II. Silva, Guilherme Jorge Brigolini. III. Universidade Federal de Ouro Preto. IV. Título.
	CDU 624.014

Bibliotecário(a) Responsável: CRISTIANE MARIA DA SILVA - CRB6-3046



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO REITORIA INSTITUTO DE CIENCIAS EXATAS E BIOLOGICAS DEPARTAMENTO DE FISICA



#### FOLHA DE APROVAÇÃO

Belchiolina Flávia Ferreira

Estudo do rejeito magnético de fosfato da região de Tapira/MG visando o reaproveitamento sustentável e a economia circular

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.

Aprovada em 09 de Dezembro de 2022

Membros da banca

Doutora - Taíse Matte Manhabosco - Orientadora (Universidade Federal de Ouro Preto) Doutor - Danton Heleno Gameiro - (Universidade Federal de Ouro Preto) Doutor - Domingos Sávio Resende - (Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais)

Taíse Matte Manhabosco, orientador do trabalho, aprovou a versão final e autorizou seu depósito na Biblioteca Digital de Trabalhos de Conclusão de Curso da UFOP em 05/01/2023



Documento assinado eletronicamente por **Taise Matte Manhabosco**, **PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 05/01/2023, às 10:10, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do <u>Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015</u>.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <u>http://sei.ufop.br/sei/controlador\_externo.php?</u> <u>acao=documento\_conferir&id\_orgao\_acesso\_externo=0</u>, informando o código verificador **0453751** e o código CRC **ADFC2B28**.

Referência: Caso responda este documento, indicar expressamente o Processo nº 23109.000152/2023-02

SEI nº 0453751

R. Diogo de Vasconcelos, 122, - Bairro Pilar Ouro Preto/MG, CEP 35402-163 Telefone: 3135591667 - www.ufop.br

# AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus, por me conceder saúde e sabedoria para seguir sempre em frente. Obrigada por ser a minha força e o meu guia em todos os momentos.

Agradeço imensamente à professora Taíse, minha orientadora, por ter me ajudado a seguir no caminho da pós-graduação. Muito obrigada por tudo!

Ao professor coorientador, Guilherme Brigolini, pela ajuda com as caracterizações do rejeito e com a análise quantitativa das amostras.

Aos meus pais, Joaquim e Gasparina, pelo apoio e incentivo em todos os momentos da minha vida. Por acreditarem em mim, e não medirem esforços para a concretização dos meus sonhos. Sem vocês, nada seria possível.

À minha irmã Mirian, mesmo com a distância, sempre se fez presente na minha vida e estará sempre em meu coração. Obrigada pelo companheirismo, apoio e amizade incondicional.

Ao meu esposo e companheiro Hugo, que se fez presente em momentos cruciais, suavizando, com seu estímulo e companhia, as árduas jornadas de trabalho.

Aos membros da banca examinadora, pelo interesse e disponibilidade.

A todos os meus professores do curso de Especialização em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Ouro Preto, pela excelência da qualidade técnica de cada um.

A todos os alunos do curso de Especialização em Engenharia de Materiais da REDEMAT, especialmente à Kéthura, Karolyne, Fernando Brandão e Paulo Menezes, pelos obstáculos superados nesse período de estudos.

Aos laboratórios da UFOP e CEFET/MG e a seus técnicos e administradores pela atenção e apoio durante o trabalho.

E, por fim, agradeço à AREA por tornar possível a realização deste curso em Araxá, o qual agregará muito conhecimento na minha vida profissional.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Esquema geral do processo de beneficiamento do minério bruto17
Figura 3.2: Gráfico com a evolução na geração dos resíduos sólidos da mineração de MG no período compreendido entre 2008 e 201719
Figura 3.3: Gráfico com a evolução da geração de material estéril e rejeitos em Minas Gerais, no período entre 2008 e 201719
Figura 3.4: Fluxo do modelo de Economia Linear20
Figura 3.5: Fluxo do modelo de Economia Circular21
Figura 3.6: Pátio de estocagem da Areia Sustentável na Mina de Brucutu23
Figura 3.7: Processo produtivo da Vale23
Figura 3.8: Fábrica de Blocos da Vale24
Figura 3.9: Pisos intertravados produzidos pela Vale24
Figura 3.10: Layout geral do CMT25
Figura 3.11: Localização do CMT26
Figura 3.12: Fluxograma simplificado da usina de beneficiamento do CMT27
Figura 3.13: (a) Série de peneiras instaladas em peneirador vibratório; (b) peneira encaixada em fundo cego para peneiramento manual29
Figura 3.14: Peneiramento a úmido em escala de laboratório
Figura 3.15: Desenho esquemático da coluna de um MEV
Figura 3.16: Esquema de funcionamento do EDS34
Figura 3.17: Representação da difração de raios X35
Figura 4.1: Organograma da metodologia de trabalho
Figura 4.2: Depósito de rejeito magnético de fosfato de Tapira/MG37
Figura 4.3: Pilha cônica do rejeito de fosfato
Figura 4.4: Pilha alongada em bancada39
Figura 4.5: Fluxograma preparação das amostras para peneiramento
Figura 4.6: Metalizadora do Laboratório Multiusuário da UFU41
Figura 4.7: Redução granulométrica para difração de raios X
Figura 4.8: A - Peneirador suspenso; B - Peneiras da série Tyler selecionadas42
Figura 4.9: A – Material passante na malha 0,15 mm em decantação; B – Ensaio 1; C - Ensaio 2; D – Ensaio 3; E – Estufa à 100ºC43

Figura 4.10: Microscópio Eletrônico de Varredura MEV43
Figura 4.11: Detector para análise de elementos químicos EDS44
Figura 5.1: Gráfico da análise granulométrica do rejeito de fosfato45
Figura 5.2: Imagens de rejeito magnético de fosfato obtida ao MEV com granulometria de 0,15-0,3 mm46
Figura 5.3: Somatória dos minerais presentes na amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm47
Figura 5.4: Composição química do Ponto 1 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm47
Figura 5.5: Composição química do Ponto 2 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm
Figura 5.6: Composição química do Ponto 3 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm
Figura 5.7: Composição química do Ponto 4 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm
Figura 5.8: Composição química do Ponto 5 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm
Figura 5.9: Mapeamento químico da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm
Figura 5.10: Imagens de rejeito magnético de fosfato obtida ao MEV com granulometria de 0,3-0,6 mm
Figura 5.11: Somatória dos minerais presentes na amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm
Figura 5.12: Composição química do Ponto 1 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm
Figura 5.13: Composição química do Ponto 2 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm
Figura 5.14: Composição química do Ponto 3 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm
Figura 5.15: Composição química do Ponto 4 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm
Figura 5.16: Mapeamento químico da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm
Figura 5.17: Difratograma de raios X da amostra de rejeito magnético de fosfato, com superposição de picos. Minerais identificados: magnetita, hematita, ilmenita e fluorapatita

# LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Série Tyler de peneiras para análise granulométrica	.28
Tabela 4.1: Técnicas e equipamentos utilizados na caracterização do rejeito	.42
Tabela 5.1: Média da análise granulométrica	.45
Tabela 5.2: Ficha cristalográfica da difração de raios X da amostra de reje magnético de fosfato	∍ito .53
magnetico de losialo	.55

# LISTA DE SIGLAS E ABREVIAÇÕES

BSE	Elétrons retroespalhados
CEFET/MG	Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais
CMT	Complexo de Mineração de Tapira
EDS	Espectrometria de energia dispersiva de raios x
FEAM	Fundação Estadual do Meio Ambiente
ICDD	Centro Internacional de Dados de Difração
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
IPEA	Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada
MQE	Mineralogia Quantitativa Eletrônica
SE	Elétrons secundários
UFOP	Universidade Federal de Ouro Preto
UFU	Universidade Federal de Uberlândia

### RESUMO

Atualmente a conservação do meio ambiente e a sustentabilidade se tornaram duas demandas essenciais para a sociedade e para as empresas. Diante de questões ambientais e sociais, para a atividade de extração de minérios é indispensável o desenvolvimento de estudos e pesquisas que visem minimizar os impactos causados pela disposição dos rejeitos de mineração, de modo que parte desse material possa ser reaproveitado ou descartado de forma sustentável. O presente trabalho avalia e caracteriza amostras de rejeito magnético de fosfato proveniente da região de Tapira/MG, visando o reaproveitamento sustentável do rejeito e a economia circular. Para tanto, o rejeito magnético de fosfato foi avaliado quanto à sua composição e propriedades físicas. Foram realizados análise granulométrica, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectrometria de energia dispersiva de raios x (EDS) e Difratometria de raios X. Pode-se concluir através da análise granulométrica que 75% das partículas do rejeito magnético de fosfato apresentam granulometria inferior a 0,6 mm e o valor de módulo de finura foi de 1,5, portanto pode-se classificar o rejeito com granulometria fina. Para análise ao MEV/EDS, foram separadas duas faixas granulométricas do rejeito: 0,15-0,3 mm e 0,3-0,6 mm e foi possível constatar que as duas faixas do rejeito apresentam partículas irregulares e que a composição química de um mesmo particulado não é homogênea, dando indícios de que o rejeito possui partículas não liberadas. Entretanto, observa-se uma maior presença de materiais finos aderidos a uma partícula maior na faixa granulométrica 0,3-0,6mm em relação a faixa granulométrica 0,15-0,3 mm. O mapeamento químico mostra que o elemento majoritário é o ferro, e tem-se a presença de material contendo titânio, magnésio e manganês nas duas faixas, além da presenca de cálcio, fósforo e alumínio na faixa 0.6-0.3 mm. Através da difração de raios X, verifica-se que o rejeito é composto basicamente por magnetita, hematita, ilmenita e fluorapatita, sendo a magnetita o mineral dominante na amostra. Portanto, o rejeito magnético de fosfato apresenta potencial para ser utilizado como, por exemplo, na construção civil como um substituto da areia fina em concretos e argamassas. Dessa forma, é possível promover uma economia circular no setor da mineração e preservar o meio ambiente dos impactos gerados pela grande quantidade de rejeito descartado em barragens da região de Tapira/MG.

**Palavras-Chave:** Rejeito Magnético de Fosfato. Caracterização de Rejeitos. Sustentabilidade Ambiental. Economia Circular.

# ABSTRACT

Environmental conservation and sustainability have become two essential demands for society and companies. The mining activity faces environmental and social issues requiring solutions that minimize the impacts, among them those caused by the disposal of mining waste. In this work, we evaluate and characterize samples of magnetic phosphate waste from the region of Tapira/MG, which is fundamental for its sustainable reuse in a circular economy. We assess the composition and physical properties of magnetic phosphate waste through granulometric analysis, Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), and X-ray Diffraction. It can be concluded through the granulometric analysis that 75% of the particles of the magnetic phosphate waste have a granulometry smaller than 0.6 mm and the fineness modulus value was 1.5, therefore, the waste can be classified with fine granulometry. For SEM/EDS analysis, two granulometric ranges of the waste were separated: 0.15-0.3 mm and 0.3-0.6 mm and it was possible to verify that the two ranges of the waste present irregular particles and that the chemical composition of the same particulate is not homogeneous, indicating that the waste has unreleased particles. However, a greater presence of fine materials adhered to a larger particle is observed in the granulometric range 0.3-0.6mm compared to the granulometric range 0.15-0.3 mm. The chemical mapping shows that the major element is iron, and there is the presence of material containing titanium, magnesium and manganese in both ranges, in addition to the presence of calcium, phosphorus and aluminum in the 0.6-0.3 mm range. Through X-ray Diffraction, it is verified that the waste is basically composed of magnetite, hematite, ilmenite and fluorapatite, with magnetite being the dominant mineral in the sample. Therefore, the magnetic phosphate waste has the potential to be used, for example, in civil construction as a substitute for fine sand in concrete and mortar. In this way, it is possible to promote a circular economy in the mining sector and preserve the environment from the impacts generated by the large amount of waste discarded in dams in the region of Tapira/MG.

**Keywords:** Magnetic Phosphate Waste. Tailings Characterization. Environmental Sustainability. Circular Economy.

# SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	14
2.	OBJETIVOS	16
	2.1. OBJETIVO GERAL	16
	2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
:	3.1. GERAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS NA MINERAÇÃO	17
	3.2. REAPROVEITAMENTO DE REJEITOS	20
	3.3. REJEITO MAGNÉTICO DE FOSFATO DA REGIÃO DE TAPIRA/MG	25
	3.4. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE REJEITOS	27
	3.4.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO	28
	3.4.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	31
	3.4.3. ESPECTOMETRIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDS)	33
	3.4.4. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)	34
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	37
	4.1. MATERIAIS	.37
	4.2. METODOLOGIA	38
	4.2.1. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	38
	4.2.1.1. AMOSTRAGEM PARA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA	.38
	4.2.1.2. SEPARAÇÃO DAS FAIXAS GRANULOMÉTRICAS PARA MEV/EDS.	40

4.2.1.3. PREPARAÇÃO PARA MEV/EDS	40
4.2.1.4. PREPARAÇÃO PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS X	41
4.2.2. CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	42
4.2.2.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO	42
4.2.2.2. ANÁLISE DA MORFOLOGIA AO MEV	43
4.2.2.3. MAPEAMENTO QUÍMICO AO EDS	44
4.2.2.4. ANÁLISE POR DRX	44
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	45
5.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO	45
5.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO 5.2. ANÁLISE E MAPEAMENTO QUÍMICO AO MEV/EDS	45 46
5.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO 5.2. ANÁLISE E MAPEAMENTO QUÍMICO AO MEV/EDS 5.3. ANÁLISE POR DRX	45 46 53
<ul> <li>5.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO</li> <li>5.2. ANÁLISE E MAPEAMENTO QUÍMICO AO MEV/EDS</li> <li>5.3. ANÁLISE POR DRX</li> <li>6. CONCLUSÕES</li> </ul>	45 46 53 54
<ul> <li>5.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO</li> <li>5.2. ANÁLISE E MAPEAMENTO QUÍMICO AO MEV/EDS</li> <li>5.3. ANÁLISE POR DRX</li> <li>6. CONCLUSÕES</li> <li>7. TRABALHOS FUTUROS</li> </ul>	45 46 53 54 56

# 1. INTRODUÇÃO

A produção mundial de fosfato no ano de 2013 foi de 223 milhões de toneladas, sendo o maior produtor a China, com 43,4%, seguida pelos Estados Unidos, Marrocos, Rússia e Brasil. Estes países são responsáveis, por 70% do consumo mundial de fertilizante, juntamente com a Índia a União Europeia, excluindo o Marrocos (MAZZILLI, 2016).

De acordo com o Departamento Nacional de Produção Mineral, a produção de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> no Brasil, em 2013, foi de 6,7 milhões toneladas, sendo considerado o maior produtor de fosfato na América do Sul (DNPM, 2014).

A produção de rocha fosfática no Brasil é realizada principalmente nos complexos de Tapira-MG, Araxá-MG, Catalão-GO e Cajati-SP, cujos teores de  $P_2O_5$  na rocha estão em torno de 10%. A rocha fosfática, depois de extraída, é tratada para atingir um contido em  $P_2O_5$  adequado, sendo comercializada na forma de concentrados fosfáticos, que contêm entre 30% e 38% de  $P_2O_5$ , sendo estes as fontes primárias e únicas de fósforo dos fertilizantes. No complexo de Tapira, os concentrados fosfáticos apresentam cerca de 37% de  $P_2O_5$ . (MAZZILLI, 2016).

O maior produtor nacional está localizado no município de Tapira/MG. Em 2012 foi responsável por 30% da produção nacional de concentrado de fosfato, o qual é enviado para o município de Uberaba/MG para a produção de ácido fosfórico e fertilizantes. Em Tapira (MG), para cada 1,6 milhões de t/ano de concentrado de fosfato são gerados cerca de 9 milhões t/ano de rejeitos (DIAS E LAJOLO, 2010).

Percebe-se a capacidade grandiosa que a atividade mineradora possui de gerar impactos ambientais, pois intensifica a degradação ambiental por gerar enormes volumes de resíduos finais. Muitas vezes, o descarte incorreto desses resíduos é capaz de contaminar o solo e lençóis freáticos, pois contêm substâncias químicas perigosas, sendo uma das principais causas de poluição dos recursos naturais e do meio ambiente (MECHI E SANCHES, 2010).

Os recentes acidentes relacionados a barragens de rejeitos ocorridos em Minas Gerais evidenciam os trágicos impactos ambientais e sociais relacionados à ruptura dessas construções, além da importância do controle das mesmas. Dentre os danos ressalta-se a supressão vegetal, o comprometimento do abastecimento de água, perdas irreparáveis de fauna e flora, o desalojamento de pessoas, impacto na economia local, e até mesmo, perdas humanas (GOMES, 2017).

A preocupação com a conservação ambiental tem levado cada vez mais ao aproveitamento de rejeitos de mineração, quer pelo emprego de novas tecnologias de beneficiamento ou pela utilização dos mesmos para outras aplicações, dentre elas, para a construção civil (REIS, 2005).

Em 2016, Ministério Público Federal (MPF) publicou um documento (RECOMENDAÇÃO N°014/2016-MPF-GAB/FT) no qual ressalta que a gestão integrada dos resíduos sólidos da mineração será sustentável na medida em que reintroduzir os mesmos em outras cadeias produtivas e, em especial, se o mesmo for utilizado como matéria prima em produtos da construção civil. Nesse documento, o MPF recomenda ao Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) que não aprove o Plano de Aproveitamento Econômico (PAE) de lavra de minério de ferro caso o empreendedor não implemente no período de 2016 a 2025 o reaproveitamento do rejeito em outra cadeia econômica, em percentuais progressivos de 5% para o ano de 2016 até 70% no ano de 2025 (BEZERRA, 2017).

A destinação adequada dos rejeitos é uma preocupação atual do setor mineral que está impulsionando o desenvolvimento de pesquisas visando a reutilização dos rejeitos. Dada a grande quantidade de resíduos descartados na natureza e a possibilidade de reutilização do mesmo em algumas aplicações tal como na construção civil é de interesse econômico, ambiental e social a caracterização dos diferentes tipos de minérios atualmente dispostos em barragens e sem qualquer uso comercial.

Visando a sustentabilidade e a possibilidade de uma economia circular através da utilização e agregação de valor a rejeito de mineração, o presente trabalho realiza a caracterização do rejeito magnético provindo da mineração de fosfato do Complexo Mineração de Tapira (CMT) em Tapira/MG.

15

# 2. OBJETIVOS

## 2.1. OBJETIVO GERAL

O objetivo geral desta pesquisa é caracterizar as amostras do rejeito magnético proveniente do beneficiamento de rocha fosfática do Complexo de Mineração de Tapira/MG visando o reaproveitamento sustentável e a economia circular.

## 2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Pesquisar sobre geração de resíduos sólidos pela mineração; aplicações do reaproveitamento de rejeitos; a importância da caracterização de minérios e suas diferentes técnicas;
- Preparar amostras de rejeito magnético de fosfato para as análises;
- Avaliar a granulometria do rejeito de fosfato;
- Analisar a morfologia do rejeito de fosfato através do MEV;

• Desenvolver o mapeamento químico das faixas granulométricas do rejeito de fosfato através do EDS;

• Determinar os componentes do rejeito de minério de fosfato.

# 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

## 3.1 GERAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS NA MINERAÇÃO

O setor da mineração contribui para a produção de resíduos sólidos, sendo estes produtos diretos e indiretos das atividades de pesquisa, extração ou beneficiamento de minérios. Os principais resíduos sólidos gerados pelas atividades deste setor em termos de volumes são os estéreis e os rejeitos (SANTOS, 2018).

Os estéreis, também conhecido como lavra, são os materiais gerados pelas atividades de extração que ficam dispostos em pilhas, mas não têm valor econômico. Os rejeitos são gerados a partir do processo de beneficiamento dos minérios, que busca "purificar" o minério, removendo minerais associados sem valor econômico, aumentando a qualidade ou o teor do produto final (IPEA, 2012). Em função do processo de beneficiamento e do tipo de minério bruto, os rejeitos gerados podem apresentar diferentes características granulométricas, de materiais grosseiros até faixas de granulometria muito fina (lamas), com significativas variações em termos de comportamento geotécnico (LUZ *et al.*, 2010).

A Figura 3.1 exemplifica o processo de beneficiamento geral dos minérios, onde é possível visualizar as etapas até a produção final do rejeito e seu descarte nas barragens.



Figura 3.1: Esquema geral do processo de beneficiamento do minério bruto.

Fonte: Russo, 2007.

De acordo com o IPEA (2012), além dos estéreis e rejeitos, são gerados ainda outros tipos de resíduos que tem origem nas atividades de mineração, os resíduos industriais. Os mais declarados nos Inventários Anuais de Resíduos, são:

- resíduo da construção civil;
- sucata de metais ferrosos, metais não ferrosos (latão, cobre, alumínio, etc.);
- resíduos de borracha, pneus, correias transportadoras;
- resíduos de madeira contaminado ou não contaminado, casca de árvores (madeira, lenha, etc.), pallets, caixotes, caixas;
- óleo lubrificante;
- banheiro químico;
- resíduos gerados fora do processo industrial (material de escritório, embalagens de escritório, material de consumo etc.);
- resíduos de restaurante (restos de alimentos);
- resíduos de papel/papelão e plástico;
- embalagens: de explosivos de detonação, big bags, metais não ferrosos (latas vazias ou contaminadas com substâncias/produtos não perigosos), contaminadas com óleos: lubrificante, fluido hidráulico, corte / usinagem, isolação e refrigeração, de plástico, contaminadas com óleo combustível, contaminadas com tintas, borras de tintas e pigmentos, bombonas, de reagentes do laboratório, de nitrato de amônia, outras embalagens contaminadas, lona plástica, tambores metálicos.

A diversidade nos tipos de resíduos, diversificação de operações utilizadas nos processos de extração e beneficiamento e quantidade de substâncias produzidas no país, tornam a quantificação do volume de resíduos gerados a nível nacional complexa. Porém, sabe-se que o estado de Minas Gerais é responsável por cerca de 70% a 80% da massa de resíduos sólidos gerados pela atividade de mineração no país (IPEA, 2012).

De acordo com o Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração do estado de Minas Gerais (FEAM, 2018), anualmente são geradas em média cerca de 540 milhões de toneladas de resíduos sólidos, destes, cerca de 350 milhões de toneladas se referem a material estéril, 185 milhões foram inventariados como rejeitos e cerca de 5 milhões foram caracterizados como resíduos industriais. A Figura 3.2 apresenta o gráfico com a evolução na geração de resíduos sólidos em Minas Gerais.





Fonte: FEAM, 2018.

A Figura 3.3, apresenta o gráfico comparativo entre o volume de rejeitos e material estéril inventariado na FEAM entre 2008 e 2017. Apesar dos volumes estarem relacionados ao número de empresas que preencheram o cadastro, por meio dos dados apresentados, é possível observar uma tendência na geração dos dois tipos de resíduo. Pelo comportamento das linhas de tendência de geração de resíduos, verifica-se que o aumento na geração de um resíduo, quase sempre significou a diminuição na geração do outro. Ainda que tal tendência, não signifique uma proporcionalidade inversa, os dados apresentados mostram que há uma relação de aumento e decréscimo na geração de um subproduto em comparação a geração do outro (PIMENTA, 2021).

Figura 3.3: Gráfico com a evolução da geração de material estéril e rejeitos em Minas Gerais, no período entre 2008 e 2017.



Fonte: FEAM, 2018.

### 3.2. REAPROVEITAMENTO DE REJEITOS

O crescimento populacional e, consequentemente, o aumento da demanda por recursos naturais, que são finitos, despertam para a discussão sobre o impacto do descarte de resíduos no meio ambiente. Nesse sentido, tem-se o grande desafio de desenvolver uma economia mais sustentável, com formas eficientes de gestão dos recursos secundários (MURTA, 2019).

Segundo Liu (2018), é necessário promover mudanças, repensar no nosso atual sistema produtivo, que se baseia em dois principais pontos: recursos infinitos e capacidade regenerativa do planeta. Esse conceito de produção, chamado de Economia Linear (Figura 3.4), se caracteriza no modelo de extrair, transformar, usar e descartar, gerando resíduos que não recebem novos usos e se acumulam exponencialmente.



Fonte: Maia *et al.,* 2021.

De acordo com FRAGA (2020), encontrar maneiras de aproveitar tudo que é gerado no processo de extração e beneficiamento da matéria prima é de fundamental importância para se obter um desenvolvimento sustentável, visto que essa "reciclagem", como por exemplo, de rejeitos provindos da mineração, pode representar ganhos tanto ambientais quanto financeiros. Para isso, estudiosos apontam um modelo econômico que funciona em circuitos fechados, denominado Economia Circular (Figura 3.5).

A Economia Circular visa ao reaproveitamento dos resíduos como insumos para a produção de novos materiais e à alimentação do sistema com energia renovável. Desse modo, o que era antes descartado torna-se nutriente para um novo ciclo (MURTA, 2019).



Figura 3.5: Fluxo do modelo de Economia Circular.

Devido à ampla gama de rejeitos produzidos tem-se verificado potencialidades do reaproveitamento desses materiais para a indústria metalúrgica, de materiais ou em aplicações diversas na engenheira (SANTOS, 2018).

Um exemplo de aplicação de economia circular na mineração do Brasil, é a areia desenvolvida a partir do rejeito resultante do tratamento de minério de ferro, pela empresa Vale na Mina de Brucutu (Figura 3.6), localizada no município de São Gonçalo do Rio Abaixo (MG). Esta ação reduz o impacto da disposição de rejeitos para o meio ambiente e para a sociedade, além de ser uma alternativa confiável para a indústria da construção civil, que possui uma alta demanda por areia.

A Areia Sustentável, desenvolvida pela Vale, apresenta qualidade comercial e é considerada um coproduto do processo de produção do minério de ferro. O minério de ferro é encontrado na natureza na forma de rochas e misturado a outros elementos, por isso passam por diversos processos de beneficiamento físico, como britagem, classificação, moagem e concentração (VALE, 2021).

Fonte: Maia et al., 2021.

A novidade introduzida pela Vale é que, na etapa de concentração, o subproduto desse processo é novamente beneficiado até atingir a qualidade necessária para se tornar areia de uso comercial. No método tradicional, esse material se tornaria rejeito e seria destinado a barragens ou pilhas (VALE, 2021).

Estima-se que, em média, para cada tonelada de minério de ferro beneficiado, 0,4 tonelada de rejeito é gerada, podendo ser, em alguns casos, até a mesma quantidade da substância produzida (DAUCE *et al.,* 2018).

Atualmente, a Vale gera cerca de 41 milhões de toneladas por ano (Mta) de rejeito, sendo 80% arenoso e 20% ultrafino. Dessa forma, há um potencial de geração de cerca de 33 Mta de areia sustentável, a partir do tratamento do rejeito arenoso, ou seja, cada tonelada de areia sustentável produzida representa uma tonelada a menos de rejeito gerado nas barragens da empresa (VALE, 2021).

A areia resultante do tratamento de minério de ferro é um produto 100% legal, com alto teor de sílica e baixo teor de ferro, além de alta uniformidade química e granulométrica. A areia não apresenta características perigosas em sua composição, pois seu processamento mineral é essencialmente físico, não alterando a composição dos materiais, portanto o produto não é tóxico (VALE, 2021).

A areia da Vale teve sua aplicação em concreto e argamassa atestada recentemente pelos laboratórios especializados Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), Falcão Bauer e *ConsultareLabCon*. A empresa já acertou a destinação de mais de 1 milhão de toneladas de areia para venda ou doação em 2022. Os compradores são empresas com atuação em Minas Gerais, Espírito Santo, São Paulo e o Distrito Federal. A estimativa é que em 2023 esse número chegue a 2 milhões de toneladas (VALE, 2021).

22



Figura 3.6: Pátio de estocagem da Areia Sustentável na Mina de Brucutu.

Fonte: VALE, 2021.

Além do desenvolvimento da areia sustentável, a Vale inaugurou em 2020 a Fábrica de Blocos do Pico localizada no município de Itabirito (MG), a qual é a primeira planta piloto de produtos para a construção civil cuja matéria-prima principal é o rejeito da atividade de mineração, o qual substitui à areia natural de concretos e argamassas. A Figura 3.7 mostra o processo produtivo da Vale.



Figura 3.7: Processo produtivo da Vale.

Fonte: VALE, 2021.

Instalada na Mina do Pico, no município de Itabirito (MG), a fábrica (Figura 3.8), que contará com a cooperação técnica do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), promove a economia circular na operação de beneficiamento do minério de ferro. Após o período de testes, a expectativa é que, a cada ano, cerca de 30 mil toneladas de rejeito deixem de ser dispostas em barragens ou pilhas para serem transformadas em 3,8 milhões de produtos prémoldados de larga aplicação na indústria da construção civil, como pisos intertravados, blocos de concreto estruturais, blocos de vedação, placas de concreto, manilhas, blocos de vedação, dentre outros (Figura 3.9).



Figura 3.8: Fábrica de Blocos da Vale.

Fonte: VALE, 2021.

Figura 3.9: Pisos intertravados produzidos pela Vale.



Fonte: VALE, 2021.

## 3.3. REJEITO MAGNÉTICO DE FOSFATO DA REGIÃO DE TAPIRA/MG

O município de Tapira, que pertence à microrregião de Araxá, na mesorregião do Triângulo mineiro e Alto do Paranaíba, no estado de Minas Gerais é o detentor de um dos maiores depósitos de fosfato do Brasil, possui uma área de 1.180 km<sup>2</sup>, faz divisa com os municípios de Sacramento, a oeste, Araxá, ao norte, Medeiros e Ibiá, a leste, e São Roque de Minas ao sul (BEZERRA E BROD, 2011).

O Complexo de Mineração de Tapira (CMT) opera há 40 anos desenvolvendo atividades de extração de minério fosfatado e de beneficiamento e expedição de concentrado fosfático. A partir de 2018, o CMT (Figura 3.10) passou a ser administrado pela Mosaic Fertilizantes P&K Ltda (MULTIGEO, 2021).



Figura 3.10: Layout geral do CMT.

Fonte: MULTIGEO, 2021.

O empreendimento está localizado no Município de Tapira (Figura 3.11), oeste do estado de Minas Gerais, a 16,8 km ao norte da sede do município, cerca de 35 km da sede do município de Araxá. Segundo a divisão de planejamento adotada pelo governo do estado de Minas Gerais, insere-se na região administrativa denominada Triângulo Mineiro e Alto Paranaíba (MULTIGEO, 2021).



Figura 3.11: Localização do CMT.

Fonte: MULTIGEO, 2021.

A cava do complexo possui frentes de lavra para extração do minério fosfatado e de titânio. Para a explotação do fosfato, primeiramente é necessário remover o estéril e a camada de minério de titânio. O método de lavra (Figura 3.12) é a céu aberto, com escavação mecânica via escavadeiras hidráulicas. Em alguns pontos, utiliza-se desmonte por explosivo para afrouxamento do minério ou estéril. Todo o minério lavrado é transportado em caminhões até a área da britagem para ser processado na planta de beneficiamento da usina (MULTIGEO, 2021).

O material estéril gerado nas operações de lavra do minério fosfatado é disposto em pilhas localizadas próximas à cava ou em frentes de lavra já exauridas e o minério de titânio é estocado em depósitos visando aproveitamento futuro. Os rejeitos gerados na produção do concentrado fosfático na usina de beneficiamento são direcionados para as barragens do CMT para contenção, sedimentação e reaproveitamento de água (MULTIGEO, 2021).

O minério fosfático da região possui uma mineralogia complexa, incluindo os minerais úteis como a apatita, que contém o pentóxido de fósforo (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), e os minerais não úteis (ganga), como a magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), ilmenita (TiO<sub>2</sub>), micas de composições variadas (vermiculitas, biotitas e flogopitas), entre outros (COUTINHO, 2016).

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<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, o minério é beneficiado a úmido em diversas etapas, tais como britagem, peneiramento, moagem, separação magnética, classificação com hidrociclones, flotação e espessamento (GONTIJO, 2017).

Após esse processo é enviado em forma de uma polpa para a planta de beneficiamento em Uberaba por meio de um mineroduto de 120 quilômetros de extensão, onde será agregado de outras substâncias dando origem a um fósforo enriquecido, muito usado na agricultura moderna (OLIVEIRA, 2016).



Figura 3.12: Fluxograma simplificado da usina de beneficiamento do CMT.

Fonte: Oliveira, 2016.

### 3.4. TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE REJEITOS

A caracterização tecnológica tem sido amplamente utilizada para o pleno conhecimento das características físicas, químicas e mineralógicas de minérios. Sua realização é de extrema importância para que o mineral estudado tenha uma aplicação otimizada de acordo com suas características. A caracterização de rejeitos provenientes da mineração tem o intuito de proporcionar um aproveitamento econômico para o mesmo, devido ao aumento da preocupação com os impactos ambientais gerados pelo seu descarte (ULIANA, 2010).

Para a realização da caracterização dos rejeitos são utilizadas várias técnicas, tais como: análise granulométrica por peneiramento, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia por energia dispersiva e difração de raios X.

### 3.4.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO

Segundo Valadão e Araújo, (2012), a análise granulométrica é um estágio "básico e obrigatório" de qualquer estudo de caracterização mineral. Consiste no peneiramento de massa conhecida, através de uma série de peneiras instaladas, conforme Tabela 3.1.

Abertura (mesh)	Abertura (pol)	Abertura (mm)	Abertura (mesh)	Abertura (pol)	Abertura (mm)
1	1,00	25,40	18	0,0394	1,000
0,875	0,875	22,60	20	0,0331	0,841
0,750	0,750	19,00	25	0,0278	0,707
0,625	0,625	16,00	30	0,0234	0,595
0,530	0,530	13,50	35	0,0197	0,500
0,500	0,500	12,70	40	0,0165	0,420
0,438	0,438	11,20	45	0,0139	0,354
0,375	0,375	9,51	50	0,0117	0,297
0,313	0,312	8,00	60	0,0098	0,250
0,265	0,265	6,73	70	0,0083	0,210
0,250	0,250	6,35	80	0,0070	0,177
3,500	0,223	5,66	100	0,0059	0,149
4	0,187	4,76	120	0,0049	0,125
5	0,157	4,00	140	0,0041	0,105
6	0,132	3,36	170	0,0035	0,088
7	0,111	2,83	200	0,0029	0,074
8	0,0937	2,38	230	0,0025	0,063
10	0,0787	2,00	270	0,0021	0,053
12	0,0661	1,68	325	0,0017	0,044
14	0,0555	1,41	400	0,0015	0,037
16	0.0469	1.19			

Tabela 3.1: Série Tyler de peneiras para análise granulométrica.

Fonte: Sales, 2020.

De acordo com Sales (2020), dentre as finalidades e importância da análise granulométrica, pode-se citar algumas aplicações:

- Controle de produção de finos nos processos de cominuição;
- Etapa preliminar para estabelecer o grau de liberação em intervalos de tamanhos definidos;
- Controle de especificações de mercado;
- Distribuição de elementos (química e mineralogia) por faixa granulométrica;
- Avaliação da eficiência (desempenho) de equipamentos ou processos de separação por tamanho, ou de outras operações unitárias de beneficiamento.

O processo de peneiramento começa a partir da vibração do peneirador (onde é instalada a série de peneiras), a camada de partículas passa pelo processo de separação dos finos na parte de baixo da camada e a de grossos na parte de cima (SALES, 2020).

Em seguida ocorre a passagem das partículas finas gradativamente pelas aberturas das peneiras, ficando retidas à medida que se tornam maiores que as aberturas. Embora fatores como forma e densidade das partículas sejam muito significativos nos resultados do processo, o tamanho da partícula é o fator predominante na separação por tamanho (SALES, 2020).

De acordo com Sampaio *et al.* (2007), assim como ocorre nos processos industriais, o peneiramento de laboratório pode ser executado tanto a seco quanto a úmido ou pode ser combinado:

a seco: estes ensaios se aplicam principalmente a minérios de granulometria grossa e com pouca presença de finos. A umidade é um dos fatores que mais podem influenciar na qualidade e precisão deste tipo de ensaio, uma vez que partículas finas e úmidas tendem a se aglomerar e aderir à superfície das partículas mais grossas, dificultando a passagem individual pelas aberturas das peneiras. Portanto, antes do teste, é bastante recomendado secar a amostra em estufa ou chapa térmica. Este tipo de ensaio pode ser realizado tanto de forma manual quanto em peneiradores vibratórios, dispondo-se toda a série de peneiras de uma única vez, como ilustrado na Figura 3.13.

Figura 3.13: (a) Série de peneiras instaladas em peneirador vibratório; (b) peneira encaixada em fundo cego para peneiramento manual.



Fonte: Sampaio et al., 2007.

a úmido: quanto mais fino é o material a ser peneirado, mais indicado é o peneiramento a úmido. Utiliza-se normalmente um peneirador vibratório com as peneiras instaladas em série, cujo fundo possui uma abertura para a passagem da fração passante mais fina, que é o fluxo que possui a maior quantidade de água, conforme Figura 3.14.

Independente do tempo de peneiramento avalia-se o aspecto visual da água coletada na saída, e quando esta está tão limpa quanto à água nova adicionada na alimentação, e ao mesmo tempo, quando não se nota mais a presença de partículas de minério na fração passante, o ensaio pode ser encerrado. Após o término do peneiramento, todas as frações retidas devem ser secas em chapa térmica ou em estufa com temperaturas entre 105°C a 150°C. Com as amostras completamente secas é realizada a pesagem de cada fração para o cálculo da distribuição granulométrica.





Fonte: Sampaio et al., 2007.

Combinado: combinação entre os dois ensaios citados, seco e úmido. Quando se nota a presença de grande quantidade de partículas aglomeradas, devido à tensão superficial resultante da umidade ou da atração eletrostática, uma alternativa é iniciar o peneiramento (com ou sem dispersão prévia), lavando toda a amostra disposta sobre uma peneira de abertura de 37 μm. Finalmente, o material passante é filtrado, secado e por último, pesado. Quanto à fração retida é realizada a secagem e posteriormente o peneiramento a seco.

O resultado de uma análise granulométrica geralmente é expresso a partir do percentual passante ou percentual retido acumulado, utilizando tabelas, que apresenta a distribuição granulométrica de uma amostra típica de minério. E para facilitar a análise normalmente os valores obtidos são plotados em um gráfico de dispersão (SALES *et al.*, 2011).

#### 3.4.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

O microscópio tem em sua principal função tornar a visibilidade de uma estrutura de uma amostra possível onde não podemos identificar a olho nu. A microscopia ótica utiliza a radiação (visível ou ultravioleta) incidindo em uma amostra e sua resolução depende dos efeitos de difração devido aos comprimentos de onda da radiação incidente. A limitação máxima desses microscópios é de um aumento de até 2000 vezes. Acima dessa aproximação a imagem começa a ficar distorcida (SILVA, 2019).

No intuito de aumentar a resolução de um microscópio é necessário utilizar uma radiação incidente de comprimento de onda menor que a luz visível. Para isso a tecnologia evoluiu e foi criado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) (DEDAVID *et al.*, 2007).

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente. Por um sistema de bobinas de deflexão, o feixe pode ser guiado de modo a varrer a superfície da amostra segundo uma malha retangular. O sinal de imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação. A maioria dos instrumentos usa como fonte de elétrons um filamento de tungstênio (W) aquecido, operando numa faixa de tensões de aceleração de 1 a 50 kV. O feixe é acelerado pela alta tensão criada entre o filamento e o ânodo. Ele é, em seguida, focalizado sobre a amostra por uma série de três lentes eletromagnéticas com um spot menor que 4 nm. O feixe interagindo com a amostra produz elétrons e fótons que podem ser coletadas por detectores adequados e convertidas em um sinal de vídeo (DEDAVID *et al.,* 2007).

A Figura 3.15 apresenta o desenho esquemático da coluna do MEV, onde ocorre todo o processo para a obtenção de imagens.

31



Figura 3.15: Desenho esquemático da coluna de um MEV.

Fonte: Silva, 2019.

A imagem formada é o resultado da interação do feixe de elétrons com a amostra. Essa varredura pode ocasionar vários níveis característicos, uma vez que a imagem é o resultado da amplificação do sinal obtido pela interação entre feixe eletrônico e o material da amostra. Diferentes níveis de sinal são emitidos pela amostra. O feixe de elétrons pode ser primário, secundário ou retroespalhado. Os sinais mais comuns para a formação de imagens de qualidade são os elétrons secundários e os elétrons retroespalhados (MALISKA, 2010).

Os elétrons retroespalhados (BSE) possuem energia que varia entre 50 eV até o valor da energia do elétron primário. Os elétrons retroespalhados, com energia próxima à dos elétrons primários, são aqueles que sofreram espalhamento elástico, e são estes que formam a maior parte do sinal de BSE. Os elétrons retroespalhados de alta energia, por serem resultantes de uma simples colisão elástica, provêm de camadas mais superficiais da amostra. Logo, se somente este tipo de elétrons forem captados, as informações de profundidade contidas na imagem serão poucas se comparadas com a profundidade de penetração do feixe. O sinal de BSE é resultante das interações ocorridas mais para o interior da amostra e proveniente de uma região do volume de interação abrangendo um diâmetro maior do que o diâmetro do feixe primário. A imagem gerada por esses elétrons fornece diferentes informações em relação ao contraste apresentam, além de uma imagem topográfica, uma imagem de composição (DEDAVID *et al.,* 2007).

O resultado da interação do feixe de elétrons e a amostra é uma das formas de produzir raios X característicos (MALISKA, 2010).

#### 3.4.3. ESPECTROMETRIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDS)

A Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS) é o método mais utilizado para avaliar a composição de materiais, pois possui a vantagem de obter resultados rápidos e por ser uma técnica não destrutiva, tornando possível realizar medidas futuras na mesma amostra, até mesmo utilizando outras técnicas. Essa técnica é baseada na relação entre a energia de um fóton com a frequência eletromagnética (v), E = h.v, onde h é a constante de Planck (SOUSA, 2019).

Durante o processo de interação do feixe de elétrons com a amostra, há duas maneiras de gerar o raio X: por freamento desses elétrons, emitindo a radiação chamada de *Bremsstrahlung* ou raios X contínuos, ou por ionização de camadas internas, onde origina-se a emissão de raios X característicos (SOUSA, 2019).

O elétron do feixe incidente pode interagir com elétrons de camadas mais internas, causando a emissão do mesmo e gerando uma vacância nesta camada. O átomo fica então em um estado excitado, cuja tendência é voltar para seu estado fundamental, através de transições permitidas de elétrons das camadas mais externas para preencher a vaga da camada mais interna (MALISKA, 2010).

A diferença de energia na transição de camadas é característica de cada átomo e pode ser liberada pelo processo de raios X característico, que é uma transição onde a diferença de energia é expressa pela liberação de um fóton de radiação eletromagnética bem específica (GIRÃO *et al.,* 2017).

A energia do fóton de raios X emitido é uma função dos níveis de energia do átomo. Sendo cada nível energético característico de cada tipo de átomo, a energia do fóton de raios X é específica de cada elemento e contém as informações sobre a composição química de cada espécie. As energias dos raios X característicos permitem que os elementos que constituem a amostra sejam identificados, enquanto que as intensidades dos picos de raios X característicos permitem que as concentrações dos elementos sejam quantificadas, os valores obtidos nessa quantificação são expressos em porcentagem de peso (Wt%) (MALISKA, 2010).

O detector de raios X EDS mede a abundância relativa de raios X emitidos versus sua energia, e podem ser detectados pelo espectrômetro de cristais ou pelos dispositivos de estado sólido, Silício dopado com Lítio. Quando um raio X incidente atinge o detector, ele cria um pulso de carga proporcional à energia do raio X. Um

pré-amplificador sensível à carga converte o pulso de carga em um pulso de tensão (que permanece proporcional à energia dos raios X). Em seguida, o sinal é enviado para um analisador multicanal, onde os pulsos são classificados por tensão. A energia, conforme determinada a partir da medição de tensão, é enviada para um computador para exibição e feita a avaliação dos dados para cada raio X incidente. Para determinar a composição elementar do volume amostrado, o espectro de energia dos raios X versus contagens é avaliado (GIRÃO *et al.*, 2017).

A Figura 3.16 ilustra como ocorre esse processo de análise de EDS desde que raios-X são lançados de um tubo sobre a amostra, cujo feixe está em azul, até o momento em que se registra o espectro no computador (CLAPERA, 2006).



Figura 3.16: Esquema de funcionamento do EDS.

Fonte: Clapera, 2006.

#### 3.4.4. DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

A Difração de raios X (DRX), foi constatada em 1912 por Max Von Laue e seus alunos Walter Friedrich e Paul Knipping, ao obterem o padrão de difração de um cristal de sulfato de cobre. A ocorrência da difração se dá pelo desvio sofrido por uma ou mais ondas ao atravessarem fendas ou quando contornam obstáculos com dimensões comparáveis ao seu comprimento de onda (PEREIRA, 2016).

Segundo Cullity e Stock (2001), em 1913, William Henry Bragg e seu filho William Lawrence Bragg apresentaram uma explicação simples da difração de feixes de raios X por um cristal. Eles sugeriram que o feixe incidente no cristal sofria uma reflexão especular (quando o ângulo de incidência é igual ao ângulo de reflexão) por planos paralelos de átomos no interior do cristal, de forma que cada plano refletisse somente uma pequena parte da radiação. Assim, os feixes difratados seriam produzidos por reflexões provenientes dos planos paralelos de átomos, separados por uma distância interplanar d, formando interferências construtivas. Logo, denominou-se a difração de raios X como sendo um fenômeno de interação entre o feixe de raios X incidente e os elétrons dos átomos que compõem um material, onde ocorre um espalhamento coerente (a onda espalhada tem direção definida, mesma fase e energia em relação à onda incidente), conforme mostra a Figura 3.17.





Fonte: Pereira, 2016.

Dependendo das posições dos átomos no sólido cristalino, existirá uma diferença de fase entre as várias ondas espalhadas em uma certa direção. Para que ocorra interferência construtiva dos feixes difratados, é necessário que a diferença de caminho percorrido pelo feixe de raios X seja igual a um número inteiro (n) múltiplo de comprimento de onda ( $\lambda$ ). A radiação proveniente desse tipo de interferência implicará na coleta de importantes informações quanto a estrutura cristalina da amostra em análise (SNYDER E JENKINS, 2012).

Segundo Pereira (2016), em um material cujos átomos estão periodicamente arranjados, típico de uma estrutura cristalina, a difração de raios X ocorre nas direções de espalhamento as quais satisfazem a Lei Bragg, conforme Equação 1:

$$n\lambda = 2d_{hkl}sen\,\theta\tag{1}$$

Onde: n é o número inteiro relacionado a ordem de difração;

 $\lambda$  corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente;

d é a distância interplanar da rede atômica periodicamente arranjada;

 $\theta$  é o ângulo de incidência dos raios X.

Os difratômetros são aparelhos utilizados para medidas de DRX, podendo ser utilizados pelo método do pó ou em monocristais, nesse caso feito apenas em situações específicas, tais como, estudos peculiares para determinação de parâmetros cristalográficos. O método de análise de difração em pó consiste na incidência de feixes de raios X sobre uma amostra de superfície plana, onde a intensidade do feixe difratado em cada ângulo 20 é coletado por um detector posicionado simetricamente ao tubo com relação a superfície da amostra. Geralmente, utilizam a geometria de focalização Bragg-Brentano ( $\theta$ -2 $\theta$ ), onde o tubo de raios X permanece fixo, enquanto o detector e a amostra se movem de forma simultânea e com velocidades sincronizadas (CULLITY E STOCK, 2001).

Assim, obtêm-se o difratograma da amostra, que é construído através da detecção do feixe difratado sendo expresso por meio de picos que se destacam da linha de base, registrado em um gráfico de curvas de intensidade em função da posição angular 2θ (SNYDER E JENKINS, 2012).

Cada amostra cristalina apresentará um determinado conjunto de picos característicos, permitindo que a identificação do material seja realizada através da comparação de seu difratograma com padrões dos difratogramas dos compostos ou das fases individuais disponíveis em bancos de dados de difração de raios X, como por exemplo, as informações mantidas e continuamente atualizadas no Centro Internacional de Dados de Difração – ICDD (PEREIRA, 2016).

# 4. MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 4.1 apresenta o organograma do programa experimental, utilizado para alcançar os objetivos específicos desta pesquisa.



Figura 4.1: Organograma da metodologia de trabalho.

### 4.1. MATERIAIS

Rejeito Magnético de Fosfato: as amostras de rejeito magnético utilizadas foram doadas por uma mineradora de fosfato da região do Alto Paranaíba, na cidade de Tapira em Minas Gerais (Figura 4.2). As amostras de rejeito magnético de fosfato da região de Tapira/MG, utilizada nesta pesquisa, estavam condicionadas em sacos plásticos reforçados no CEFET/MG em Araxá.





Fonte: Silva, 2020.

#### 4.2. METODOLOGIA

### 4.2.1. PREPARAÇÃO PARA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

#### 4.2.1.1. AMOSTRAGEM PARA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

A amostragem surge então como operação de extrema importância também no contexto da caracterização de rejeitos por abranger uma sequência de operações que objetiva a obtenção de alíquotas, ou amostras que sejam representativas do conjunto, a partir do qual decisões serão tomadas e apontarão a viabilidade técnica e econômica do processo (GOMES E ROCHA, 2019). A Figura 2.10 ilustra o processo de amostragem.

Para Chaves e Ferreira (2012), quando a massa a ser amostrada é grande (toneladas), ela deve ser feita por incrementos através da formação de pilhas longas onde uma amostra incremental deve ser retirada em intervalos de tempos ou percursos iguais e juntada aos demais incrementos. O montante deve ser então homogeneizado e reduzido.

Outro método possível é por fracionamento, onde, a partir de uma pilha cônica, se divide a amostra total em duas amostras reduzidas, e cada uma podem ser divididas em outras duas, e assim sucessivamente (GOMES E ROCHA, 2019).

Nas etapas de homogeneização da amostra para análise granulométrica, primeiramente o material com 20kg foi homogeneizado em pilha cônica em cima da bancada. O material foi misturado com uma espátula garantindo-se que o material que se encontrava na base da pilha fosse para o topo da mesma. O processo foi repetido por 8 ciclos em torno da pilha, mostrada na Figura 4.3.



Figura 4.3: Pilha cônica do rejeito de fosfato.

Para a separação das alíquotas necessárias para o teste de análise granulométrica, montou-se uma pilha alongada com comprimento de dois metros com 20kg de material, conforme apresentado na Figura 4.4.

A amostra foi distribuída da esquerda para a direita e assim sucessivamente utilizando coletor manual. A quantidade presente nas extremidades foi retomada e disposta novamente ao longo da pilha. Ao final do processo o material foi quarteado de modo a separar alíquotas de 0,500 kg cada, pesadas em uma balança da marca UPX, modelo C6MT e condicionadas em sacos plásticos.





A Figura 4.5 mostra a esquematização da etapa de preparação das amostras para análise granulométrica.



Figura 4.5: Fluxograma preparação das amostras para peneiramento.

### 4.2.1.2. SEPARAÇÃO DAS FAIXAS GRANULOMÉTRICAS PARA MEV/EDS

Após a determinação da composição granulométrica do rejeito magnético de fosfato pela técnica de análise granulométrica, foi possível escolher as principais faixas granulométricas para análise no MEV/EDS.

Para separar as faixas granulométricas do rejeito magnético de fosfato, foi utilizado um peneirador suspenso da CDC, modelo PV-08, com uma série de peneiras circulares da série *Tyler*, no Laboratório de Mineralogia do CEFET/MG em Araxá. A amostra de rejeito foi passada pela seguinte série de peneiras: 0,60 mm (30#), 0,30 mm (50#) e 0,15 mm (100#).

Foi realizado o peneiramento a úmido com o intuito de retirar a lama dos grãos do rejeito. Para cada peneiramento foi usado 1 Kg de amostra do rejeito e o tempo de duração foi igual a 20 minutos.

O encerramento do ensaio aconteceu quando a água coletada na saída estava tão limpa quanto a água nova adicionada na entrada e quanto não havia mais partículas de minério, na fração passante na peneira de menor abertura. As frações retidas foram secas em estufa com temperatura não superior a 100º C.

No final, foram 20 Kg da faixa granulométrica 0,15-0,3 mm e 20 Kg para a faixa 0,3-0,6 mm, essa quantidade já foi separada com o objetivo de trabalhos futuros com essas faixas granulométricas.

## 4.2.1.3. PREPARAÇÃO PARA MEV/EDS

Para as amostras analisadas no MEV/EDS, foi necessário o recobrimento do rejeito de fosfato com ouro, pois amostras isolantes tendem a acumular a carga elétrica do feixe primário e geram artefatos na imagem. Através do recobrimento com ouro é possível reduzir o carregamento de elétrons, melhorar a emissão de elétrons secundários, proteger amostras sensíveis ao feixe e reduzir possíveis danos que o feixe possa causar na amostra (BRANDÃO, 2010).

Para revestir as amostras com finas camadas condutoras foi utilizada a técnica de metalização por deposição utilizando a Metalizadora marca Quorum, modelo QR 150ES Quorum, do Laboratório Multiusuário do Instituto de Química da UFU, em Uberlândia (Figura 4.6).

Figura 4.6: Metalizadora do Laboratório Multiusuário da UFU.



## 4.2.1.4. PREPARAÇÃO PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As amostras do rejeito magnético de fosfato analisadas precisaram ser moídas para obter um pó fino para o ensaio da Difração de raios X, para este ensaio foi utilizada uma amostra total do rejeito magnético de fosfato, sem passar pelo processo de separação das faixas granulométricas (Figura 4.7).

Para a redução de granulometria e homogeneização foi utilizado o moinho planetário Retsch PM 100 de alta eficiência, disponível do Laboratório de Materiais de Construção Civil da UFOP, com jarro e corpo moedor de zircônia; o controle da granulometria foi através do peneiramento. A granulometria final foi de < 0,15 mm.

O material analisado pela técnica de DRX precisa estar homogeneizado e na forma de pó finamente disperso. Essa preparação da amostra é importante e necessária, pois o rejeito precisa preencher completamente a cavidade do porta amostra, ficar rente ao plano superior do porta amostra, evitar texturização, orientação preferencial e aumentar a contagem.

Figura 4.7: Redução granulométrica para difração de raios X.



# 4.2.2. CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

Para caracterização da amostra estudada foram utilizadas duas técnicas e equipamentos, os quais são mostrados na Tabela 4.1.

Propriedade	Técnica	Equipamento	Local
Granulometria	Peneiramento à úmido	Peneirador Suspenso, marca CDC, modelo PV-08 e peneiras da série <i>Tyler.</i>	Laboratório de Mineração do CEFET/MG Uned Araxá.
Morfologia	MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura marca Tescan, modelo VEGA 3 LMU.	Laboratório Multiusuário do Instituto de Química da UFU – Uberlândia.
Mapeamento químico	EDS	Detector por microanálise EDS marca Oxford, modelo INCA X-ACT.	Laboratório Multiusuário do Instituto de Química da UFU – Uberlândia.
Cristalografia e composição	DRX	Difratômetro D8 Phaser da marca Bruker- binary V3.	Laboratório de Nanotecnologia da Rede Temática em Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de Ouro Preto.

Tabela 4.1: Técnicas e equipamentos utilizados na caracterização do rejeito.

4.2.2.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO

Esta caracterização foi realizada no Laboratório de Mineralogia do CEFET/MG em Araxá, utilizando peneiras da série Tyler e peneirador suspenso, da marca CDC e modelo PV-08 (Figura 4.8).

Ao todo, foram realizados três ensaios e o material retido em cada peneira, e o passante do peneiramento a úmido foram secos em estufa a 100°C e pesados para a confecção das curvas de distribuição granulométrica, representadas pelos eixos % passante acumulado *versus* abertura da peneira (mm).

Figura 4.8: A - Peneirador suspenso; B - Peneiras da série Tyler selecionadas.



A determinação da curva granulométrica do rejeito de fosfato pelo método do peneiramento a úmido, foi realizada para as amostras brutas, passadas pela seguinte série de peneiras: 0,60 mm (30#), 0,30 mm (50#) e 0,15 mm (100#). O produto passante na malha 0,15 mm, foi decantado em balde por 3 horas. Após a decantação, o excesso de água do balde foi descartado e a amostra secada em estufa. Para cada peneira foram anotadas as massas retidas e determinados os percentuais retidos e passante acumulados (Figura 4.9).

Figura 4.9: A – Material passante na malha 0,15 mm em decantação; B – Ensaio 1; C– Ensaio 2; D – Ensaio 3; E – Estufa à 100°C.



### 4.2.2.2. ANÁLISE DA MORFOLOGIA AO MEV

As imagens microscópicas das duas faixas granulométricas do rejeito magnético de fosfato foram adquiridas ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), da marca Tescan, modelo VEGA 3 LMU, do Laboratório Multiusuário do Instituto de Química da UFU (Figura 4.10). Imagens foram adquiridas a uma tensão de 20 kV e com magnificações de 100x, 500x, 1000x e 2000x.

O uso do MEV possibilitou visualização de cristais e sua identificação, além de uma visão quanto à superfície e formato dos grãos do rejeito de fosfato. As partículas de rejeito foram depositadas em "*stubs*" (cilindros) de 15 mm de diâmetro e recobertas com evaporação de ouro, para a realização de microanálises. Tais imagens foram formadas com auxílio de elétrons retroespalhados (BSE), os quais fornecem uma melhor visualização dos materiais ilustrados na amostra e por elétrons secundários (SE), que apresenta a topografia da amostra.

Figura 4.10: Microscópio Eletrônico de Varredura MEV.



#### 4.2.2.3. MAPEAMENTO QUÍMICO AO EDS

Para a montagem dos mapas de distribuição dos elementos químicos das amostras foi utilizado o tipo EDS para as imagens. O detector para análise de elementos químicos (espectroscopia por energia dispersiva) é da marca Oxford, modelo INCA X-ACT, do Laboratório Multiusuário do Instituto de Química da UFU (Figura 4.11).





#### 4.2.2.4. ANÁLISE POR DRX

Para a identificação dos minerais presentes na amostra de rejeito magnético de fosfato, foi utilizado o difratômetro D8 Phaser da marca Bruker-binary V3, usando radiação CuK $\alpha$  ( $\lambda$ = 1,5406 Å), velocidade de varredura de 0,018 °20/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.

Foi empregado o método do pó, no qual a amostra pulverizada, é fixada a um porta amostra por prensagem e submetida a um feixe de raios X. O feixe difratado é detectado e geralmente é apresentado através de picos registrados num espectro de intensidade versus o ângulo, constituindo o difratograma. Cada fase cristalina possui um padrão difratométrico característico, permitindo sua identificação através das posições angulares e intensidades relativas dos picos difratados. A sobreposição do padrão de cada mineral componente forma o difratograma do material analisado, que foi coletado com radiação de CuKα.

# 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO A ÚMIDO

A Tabela 5.1 apresenta os resultados da média da análise granulométrica de três ensaios.

MESH (#)	ABERTURA (mm)	MASSA RETIDA SIMPLES (g)	% RETIDA SIMPLES	% RETIDA ACUMULADA	% PASSANTE ACUMULADA
30	0,60	124,3	24,9	24,9	75,1
50	0,30	126,0	25,2	50,1	49,9
100	0,15	124,6	24,9	75,0	25,0
FUNDO	0,15	118,0	25,0	100,0	0,0
TOTAL	-	492,9	100,00	-	-

Tabela 5.1: Média da análise granulométrica.

A Figura 5.1 ilustra o gráfico elaborado a partir dos resultados dos três ensaios da análise granulométrica.





Os ensaios mostram que cerca de 75% das partículas constituintes do material apresentam granulometria inferior a 0,60 mm. E o valor do Módulo de Finura do rejeito foi de 1,5, obtido pela soma das porcentagens retidas acumuladas em massa de agregado e dividida por 100.

De acordo com NBR 7211 (ABNT, 2019), a granulometria da areia fina fica entre 0,3 mm e 0,15 mm, a areia média fina entre 0,6 mm e 0,3 mm, a areia média grossa entre 1,2 mm e 0,6 mm e a areia grossa entre 2,4 mm e 1,2 mm. Portanto o rejeito magnético de fosfato é classificado com granulometria média fina e fina. Desse modo, o mesmo apresenta potencial para ser utilizado, por exemplo, como agregado miúdo na construção civil como um substituto da areia fina.

### 5.2. ANÁLISE E MAPEAMENTO QUÍMICO AO MEV/EDS

Como 75% do rejeito magnético de fosfato apresenta granulometria inferior a 0,60 mm, focamos na caracterização do particulado mais fino. Sendo assim, separamos as caracterizações em duas faixas granulométricas, a que corresponde ao acumulado na peneira de mesh 100 (partículas de 0,15 a 0,30 mm) e a que corresponde ao acumulado na peneira de mesh 50 (partículas de 0,30 a 0,60 mm).

### • Faixa granulométrica 0,15-0,3 mm:

A Figura 5.2 apresenta imagens típicas adquiridas ao MEV para a faixa granulométrica de 0,15-0,3 mm obtida após o peneiramento e secagem em estufa.

Figura 5.2: Imagens de rejeito magnético de fosfato obtida ao MEV com granulometria de 0,15-0,3 mm.



Percebe-se que as partículas do rejeito magnético de fosfato são irregulares. Observa-se que quase não há presença de materiais finos aderidos a uma partícula maior, pois a amostra passou por peneiramento a úmido.

A Figura 5.3 apresenta a somatória dos minerais presentes na amostra de rejeito com granulometria 0,15-0,3mm e as Figuras 5.4, 5.5, 5.6, 5.7 e 5.8 apresentam a análise pontual dos elementos químicos presentes no particulados da amostra. Verifica-se que a composição química de um mesmo particulado não é homogênea, dando indícios de que o rejeito possui partículas não liberadas, ou seja, as partículas são constituídas de mais de um tipo de mineral. Do espectro 26 infere-se um mineral à base de titânio, enquanto que do espectro 27 infere-se um mineral à base de somatória do mapeamento, constata-se que o elemento majoritário é o ferro. Das análises EDS identificou-se os elementos ferro, titânio, magnésio, manganês e silício.

Figura 5.3: Somatória dos minerais presentes na amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm.



Figura 5.4: Composição química do Ponto 1 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm.



Figura 5.5: Composição química do Ponto 2 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm.



Figura 5.6: Composição química do Ponto 3 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm.



Figura 5.7: Composição química do Ponto 4 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm.



Figura 5.8: Composição química do Ponto 5 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm.



A fim de verificar a distribuição dos elementos nas partículas, realizou-se o mapeamento EDS. Como já verificado na análise pontual, algumas regiões concentram outros elementos, dando a entender que as partículas não estão completamente liberadas e existem minerais associados. Ainda, do mapeamento, constata-se que o elemento majoritário é o ferro.

Figura 5.9: Mapeamento químico da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,15-0,3 mm.



### • Faixa granulométrica 0,3-0,6 mm:

A Figura 5.10 apresenta imagens típicas obtidas ao MEV para a faixa granulométrica de 0,3-0,6 mm.

Figura 5.10: Imagens de rejeito magnético de fosfato obtida ao MEV com granulometria de 0,3-0,6 mm.



Para este faixa granulométrica verifica-se as mesmas características de irregularidades da faixa anterior. Entretanto, observa-se uma maior presença de materiais finos aderidos a uma partícula maior em relação a faixa granulométrica 0,15-0,3 mm. Estas partículas pequenas ficaram agarradas em reentrâncias das partículas maiores do rejeito magnético de fosfato.

Na sequência, a partir de imagens do MEV dos rejeitos analisados, são apresentadas as microanálises químicas para pontos específicos das amostras ensaiadas. Também procurou-se caracterizar quimicamente a composição dos minerais primários constituintes dos grãos dos rejeitos.

A Figura 5.11 apresenta a somatória dos minerais presentes na amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria 0,3-0,6mm. As Figuras 5.12, 5.13, 5.14 e 5.15 ilustram a composição química de diferentes 4 pontos (espectros) da amostra e, por fim, a Figura 5.16 mostra o mapeamento químico desta mesma granulometria do rejeito.

Percebe-se que nos espectros 21, 23, 24 e 25 os picos mostram a presença significante de cálcio, sendo à base do mineral da fluorapatita. Porém, através da somatória do mapeamento, constata-se que o elemento majoritário da faixa granulométrica 0,3-0,6 mm também é o ferro.

No mapeamento EDS constata-se também que o elemento majoritário é o ferro. Porém, para esta faixa granulométrica do rejeito magnético de fosfato, é possível observar a presença de material contendo titânio e magnésio, além da presença de cálcio, fósforo, alumínio e manganês. Isso se deve pela maior presença de finos encontrados nesta granulometria.



Figura 5.11: Somatória dos minerais presentes na amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm.

Figura 5.12: Composição química do Ponto 1 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm.



Figura 5.13: Composição química do Ponto 2 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm.



Figura 5.14: Composição química do Ponto 3 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm.



Figura 5.15: Composição química do Ponto 4 da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm.



Figura 5.16: Mapeamento químico da amostra de rejeito magnético de fosfato com granulometria de 0,3-0,6 mm.



### 5.3. ANÁLISE POR DRX

Para a análise por difração de raios X (DRX) foi utilizada uma amostra total do rejeito magnético de fosfato, ou seja, esta amostra não passou por separação de faixas granulométricas.

O difratograma de raios X, ilustrado pela Figura 5.17, apresentou picos característicos que possibilitaram verificar a presença majoritária de magnetita, indicada pela presença de picos expressivos e intensos do mineral. Em menor quantidade foram identificados os elementos hematita, ilmenita e fluorapatita. O Refinamento Rietveld, com intuito de quantificar as fases está em andamento. Também foram identificados os compostos carbonato de cálcio, dióxido de titânio e óxido de ferro, determinados na Tabela 5.2. Dada a análise, confirma-se a predominância de óxidos de ferro na amostra, como já era indicado pelas análises ao EDS. Ainda, confirma-se a presença do mineral fluoroapatita está associado ao óxido de ferro, ou seja, as partículas não estão completamente liberadas.





Γabela 5.2: Ficha cristalográfica da	a difração de raios X da	a amostra de rejeito m	nagnético de fosfato.
--------------------------------------	--------------------------	------------------------	-----------------------

Visible	Ref. Code	Score	Compound	Displacement	Scale	Chemical
			Name	[°2Th.]	Factor	Formula
*	96-900-5839	57	Magnetite	0,000	0,988	Fe24 O32
*	96-900-9783	38	Hematite	0,000	0,327	Fe12 O18
*	96-900-6975	34	Ilmenite	0,000	0,207	Fe8.4 Ti3.6 O18
*	96-210-4756	29	Fluorapatite	0,000	0,222	Ca10 P6 O24 F2

## 6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos atenderam todos os objetivos da pesquisa e trouxeram informações de suma importância na caracterização do rejeito magnético proveniente do beneficiamento de rocha fosfática do Complexo de Mineração de Tapira/MG, o qual é um material descartado em grandes quantidades em barragens de rejeitos pela mineradora da região. Além disso, este estudo sugere que este rejeito que pode ser utilizado como material alternativo na construção civil.

Os testes de caracterização mostraram que a porcentagem de material com granulometria inferior a 0,6 mm presente na amostra foi de aproximadamente 75%. Essa porcentagem pode evidenciar que, para que o mesmo seja utilizado na fabricação de concretos e argamassas é necessário que seja realizado um peneiramento com o intuito de retirar o excesso de finos e grãos com granulometrias maiores que 0,6 mm.

Com base no valor encontrado de módulo de finura de 1,5, o material foi classificado como um possível substituto do agregado miúdo de granulometria fina. Levando-se em consideração a distribuição granulométrica apresentada, o mesmo pode ser utilizado em emboços, rebocos e argamassas de revestimento.

Pelas imagens do MEV foi possível constatar que as duas faixas granulométricas analisadas do rejeito magnético de fosfato (0,15-0,3 mm e 0,3-0,6 mm) apresentam partículas irregulares. Entretanto, observa-se uma maior presença de materiais finos aderidos a uma partícula maior na faixa granulométrica 0,3-0,6mm em relação a faixa granulométrica 0,15-0,3 mm.

Na análise pontual do MEV, verifica-se que a composição química de um mesmo particulado não é homogênea, dando indícios de que o rejeito possui partículas não liberadas, ou seja, as partículas são constituídas de mais de um tipo de mineral.

O mapeamento químico das duas faixas granulométricas mostra que o elemento majoritário é o ferro. Porém, para a faixa 0,6-0,3 mm, é possível observar a presença de material contendo titânio e magnésio, além da presença de cálcio, fósforo, alumínio e manganês. Isso se deve pela maior presença de finos encontrados nesta granulometria. Enquanto na faixa 0,15-0,3 mm observa-se a presença dos elementos titânio, magnésio, manganês e silício.

Através da difração de raios X do material em estudo, verificou-se que o mesmo é composto basicamente por magnetita, hematita, ilmenita e fluorapatita, sendo a magnetita o mineral dominante na amostra. Dada a análise, confirma-se a predominância de óxidos de ferro na amostra, como já era indicado pelas análises ao EDS.

# 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Tendo-se em vista que o presente trabalho se limitou apenas na caracterização do rejeito magnético de fosfato e a partir das conclusões aqui apresentadas, verificou-se que pode ser um material alternativo na construção civil, são vários os estudos que podem ser realizados utilizando este rejeito como substituto de agregado miúdo em diversos tipos de concretos:

- Em concretos de alto desempenho (CAD) e de alta resistência (CAR);
- > Em blocos estruturais de concreto, utilizados em alvenaria estrutural;
- Em concretos auto adensáveis;
- Em argamassas.

# 8. REFERÊNCIAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas - *NBR 7211: Agregados para Concreto - Especificação.* Rio de Janeiro, 2019.

BEZERRA, C. G. Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento.
Orientador: Romildo Dias Toledo Filho. 2017. 157 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.

BEZERRA, M. A.; BROD, J. A. *Mineralogia da Apatita do Complexo Alcalino-Carbonatítico de Tapira. In:* Congresso de Pesquisa e Ensino, Goiânia, 2011.

BRANDÃO, P. R. G. *Métodos de instrumentação e análise.* Notas de aula da disciplina Métodos de Instrumentação e Análise. Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, UFMG, 2010.

CHAVES, A.P.; FERREIRA, F.M. *Estocagem em pilhas. In:* CHAVES, A.P. Manuseio de sólidos granulados. São Paulo: Oficina de textos, 2012. p. 18-93.

CLAPERA, R. S. *Energy dispersive X-Ray fluorescence: measuring elements in solid and liquid matrices.* Girona: Escola Politècnica Superior Universitat de Girona, 2006.

COUTINHO, N. A. F. S. *Otimização do processo de flotação do minério fosfático sílico-carbonatado de Araxá-MG.* Orientadora: Michelly dos Santos Oliveira. 2016. 84f. Monografia (Graduação) - Departamento de Engenharia de Minas, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá, 2016.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. *Elements of X-ray Diffraction. Prentice hall Upper Saddle River,* NJ, 2001.

DAUCE, P.D.; CASTRO, G.B.; LIMA, M.M.F.; LIMA, R.M.F. *Characterisation and magnetic concentration of an iron ore tailings.* Journal of Materials Research and Technology, 2018.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. Microscopia Eletrônica de Varredura
Aplicações e Preparação de Amostras – Materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: Editora PUC-RS, 2007. p. 60.

DIAS, E.G.; LAJOLO, R.D. O meio ambiente na produção de fertilizantes fosfatados no Brasil. In: FERNANDES, F.R.C.; LUZ, A.B.; CASTILHOS, Z.C. Agrominerais para o Brasil. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010, p. 105-124.

DNPM - Departamento Nacional de Produção Mineral. Balanço Mineral Brasileiro. Anuário Mineral Brasileiro. Departamento Nacional da Produção Mineral, Ministério das Minas e Energia. Brasília, DF ISSN 01012053. vol 34. 2014.

FEAM - Fundação Estadual do Meio Ambiente. (2018) *Inventário de resíduos sólidos industriais e minerários – Minas Gerais, ano-base 2017.* Belo Horizonte, Minas Gerais: FEAM, 2018. 47 p.

FRAGA, D. S. *Utilização de rejeitos mineradores*: *estudo de caso de uma mineradora regional*. Orientadora Simone de Souza Christo. 2020. 40f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo, Bacharelado em Administração, Guarapari, 2020.

GIRÃO, A. V.; FERRO, M. C.; CAPUTO, G. Application of Scanning Electron *Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDS).* Comprehensive Analytical Chemistry - June 2017.

GOMES, A. C. F. *Estudo de aproveitamento de rejeito de mineração.* Orientadora: Rísia Magriotis Papini. 2017. 98 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2017.

GOMES, A. C. F.; ROCHA, S. D. F. *Amostragem de rejeito de garimpo de ouro no estado de mato grosso para uso em solo cimento. In:* Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, XXVIII, 2019, Belo Horizonte.

GONTIJO, V. L. Método alternativo para purificação de  $P_2O_5$  do minério fosfático sílico-carbonatado da região de Araxá, na retirada de íons cálcio e magnésio via sistema aquoso bifásico (SAB). Orientador Felipe Souza Ribeiro. 2017. 71f. Monografia (Graduação) - Departamento de Engenharia de Minas, Escola de Engenharia, Universidade Estadual de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2017.

IPEA - Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada. (2012). *Diagnóstico dos Resíduos Sólidos Urbanos.* IPEA, Brasília, Brasil, 1vol., 77p.

LIU, G. Economia circular em sentido amplo e sua aplicação em resíduos de mineração e rejeitos na China. In: Seminário Reaproveitamento de Rejeitos e Economia Circular. Belo Horizonte, 2018.

LUZ, A. B., SAMPAIO, J. A. & FRANÇA, S. C. A. (2010). *Tratamento de Minérios*. CETEM/MCT, Rio de Janeiro, RJ, 1 vol., 896p.

MAIA, V. dos S. F.; SHIBATA, A E.; ROMÃO, E. M. R. Revisão dos novos modelos de produção: Economia Circular, Bioeconomia e Biossociedade. In: Research, Society and Development, v. 10, n. 9, 2021.

MALISKA, A.M. *Apostila de Microscopia Eletrônica de Varredura.* Laboratório de Caracterização Microestrutural e Análise de Imagens, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. 2010.

MAZZILLI, B. P. Comportamento dos radionuclídeos no ecossistema; Mineração de fosfato e produção de ácido fosfórico. In: Rócio G dos Reis. (Org.). NORM: Guia Prático. 1ed.SAO PAULO: Gráfica PoloPrinter, 2016, v. 1, p. 61-72.

MECHI, A.; SANCHES, D. L. Impactos ambientais da mineração no Estado de São Paulo. Estudos avançados, v. 24, n. 68, p. 209-220, 2010.

MULTIGEO. *Relatório de Impacto Ambiental (RIMA) - Alteamento da Barragem BR Cota 1.210.* Empresa de Mineração Geologia e Meio Ambiente. São Paulo, 2021.

MURTA, R. H. Caracterização de rejeito proveniente da separação overflow de minério itabirito, para estudo de possibilidade de seu aproveitamento. Orientadora Valéria Cristina Palmeira Zago. 2019. 73f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) - Departamento de Ciência e Tecnologia Ambiental, Graduação em Engenharia Ambiental e Sanitária, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET-MG, Belo Horizonte, 2019.

OLIVEIRA, A. T. Remoção do fósforo do rejeito magnético do Complexo Alcalino Carbonatítico de Tapira-MG via lixiviação ácida. Orientador Leandro Henrique Santos. 2016. 63f. Monografia (Graduação) – Departamento de Engenharia de Minas, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá, 2016. PEREIRA, A. B. *Caracterização Estrutural e Térmica de Cristais de L-Arginina*•*HCl<sub>x</sub>HBr*<sub>1-x</sub>. Orientador Adenilson Oliveira dos Santos. 2016. Dissertação (Mestrado em Ciências dos Materiais) – Instituto de Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Maranhão, Imperatriz, 2016.

PIMENTA, R. P. *Gestão de Resíduos em Atividades Minerárias.* Conselho Nacional do Ministério Público - CNMP, Ministério Público de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2021.

REIS, E. L. Caracterização de resíduos provenientes da planta de beneficiamento do minério de manganês sílico-carbonatado da RDM-unidade Morro da Mina.
Orientadora Rosa Malena Fernandes Lima. 2005. 141f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2005.

RUSSO, F. M. Comportamento de Barragens de Rejeito Construídas por Aterro Hidráulico: Caracterização Laboratorial e Simulação Numérica do Processo Construtivo. Orientador André Pacheco de Assis. 2007. 292f. Tese (Doutorado) -Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, 2007.

SALES, C. G. de. *Peneiramento Industrial: Metodologia para Dimensionamento e Simulação.* Orientador Roberto Galéry. 2020. 243f. Tese (Doutorado) - Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2020.

SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A., BRAGA, P. F. A. (2007). *Tratamento de minérios – Práticas laboratoriais.* 1<sup>a</sup>ed., Centro Tecnologia Mineral, Rio de Janeiro, RJ. p. 55-72.

SANTOS, T. G dos. *Reaproveitamento de rejeitos de minério de ferro e ouro com base em uma caracterização tecnológica e geoambiental*. Orientador Luís Fernando Martins Ribeiro. 2018. 110f. Dissertação (Mestrado) - Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2018.

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

SILVA, F. B. R da. Caracterização do rejeito magnético obtido a partir do beneficiamento de rocha fosfática. Orientadora Taíse Matte Manhabosco. 2020. 90f.
Monografia (Especialização) – Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, 2020.

SILVA, G. R. da. *Caracterização de aços por técnicas de raios X.* Orientador Joaquim Teixeira de Assis. 2019. 101 f. Dissertação (Mestrado em Materiais nãometálicos; física e mecânica dos materiais) - Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Nova Friburgo, 2019.

SOUSA, A. F. *Caracterização por microscopia eletrônica de (nano) compósitos envolvendo dióxido de titânio e carvão hidrotérmico.* Orientador Alexandre Rocha Paschoal. 2019. 50 f. Monografia (Bacharelado em Física) - Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2019.

ULIANA, D. Caracterização Tecnológica do Minério de Fosfato do Complexo Alcalino de Salitre, MG – Área Fosfertil. Orientador Henrique Kahn. 210f. Dissertação (Mestrado). Pós-Graduação em Engenharia de Minas e de Petróleo, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

VALADÃO, G. E. S.; ARAÚJO, A. C. Introdução ao Tratamento de Minérios. 1ª ed., 2012, Editora UFMG, Belo Horizonte, MG.

VALE. *Eliminação de barragens avança em Minas Gerais*. Publicação da empresa Vale, 2021. Disponível em: http://www.vale.com/brasil/PT/aboutvale/news/Documents/2022/Balan%C3%A7o%2 0MG\_2021.pdf. Acesso em: 22 fev. 2022.