

ARTHUR JARBAS CARDOSO DA SILVA

**CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO QUARTZITO
FRIÁVEL DE ITUTINGA, MG, COM VISTA À
PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO (SiC)**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de
São Paulo para a obtenção do
Título de Mestre em Engenharia.

São Paulo

2003

014

2003/188/PMI

fls.188



**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA POLITÉCNICA
TERMO DE JULGAMENTO
DE**

DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Aos 13 dias do mês de agosto de 2003, às 14:00 horas, no Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, presente a Comissão Julgadora, integrada pelos Senhores Professores Doutores Henrique Kahn, orientador do candidato, Eldon Azevedo Masini e Lilia Mascarenhas Sant'Agostino, iniciou-se a Defesa de Dissertação de Mestrado do(a) Sr(a) **ARTHUR JARBAS CARDOSO DA SILVA**.

Título da Dissertação: "**CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO QUARTZITO FRIÁVEL DE ITUTINGA, MG, COM VISTA À PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO(SiC)**".

Concluída a arguição, procedeu-se ao julgamento na forma regulamentar, tendo a Comissão Julgadora considerado o(a) candidato(a):

Prof.Dr. Henrique Kahn..... (APROVADO)
Prof.Dr. Eldon Azevedo Masini..... (APROVADO)
Prof^a.Dr^a. Lilia Mascarenhas Sant'Agostino... (APROVADO)

Para constar, é lavrado o presente termo, que vai assinado pela Comissão Julgadora e pela Secretária de Pós-Graduação.

São Paulo, 13 de agosto de 2003.
A COMISSÃO JULGADORA

Henrique Kahn

Lilia Sant'Agostino

Secretária: Elisabete Ap^a F.S. Ramos *Elisabete Ramos*
Obs: Resolução 4476, de 17.09.1997 Altera dispositivos do Regimento Geral da USP Art.109 - Imediatamente após o encerramento da arguição da dissertação ou da tese cada examinador expressará seu julgamento em sessão secreta, considerando o candidato aprovado ou reprovado.

Homologado pela C.P.G. em reunião realizada 18/08/03.
126 p. + apêndices

ARTHUR JARBAS CARDOSO DA SILVA

**CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DO QUARTZITO
FRIÁVEL DE ITUTINGA, MG, COM VISTA À
PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO (SiC)**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de
São Paulo para a obtenção do
Título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração:
Engenharia Mineral.

Orientador:
Prof. Livre-Docente
Henrique Kahn

São Paulo

2003

FICHA CATALOGRÁFICA

Silva, Arthur Jarbas Cardoso da
Caracterização tecnológica do quartzito friável de Itutinga,
MG, com vista à produção de carbetos de silício (SiC) / A.J.C.
Silva. -- São Paulo, 2003.
126 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade
de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de
Petróleo.

1. Caracterização tecnológica de minérios {Itutinga (MG)}
I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento
de Engenharia de Minas e de Petróleo II.t.

*Quero saber como Deus criou este mundo.
Não estou interessado neste ou naquele fenômeno.
Quero saber Seus pensamentos, o resto são detalhes.*

Sir Albert Einstein

Dedico este trabalho à minha família...

*Ao meu pai,
Meu melhor amigo...
... Que me ensinou que à felicidade da vida é
imprescindível a manutenção permanente do
equilíbrio entre trabalhar pra caramba e
farrear com a mesma intensidade.*

*A minha mãe,
Por sua singela existência...
... Meu porto seguro de águas serenas.*

*Ao meu irmão,
Porque esta conquista é nossa...
... Somos uma só energia.*

*A Giselle B. Chissini, meu amor...
Companheira indiscutível.
No sorriso o argumento,
Na presença o meu alento.*

AGRADECIMENTOS

O autor expressa aqui os seus sinceros agradecimentos às pessoas e instituições que colaboraram para a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Henrique Kahn, orientador deste trabalho, pela contribuição valiosa ao meu aprendizado e amadurecimento profissionais, por meio das sugestões e críticas sempre construtivas e, também, pela permanente colaboração nos momentos mais difíceis.

À Saint-Gobain Materiais Cerâmicos Ltda, particularmente, em nome do Eng. Ildeu Cardoso da Silva, por acreditar e incentivar a realização do presente trabalho, bem como, por encontrar tempo para sugestões e correções.

Também à Mineração Jundu S.A., em nome do Eng. Dimitri Orrico Nogueira e à Mineração Santa Suzana Ltda, em nome do Eng. Gilberto Saura, por participarem e acreditarem no desenvolvimento inicial deste estudo.

Às agências de fomento FAPESP (processo 00/06467-0) e CAPES, esta última pela Bolsa CAPES/DS – Cota da Pró-Reitoria, recebida até julho de 2001.

Ao Prof. Dr. Jorge S. Bettencourt, por acreditar na potencialidade e perspectivas do presente tema, e, também, por me apresentar à área de caracterização tecnológica de matérias primas minerais.

Ao Prof. Dr. Laurindo Salles Leal Filho, pela compreensão e oportunidade a mim conferida.

Às equipes do LCT e LTM do Departamento de Engenharia de Minas e do Petróleo da EPUSP, especialmente aos funcionários e amigos, Ilda, Juscelino, Wesli, Edcarlos, Antonio, Tico, Rose e Alfredo, às pesquisadoras, Prof. Dr. Giuliana Ratti e Prof. Dr. Manuela Tassinari e aos colegas de pós-graduação, Carlos, André, Eliana, Marisa e Maria de Lourdes, pelas sugestões, dicas, ensinamentos, auxílios urgentes e prosas descontraídas, que tornaram o dia-a-dia mais agradável.

Às bibliotecárias Maria Cristina Martinez Bonesio, pelo grande auxílio na organização das referências bibliográficas, e Silvia de La Torre, pela prontidão na edição da ficha catalográfica.

À CVRD, especialmente, ao geólogos João Carlos Rigon e Ronan de Oliveira Barbosa, por compreenderem eventuais mudanças de cronograma e sempre apoiarem esta iniciativa. Também, aos colegas da GAMIC, Tatiana e Luís Henrique, pelas discussões e materiais de pesquisa a mim disponibilizados.

Aos amigos de São Paulo, que me deram guarida nestes dois anos, especialmente, ao pessoal da República Covil das Virgens, Dona Amélia, Pagão, Moisés, Manolo, Monga e Micuim, aos grandes, Glaciomar Freitas e Otávio Cavalon e às meninas da República Pauôco, Juliana, Vanessa e, principalmente, Daniela e Giselle.

Aos demais amigos, Silvio Wesley, Antônio Guerra, Gustavo Silveira, Edgar e Selma, Thaís Vinha Fosse, Daniela Damiati, Giselle Chissini, Paulo Jarbas, Claudia Biral, Cecília e muitos outros que, por ventura, contribuíram de alguma forma para a realização deste trabalho, seja por cuidarem de pequenos detalhes cruciais, bem como por dividirem os bons e os maus momentos, por meio de discussões, elucubrações e papos-furados, o meu, muito obrigado.

RESUMO

Atualmente, a areia industrial proveniente do depósito de quartzito friável de Itutinga, MG, é empregada na produção de carbetos de silício (SiC), um material cerâmico com variadas aplicações na indústria. O processo atual de beneficiamento do minério gera um produto (areia beneficiada) adequado à fabricação de carbetos de silício do tipo preto (SiC-preto). No entanto, esta areia não atinge as especificações necessárias à produção de SiC-verde, uma variedade mais nobre do produto, com maior valor agregado. O problema resume-se aos teores de alumínio (Al_2O_3) e ferro (Fe_2O_3) contidos na areia beneficiada, os quais se encontram muito acima dos limites admitidos pelo processo metalúrgico.

Diante deste contexto, o presente trabalho tem como principal objetivo a realização de estudos de caracterização tecnológica do quartzito de Itutinga, para se avaliar a possibilidade do minério em questão em gerar um concentrado de SiO_2 (areia) com as características requeridas à fabricação de carbetos de silício verde.

Os resultados obtidos mostram que o alumínio (Al_2O_3) concentra-se, principalmente, nos minerais micáceos de granulção fina ($-0,15$ mm), também totalmente liberados, e na forma de películas de hidróxido de alumínio que recobrem parcialmente os grãos de quartzo, motivo pelo qual torna-se imprescindível a inclusão da operação unitária de atrição no processo de beneficiamento, além de classificação do material acima de $0,15$ mm. O ferro (Fe_2O_3) encontra-se na forma de óxidos e hidróxidos que ocorrem de forma livre, passíveis de serem facilmente removidos por uma lavagem adequada ou pelos mesmos procedimentos propostos para minimizar os teores de alumínio.

Adicionalmente, a introdução da operação de atrição no processamento do minério permite que a lavra do quartzito de Itutinga possa ser flexibilizada, sem a imposição de critérios de seleção do material, ampliando consideravelmente as reservas aproveitáveis. Em relação à adequação do teor de Al_2O_3 às especificações de SiC-verde, sugere-se a realização de estudos futuros considerando-se flotação, dentre outras alternativas, visando a remoção dos minerais micáceos remanescentes.

ABSTRACT

The industrial sand from the friable quartzite deposit from Itutinga, MG, is used for the manufacturing of silicon carbide (SiC), a ceramic material with a wide range of uses in the industry. The attained product by the current mineral dressing process is only suitable for the production of the grey silicon carbide type. However, the simple processed sand does not fit the required specifications for the green silicon carbide production, a nobler variety of this material. The restrictions are associated to the contents of aluminium (Al_2O_3) and iron (Fe_2O_3) in the clean sand, which are above of the maximum tolerated by metallurgical process.

The objective of the present work is to developed studies of technological characterisation in order to evaluate the possibility of using the ore (sand) of Itutinga in the production of the green silicon carbide.

The attained results show that aluminium (Al_2O_3) is mostly associated with the fine micaceous minerals (-0.15 mm), totally liberated, and also in the form of aluminium hydroxides partially coating the quartz grains. Therefore to minimize the aluminium content, it is essential to consider a scrubbing step followed by 0.15 mm classification in the mineral processing plant. The iron (Fe_2O_3) content is related to oxides and hydroxides, which occur completely liberated and can be easily washed out by adequate washing or following the same procedures proposed for the aluminium.

In addition, the introduction of a scrubbing operation in the mineral processing plant will allow a greater flexibility on the mining operations, without any obligation regarding the material blending criteria as well as it will considerably improve the exploitable mineral resources. Further mineral processing studies must be carried out to evaluate if it is possible to achieve Al_2O_3 specifications for green SiC; these tests would consider froth flotation, despite other methods, that would allow the content of micaceous minerals to be minimized.

SUMÁRIO

página

RESUMO

ABSTRACT

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE FOTOGRAFIAS

LISTA DE FOTOMICROGRAFIAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS	2
1.2 PLANEJAMENTO DAS ATIVIDADES REALIZADAS	3
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 CONTEXTO GEOLÓGICO DO QUARTZITO FRIÁVEL DE ITUTINGA, MG	4
2.1.1 A Formação Quartzito de Itutinga	5
2.2 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MATÉRIAS PRIMAS MINERAIS	7
2.2.1 Procedimentos práticos	9
2.2.2 Caracterização tecnológica e tipológica do depósito mineral.....	12
2.3 A TEORIA DA AMOSTRAGEM	14
2.3.1 Processos de coleta de incrementos e subdivisão de amostras	15
2.3.2 A massa mínima da amostra	17
2.3.3 Amostragem de um corpo geológico	18
2.4 ANÁLISES QUÍMICAS	20
2.4.1 Determinações por meio das técnicas de via úmida	20
2.4.2 Determinações por meio das técnicas analíticas instrumentais	21
2.4.3 Espectrometria por fluorescência de raios X (FRX).....	23
2.4.3.1 Espectrômetros por WDS e EDS	24
2.4.3.2 Preparação de amostras.....	25

2.4.3.3 Calibração.....	26
2.5 ANÁLISE TEXTURAL.....	26
2.6 MÉTODOS DE ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS	27
2.6.1 Peneiramento	29
2.6.2 Espalhamento de luz laser de baixo ângulo	31
2.7 SEPARAÇÕES MINERAIS.....	33
2.7.1 Separação em líquidos densos	35
2.7.2 Separação magnética	37
2.8 ANÁLISES MINERALÓGICAS.....	39
2.8.1 Microscopia estereoscópica.....	39
2.8.2 Microscopia eletrônica de varredura	40
2.8.3 Difratomia de raios X.....	43
2.9 O EMPREGO DA AREIA COMO UM BEM MINERAL INDUSTRIAL.....	47
2.10 O CARBETO DE SILÍCIO (SiC)	48
3 APRESENTAÇÃO DO CASO DE ITUTINGA.....	51
3.1 ESPECIFICAÇÕES EXIGIDAS DA MATÉRIA PRIMA (AREIA).....	53
4 MÉTODO DE TRABALHO	54
4.1 PREMISSAS.....	54
4.2 ATIVIDADES REALIZADAS	55
4.3 AMOSTRAGEM	56
4.3.1 Amostragem e subamostragem das amostras no campo.....	56
4.3.2 Subamostragem no laboratório.....	60
4.4 ANÁLISES QUÍMICAS	61
4.5 CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO	62
4.6 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR ESPALHAMENTO DE LUZ LASER DE BAIXO ÂNGULO.....	62
4.7 SEPARAÇÃO MINERAL POR LÍQUIDOS DENSOS.....	63
4.8 SEPARAÇÃO MINERAL MAGNÉTICA EM <i>FRANTZ</i>	64
4.9 MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA	64
4.10 DIFRATOMIA DE RAIOS X	65
4.11 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	65
4.12 ENSAIOS DE ATRIÇÃO.....	66
4.13 ENSAIOS COMPLEMENTARES	68

5 RESULTADOS DOS TRABALHOS DE CAMPO - AMOSTRAGEM....	69
5.1 A MINA PONTE ALTA	69
5.1.1 Características geológicas do depósito	70
5.1.2 Planejamento de lavra.....	72
5.1.3 Amostragem.....	75
5.2 A UNIDADE DE BENEFICIAMENTO DE MINÉRIO.....	79
5.2.1 Amostragem.....	83
5.3 AMOSTRAGEM NA UNIDADE INDUSTRIAL - FÁBRICA	84
5.4 SUMÁRIO DAS AMOSTRAS ESTUDADAS	84
6 RESULTADOS DOS ESTUDOS DE CARACTERIZAÇÃO	85
6.1 ANÁLISE TEXTURAL.....	85
6.2 ANÁLISES QUÍMICAS	85
6.3 ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS.....	87
6.3.1 Amostras da Mina Ponte Alta.....	87
6.3.1.1 Análises químicas por fração granulométrica.....	88
6.3.2 Amostras da unidade de beneficiamento de minério e da fábrica	90
6.3.2.1 Análises químicas por fração granulométrica.....	91
6.4 SEPARAÇÕES MINERAIS.....	94
6.4.1 Separações por líquidos densos	94
6.4.2 Separações magnéticas em Frantz	97
6.5 ANÁLISES MINERALÓGICAS.....	100
6.5.1 Minerais pesados	100
6.5.2 Superfície dos grãos de quartzo.....	108
6.6 ENSAIOS DE ATRIÇÃO.....	112
6.6.1 Análise química por fração granulométrica da amostra Comp-CS	115
6.7 ENSAIOS COMPLEMENTARES	116
7 CONCLUSÕES	117
8 ANEXOS	120
8.1 – MAPA GEOLÓGICO DA MINA PONTE ALTA.....	121
9 LISTA DE REFERÊNCIAS	122

APÊNDICE I – Comparação entre os diferentes sistemas de medida de tamanho de partículas. (Modificado de Fábrica... 1994)

APÊNDICE II – Peso específico dos minerais mais comuns. (Modificado de Klein & Hurlbut, 1993)

APÊNDICE III – Susceptibilidade magnética dos minerais mais comuns. (Modificado de Parfenoff, Pomerol & Tourenq, 1970)

LISTA DE FIGURAS

	página
Figura 1 - Mapa geológico da região de Itutinga, MG. Modificado de Ebert (1984).....	6
Figura 2 - Seqüência básica de procedimento experimental para caracterização de minérios. Modificado de Sant'Agostino & Kahn (1997).....	12
Figura 3 - Desenho esquemático representando o microvolume analisado e as posições relativas onde são geradas as interações resultantes da interação feixe-amostra em análises ao MEV	42
Figura 4 - Desenho esquemático representando as condições que satisfazem a Lei de Bragg. (Modificado de Philips..., 1997).....	44
Figura 5 - Desenho esquemático representando o mecanismo de funcionamento dos difratômetros de raios X baseado na geometria parafocal de Bragg-Brentano. Modificado de Jenkins (1989).....	46
Figura 6 - Fluxograma ilustrando o procedimento experimental executado.....	56
Figura 7 - Detalhamento dos procedimentos de subamostragem.....	61
Figura 8 - Mapa de localização da Mina Ponte Alta, base topográfica da região e as áreas referentes aos decretos de lavra da <i>Saint-Gobain Materiais Cerâmicos</i> em Itutinga.....	70
Figura 9 - Mapa geológico e topográfico da mina mostrando os sítios de amostragem. Modificado de Ribeiro & Fiumari (1999).	74
Figura 10 - Análise granulométrica por peneiramento das amostras da mina.	87
Figura 11 - Análise granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo (LALLS) das amostras Alimentação, Rejeito e Produto Final.....	91
Figura 12 - Difratogramas dos produtos <i>-0,074 mm afundado</i> relativos às amostras dos Sítios 01 ao 05.	102

Figura 13 - Espectros de EDS referentes às fases minerais citadas na Fotomicrografia 2.....	103
Figura 14 - Espectros de EDS referentes às fases minerais citadas na Fotomicrografia 3.....	104
Figura 15 - Espectro de EDS referente a área assinalada na fotomicrografia acima (Si referente ao quartzo abaixo da película de recobrimento).....	109
Figura 16 - Espectro de EDS referente a área esbranquiçada da fotomicrografia acima (Si referente ao quartzo abaixo da película de recobrimento).....	111

LISTA DE TABELAS

	página
Tabela 1 – Principais técnicas instrumentais de análise química e as respectivas faixas do espectro eletromagnético.	23
Tabela 2 - Diferentes técnicas de análise de tamanho de partículas. Modificada de Allen (1997).....	28
Tabela 3 - Técnicas e equipamentos utilizados na separação de fases minerais na escala de caracterização tecnológica ou na simulação de processos de beneficiamento em escala de laboratório. Modificado de Sant'Agostino & Kahn (1997).	34
Tabela 4 – Principais líquidos densos usados em separações minerais. Modificado de Hutchison (1974) e Jones (1987).	35
Tabela 5 - Teores médios do minério de Itutinga e do produto beneficiado (areia) e as especificações químicas exigidas da areia para a produção das diferentes variedades de carvão de silício.....	53
Tabela 6 - Condições operacionais dos ensaios de atrição	67
Tabela 7 - Detalhes do trabalho de amostragem de campo.....	84
Tabela 8 - Análise química das amostras estudadas.	86
Tabela 9 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 01	88
Tabela 10 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 02.....	88
Tabela 11 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 03.....	89
Tabela 12 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 04.....	89
Tabela 13 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 05.....	89
Tabela 14 - Análise química por fração granulométrica da amostra Alimentação.	92
Tabela 15 - Análise química por fração granulométrica da amostra Produto Final.....	92

Tabela 16 - Análise química por fração granulométrica da amostra Grossos.....	92
Tabela 17 - Análise química por fração granulométrica da amostra Rejeito.	93
Tabela 18 - Análise química por fração granulométrica da amostra Minas-Rio.	93
Tabela 19 - Separações em líquidos densos das amostras da mina.....	95
Tabela 20 - Separações em líquidos densos dos materiais da unidade de beneficiamento.	96
Tabela 21 - Separação magnética em <i>Frantz</i> das amostras da mina.....	98
Tabela 22 - Separação magnética em <i>Frantz</i> das amostras da unidade de beneficiamento.	99
Tabela 23 - Resultados dos ensaios de atrição	113
Tabela 24 - Comparação entre os teores de Al_2O_3 verificados para as amostras tal qual tal qual e produtos obtidos nos ensaios de atrição e separações minerais.....	114
Tabela 25 - Análise química por fração granulométrica da amostra Comp-CS.	115
Tabela 26 - Teores de Al_2O_3 nos produtos obtidos e a estimativa da distribuição do alumínio.....	117

LISTA DE FOTOGRAFIAS

	página
Fotografia 1 - Amostragem: as áreas assinaladas indicam os pontos de coleta de incrementos	58
Fotografia 2 - Amostragem e subamostragem: reunião dos incrementos e formação da pilha alongada.....	59
Fotografia 3 - Amostragem e subamostragem: coleta dos incrementos e formação da pilha alongada.....	59
Fotografia 4 - Subamostragem: subdivisão da massa da amostra de campo e acondicionamento da amostra em saco plástico apropriado.	60
Fotografia 5 - Detalhe do quartzito, mostrando estrutura e impregnação por óxidos de ferro.....	71
Fotografia 6 - Vista da jazida de SE para W, sítio 02.....	76
Fotografia 7 - Vista da jazida de W para E, sítio 03	77
Fotografia 8 - Vista da jazida de NW para E, sítios 01, 02 e 03.....	77
Fotografia 9 - Vista da jazida de SW para E, apresentando os sítios 01 e 02 de amostragem	78
Fotografia 10 - Vista da jazida de S para N, apresentando o local do sítio 04 de amostragem	78
Fotografia 11 - Vista da jazida de E para W, apresentando os locais dos sítios de amostragem 03, 04 e 05. Um pouco à direita do centro, porção não friável do quartzito não retirada da mina deixada como estéril.....	78
Fotografia 12 – Retomada do minério das pilhas de homogeneização.....	80
Fotografia 13 - Alimentação do processo de beneficiamento.....	80
Fotografia 14 - Beneficiamento: operação unitária de lavagem e classificação em peneira giratória.....	81
Fotografia 15 - Desaguamento por transportador helicoidal.....	82

Fotografia 16 - Formação da pilha do produto final (areia beneficiada) 82

Fotografia 17 - Pilha de rejeito..... 83

LISTA DE FOTOMICROGRAFIAS

página

- Fotomicrografia 1 - Sítios diversos. Composição de imagens das principais fases de minerais pesados. (Sem escala por se tratar de uma composição de várias imagens)..... 101
- Fotomicrografia 2 – Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. Algumas das fases minerais identificadas: 1 – cianita; 2, 3 e 6 – agregados secundários com predominância de óxidos de ferro; 4 – alumino fosfato (Ca, Fe, Ba e ETR subordinados); 5 – mica..... 103
- Fotomicrografia 3 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. Algumas das fases minerais identificadas: 7 e 9 - fosfato de terras raras; 8 - rutilo; 9 - agregados secundários com predominância de óxidos de ferro (Al, Si, P, etc, subordinados) em associação com fosfato de terras raras (ETR). 104
- Fotomicrografia 4 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados. Agregado secundário poroso (11), com predominância de óxidos de Fe, Al e Si (P, Ti, etc, subordinados); grão de rutilo idiomórfico ao centro da imagem. 105
- Fotomicrografia 5 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados. Zircão (13); grãos idiomórficos de rutilo e agregados secundários com predominância de óxidos de Fe, Al e Si (P, Ti, etc, subordinados) 105
- Fotomicrografia 6 - Sítio 02, imagem de elétrons retro-espalhados. Algumas das fases minerais identificadas: 1 - cassiterita; 2 - zircão; 3 - cianita; 4 - rutilo. 106
- Fotomicrografia 7 - Sítio 2, imagem de elétrons retro-espalhados. Minerais identificados: 5 - monazita; 6 - pseudomorfo de pirita; rutilo e agregados secundários de óxidos de Fe (Al, Si P, Ti)..... 106

Fotomicrografia 8 - Sítio 02, imagem de elétrons retro-espalhados. Algumas das fases minerais identificadas: 8 - mica; grãos idiomórficos de rutilo e zircão, além de monazita e quartzo.....	107
Fotomicrografia 9 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados. Grãos de cianita e zircão idiomórfico.....	107
Fotomicrografia 10 - Sítio 1, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. O material contornado compreende impregnações superficiais de Al e O (gibbsita ?) preenchendo microfraturas dos grãos de quartzo.	109
Fotomicrografia 11 - Sítio 5, imagem de elétrons retro-espalhados. Grão de quartzo totalmente recoberto por Al e O (gibbsita ? e/ou caulinita ?).....	110
Fotomicrografia 12 - Sítio 3, imagem de elétrons retro-espalhados. Películas de Al e O (gibbsita ?) recobrindo grãos de quartzo	110
Fotomicrografia 13 - Sítio 1, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. Em tons mais claros, são verificadas impregnações superficiais de Al e O (gibbsita ?) sobre grãos de quartzo.	111
Fotomicrografia 14 - Sítio 5, imagem de elétrons retro-espalhados à esquerda (composição) e de elétrons secundários à direita (morfologia). Películas de Al e O (gibbsita ?) recobrindo grão de quartzo.....	112

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AAS - Espectrofotometria de absorção atômica.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas.

BSE – Elétrons retroespalhados.

DRX – Difractometria de raios X.

EDS – Espectrometria por dispersão de energia.

EO – Espectrografia óptica por emissão.

EPUSP – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

FRX – Espectrometria por fluorescência de raios X.

ICDD – *International Centre for Diffraction Data*.

ICP – Espectrometria de emissão por plasma induzido.

LALLS – Espalhamento de luz laser de baixo ângulo (*low angle laser light scattering*)

LCT – Laboratório de Caracterização Tecnológica.

LTM – Laboratório de Tratamento de Minérios e de Resíduos Industriais.

MEV – Microscópio eletrônica de varredura.

SE – Elétrons secundários.

SiC – Carbetto de silício.

SiC-preto – Carbetto de silício preto.

SiC-verde – Carbetto de silício verde.

WDS – Espectrometria por dispersão de comprimento de onda.

1 INTRODUÇÃO

No município de Itutinga, MG, ocorrem depósitos de areia industrial relacionados às camadas friáveis da seqüência de quartzitos que sustentam a Serra do Ouro Grosso. O formalismo da litoestratigrafia individualiza estas rochas na Formação Quartzito de Itutinga, unidade basal do Grupo São João Del Rei. (Heilbron, 1984)

Recentemente, a empresa *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos*, grande produtora mundial de carbetos de silício (SiC), passou a explorar tais recursos com o objetivo de utilizar a areia de Itutinga na fabricação de SiC. Dentre outros benefícios, como as garantias de demanda e de qualidade do minério, a finalidade deste empreendimento foi, essencialmente, promover a redução de custos com o transporte da matéria prima, uma vez que, toda a areia consumida no processo metalúrgico era comprada de regiões muito mais distantes do que Itutinga, situada a apenas 100 km da unidade industrial de fabricação de SiC, a qual se localiza em Barbacena, MG.

O carbetos de silício, produto comercialmente conhecido como *carborundum*, é um material cerâmico produzido a partir de uma mistura de petro-coque (fonte de carbono) com areia quartzosa de alta pureza (fonte de silício). Devido às suas especificações tecnológicas muito particulares, este material tornou-se uma matéria prima essencial em diversos segmentos da indústria, tais como: abrasivos, refratários e componentes eletrônicos. Atualmente, são produzidas em Barbacena duas qualidades de SiC, as quais compreendem: o carbetos de silício preto (SiC-preto) e o carbetos de silício verde (SiC-verde). A maior pureza das matérias primas empregadas no seu processo de fabricação garante ao SiC-verde qualidade superior e, conseqüentemente, maior valor agregado e maior interesse comercial por parte da empresa.

A proposta para a realização do presente estudo veio da impossibilidade de se fabricar SiC-verde a partir do minério beneficiado de Itutinga (areia limpa). Este fato foi constatado após diversas tentativas frustradas de produção em escala industrial e confirmado pelos resultados de análises químicas preliminares, nas quais os teores de Al_2O_3 e Fe_2O_3 na areia beneficiada encontram-se muito acima do máximo admitido pelo processo metalúrgico de fabricação da variedade mais nobre de SiC.

Portanto, atualmente, o minério beneficiado de Itutinga é utilizado apenas na produção de SiC-preto, enquanto toda a areia utilizada na fabricação de SiC-verde é ainda, obrigatoriamente, comprada de outros fornecedores.

Deste modo, frente ao desafio de se produzir um concentrado de SiO_2 com as especificações necessárias à fabricação de SiC-verde, tornou-se imprescindível à realização da caracterização tecnológica do minério de Itutinga, com foco na verificação das possibilidades de se atender às exigências requeridas por meio de processos de beneficiamento mineral mais adequados.

As amostras estudadas foram coletadas diretamente na mina e na unidade de beneficiamento de minério. Os trabalhos de laboratório que se seguiram à amostragem foram integralmente desenvolvidos nas instalações do Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT) e do Laboratório de Tratamento de Minério e de Resíduos Industriais (LTM) do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP), os quais resumem-se nas atividades de: subamostragem e preparação de amostras, separações minerais, análises químicas, granulométricas e mineralógicas, complementadas por ensaios de atrição, elutriação e separação eletrostática.

1.1 OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS

Como objetivos da caracterização proposta, tornaram-se alvos fundamentais as determinações das seguintes características do minério:

- Distribuição granulométrica.
- Composição química e mineralógica por faixa granulométrica.
- Fases minerais portadoras dos elementos deletérios: alumínio e ferro.
- Relações de contato e intercrescimento entre os grãos do mineral de interesse (quartzo) e as diferentes fases portadoras de Al_2O_3 e Fe_2O_3 .

A partir dos resultados obtidos, propõe-se avaliar as possibilidades de minimizar o conteúdo dos elementos deletérios e sugerir alternativas de processamento mineral mais adequadas ao quartzito de Itutinga.

Verifica-se a importância do tema pela necessidade real de se encontrar uma solução tecnológica para o melhor aproveitamento do minério, a qual, como será demonstrado, se torna factível após o desenvolvimento do presente estudo. A relevância do tema reflete-se, também, na enorme disponibilidade deste bem mineral no país, contrastada pela escassez de publicações científicas afins.

1.2 PLANEJAMENTO DAS ATIVIDADES REALIZADAS

O desenvolvimento do trabalho foi planejado e estruturado segundo uma seqüência lógica e coerente, sempre em busca dos objetivos propostos. A presente dissertação aborda com detalhes cada um dos pontos listados abaixo, os quais, ao contrário do modo estanque e independente em que aparecem, foram realizados de maneira complementar, principalmente, com relação ao acompanhamento teórico das atividades práticas e à programação dos procedimentos de laboratório com base nos resultados preliminares obtidos:

- Revisão Bibliográfica.
- Apresentação do caso de Itutinga.
- Atividades de campo e coleta das amostras estudadas.
- Atividades de laboratório.
- Interpretação e discussão dos resultados obtidos.
- Conclusões e recomendações.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A pesquisa bibliográfica inicial, com foco em estudos de caracterização tecnológica e temas correlatos, forneceu os subsídios que nortearam o planejamento das atividades realizadas. No mesmo sentido, a consulta complementar de publicações científicas pertinentes, bem como, a revisão de textos técnicos afins, foram fundamentais para assegurar o embasamento teórico necessário ao desenvolvimento correto das práticas de laboratório.

Desta forma, os principais tópicos abordados na pesquisa bibliográfica realizada foram:

- O contexto geológico do depósito de quartzito friável de Itutinga, MG.
- Os princípios da caracterização tecnológica de matérias primas minerais.
- A teoria sobre os métodos de amostragem.
- Os métodos de análise química.
- Os métodos de análise textural.
- Os métodos de análise de tamanho de partículas.
- Os processos de separação mineral.
- Os métodos de análises mineralógicas.
- O emprego da areia como um bem mineral industrial.
- O contexto geral referente ao carbetto de silício (SiC).

2.1 CONTEXTO GEOLÓGICO DO QUARTZITO FRIÁVEL DE ITUTINGA, MG

A porção sudeste do Estado de Minas Gerais, onde está localizado o depósito de quartzito friável de Itutinga, vem sendo estudada por diversos autores que discutem a sua idade geológica, estratigrafia e evolução tectônica.

O primeiro trabalho que estabelece uma divisão litoestratigráfica para essas rochas é o de Ebert (1956), onde a Série São João Del Rei foi definida como sendo "... constituída por um pacote de metassedimentos de fácies xisto-verde que repousa sobre gnaisses do Grupo Barbacena...". Segundo Barbosa (1954), apud Ribeiro & Fiumari (1999), o próprio Ebert, em 1968, cria o Grupo São João Del Rei, dividindo-o em quatro formações, separadas por discordâncias angulares decorrentes do processo de evolução

da bacia. Esta primeira divisão formal define, da base para o topo, as seguintes formações: Tiradentes, Carandaí, Barroso e Prados.

A idade do Grupo São João Del Rei é ainda controversa e seu posicionamento estratigráfico é polêmico dentro do Proterozóico. No trabalho de Schobbenhaus (1984), este grupo é mencionado como pertencente ao Proterozóico Superior, o que também é admitido por diversos outros autores.

Dentre as contribuições pós Ebert, citam-se os estudos feitos por Heilbron (1984) e Ribeiro et al (1995), os quais sugerem novos modelos para a evolução estrutural e metamórfica da região compreendida entre Itutinga, Madre de Deus, Itumirim e Carrancas. Dentro deste mesmo contexto geológico, os trabalhos de Trouw et al (1983) apud Ribeiro et al (1995), Heilbron (1984) e Valeriano (1985) apresentam uma revisão da estratigrafia do Grupo São João Del Rei.

A comparação entre estas diferentes propostas estratigráficas apresenta certas dificuldades, principalmente, pelo fato dos autores utilizarem diferentes critérios para a separação das unidades, bem como, nomenclaturas completamente distintas. Entretanto, a partir da análise dos textos e dos mapas geológicos apresentados, foi possível verificar que são correlatas entre si as unidades Quartzito de Itutinga, de Heilbron (1984), e Formação Tiradentes, de Ebert (1968); as quais, segundo Valeriano (1985), também são equivalentes ao nível A de Trouw et al (1983) apud Ribeiro et al (1995).

2.1.1 A Formação Quartzito de Itutinga

A Formação Quartzito de Itutinga, unidade formal criada por Heilbron (1984), é definida como, "... uma variedade de quartzitos, com alguns bancos de filitos, que afloram na Serra do Ouro Grosso, localizada a sul da cidade de Itutinga...". No mesmo trabalho, a autora subdivide esta unidade nas seguintes variedades litológicas: "... quartzito fino com mica branca, quartzito puro grosseiro, quartzito microconglomerático, cianita quartzito, quartzito com mica esverdeada, provavelmente fuchsita e níveis centimétricos de filito com mica verde...", onde as variedades quartzito puro grosseiro, quartzito com mica esverdeada e quartzito com mica branca, são predominantes, enquanto as demais estão restritas a níveis de espessura métrica a

centimétrica. Ainda segundo Heilbron (1984), estas rochas apresentam exposição local e afloram diretamente sobre o embasamento em toda sua área de ocorrência.

A Figura 1, a seguir, apresenta um mapa geológico da região de Itutinga, MG.

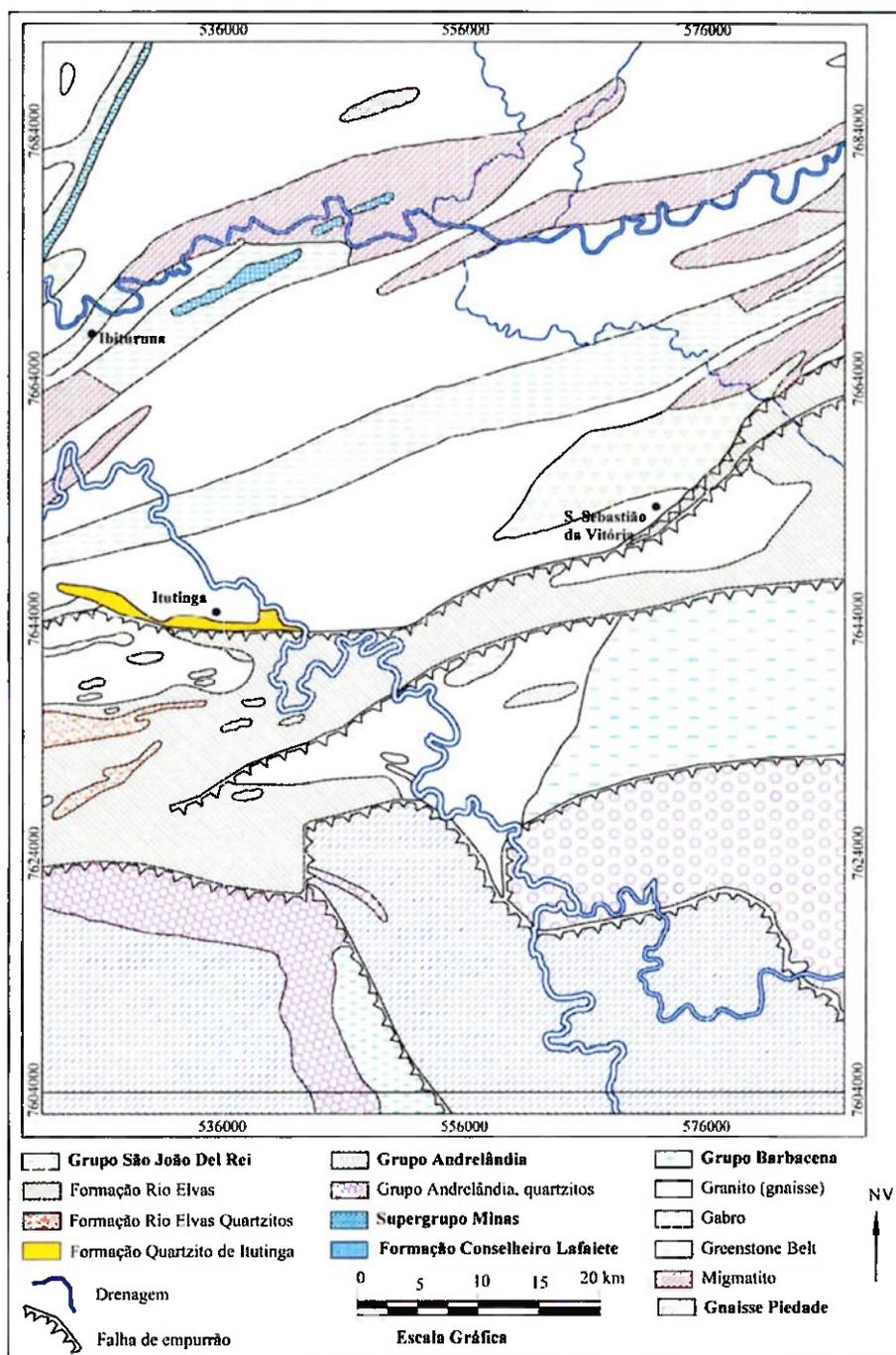


Figura 1 - Mapa geológico da região de Itutinga, MG. Modificado de Ebert (1984)

2.2 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MATÉRIAS PRIMAS MINERAIS

Segundo Sant'Agostino & Kahn (1997), o termo caracterização tecnológica tem sido aplicado no Brasil, principalmente, para denotar o estudo da matéria prima mineral com foco no seu beneficiamento e/ou uso final, abrangendo, tanto o estudo das características da matéria prima, como o levantamento de índices tecnológicos. Internacionalmente, a caracterização de matérias primas minerais recebe diferentes denominações como, *ore-dressing mineralogy*, *process mineralogy*, *metallurgical mineralogy*, *technological mineralogy* e *mineralurgie*, constituindo-se uma especialização da mineralogia aplicada.

Conforme Henley (1983), os estudos de caracterização tecnológica utilizam uma série de técnicas de análises mineralógicas, granulométricas e químicas para identificar características fundamentais das matérias primas minerais que interferem diretamente no processo de beneficiamento e/ou na qualidade do(s) produto(s) obtido(s) e, conseqüentemente, nas possibilidades do aproveitamento econômico do bem mineral.

Henley (1983), Jacquin, Gateau & Remond (1984), Jones (1987) e Petruk (2000), concordam que, geralmente, as informações necessárias à completa caracterização tecnológica de um dado bem mineral são muito similares entre os diversos casos estudados, mesmo frente à natureza distinta dos diferentes tipos de minérios. A seguir, são relacionados os principais dados requeridos em estudos de caracterização:

- Composição mineralógica: compreende determinações qualitativa e quantitativa das fases minerais presentes, bem como, a descrição das texturas de todas as fases minerais identificadas.
- Liberação do mineral útil: envolve o conceito de grau de liberação, definido como a porcentagem do mineral de interesse que se apresenta na forma de partículas livres em relação ao total existente deste mineral, bem como, a determinação da granulação de liberação, ou seja, a dimensão na qual o mineral de interesse se encontra em partículas adequadamente individualizadas, indicando o grau de moagem do material.

- Distribuição granulométrica: determinada a partir da medida percentual de quantidades do material associadas às diferentes classes de tamanhos das partículas.
- Composição química: distribuição dos elementos químicos entre as fases minerais identificadas, bem como, entre as faixas de distribuição granulométrica estabelecidas.
- Aspectos complementares: caracterização da superfície dos minerais e possíveis recobrimentos, relações de contato e intercrescimento entre o mineral de interesse e os minerais de ganga em partículas poliminerálicas e a identificação de minerais acessórios.

Sant'Agostino & Kahn (1997) referem-se a esses dados como parâmetros da matéria prima mineral e salientam que as generalizações são válidas apenas como guias orientativos, as quais referem-se a situações complexas, sendo que, é comum haver situações muito mais simples onde não faz sentido o profundo detalhamento das propriedades do material.

Geralmente, todos esses parâmetros são definidos ao longo do desenvolvimento dos estudos, conjugando-se os resultados de uma série de atividades de laboratório que compreendem, basicamente, ensaios de classificação granulométrica, separação mineral, análises químicas e análises mineralógicas. Há uma enorme gama de técnicas de análises químicas e mineralógicas, bem como, uma grande diversidade de métodos de classificação granulométrica e separações minerais, cada qual mais apropriado a um determinado caso e aplicação, os quais serão detalhados adiante na presente dissertação.

Henley (1983), Jacquin, Gateau & Remond (1984), e Petruk (2000), também concordam que, além das propriedades do mineral de interesse, os estudos de caracterização tecnológica devem identificar as principais propriedades dos minerais de ganga, uma vez que estes representam a porção do minério bruto que deve ser removida durante o beneficiamento. Desta forma, é imprescindível à eficiência de qualquer processo de tratamento que o mesmo esteja adequado a estas propriedades. Por outro lado, conforme Sant'Agostino & Kahn (1997), do ponto de vista da otimização da produção mineral, a caracterização dos minerais de ganga torna possível identificar potenciais aplicações comerciais para este material, tornando-o um subproduto de interesse econômico.

Sant'Agostino & Kahn (1997) mencionam que as etapas e procedimentos desenvolvidos ao longo dos estudos de caracterização devem ser programados e estabelecidos a partir das características previamente conhecidas da matéria prima em estudo, com foco na determinação dos parâmetros mencionados, de acordo com as necessidades de cada caso, ou seja, conforme os objetivos do trabalho. Geralmente, estas atividades obedecem a uma seqüência lógica onde, cada novo passo depende do resultado da etapa anterior.

Além destes dois pontos centrais (a matéria prima em questão e o objetivo do estudo) Jacquin, Gateau & Remond (1984), mencionam que o custo dos estudos também representa um fator de influência que pode provocar alterações no planejamento prévio, baseado apenas em função dos parâmetros tecnológicos de interesse e na infra-estrutura disponível. Para se evitar mudanças no plano inicial torna-se imprescindível à análise dos custos envolvidos em cada procedimento programado e, na medida do possível, deve ser avaliada a possibilidade de redução do número de ensaios e análises a partir do momento no qual que os resultados possam ser explicados.

Sant'Agostino & Kahn (1997) propõem que o primeiro passo da caracterização deve ser o levantamento das informações pertinentes, tanto para o bem mineral em estudo, com relação às suas propriedades físicas, cristalográficas, composições químicas teóricas e possíveis substituições por elementos menores constituintes, quanto para os métodos de beneficiamento já conhecidos e aplicados em operações mineiras similares, identificando-se as faixas de teores usuais da alimentação e dos concentrados, as recuperações em massa e metalúrgica geralmente obtidas e as particularidades das operações unitárias envolvidas, dentre outras.

2.2.1 Procedimentos práticos

Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Henley (1983), Jacquin, Gateau & Remond (1984), Jones (1987), Sant'Agostino & Kahn (1997) e Petruk (2000), não consideram a amostragem do material de interesse como uma atividade própria da caracterização tecnológica no sentido da *applied mineralogy*, no entanto, os procedimentos de coleta das amostras a serem estudadas representam um ponto fundamental do trabalho, com implicação direta na validade dos resultados obtidos. Desta forma, Parfenoff, Pomerol

& Tourenq (1970), Jacquin, Gateau & Remond (1984), Jones (1987) e Goes, Possa e Luz (1991), explicam a importância dos processos de amostragem e subamostragem no contexto da caracterização tecnológica e, baseados na Teoria da Amostragem de Pierre Gy, apresentam os métodos e procedimentos de coleta e subdivisão de uma amostra; tema da seção 2.3 da presente dissertação.

Conforme a seqüência apresentada por Sant'Agostino & Kahn (1997), a próxima etapa compreende os procedimentos de preparação de alíquotas para análises químicas do material em estudo, tal qual ele foi coletado. A escolha do método de análise mais adequado é função de uma série de fatores discutidos adiante, na seção 2.4.

Paralelamente, deve ser realizada a análise textural, ou seja, uma avaliação visual, geralmente auxiliada por uma lupa comum ou, em casos especiais, por um microscópio estereoscópico, conforme os procedimentos descritos na seção 2.5. Normalmente, de acordo com os resultados obtidos, a análise textural revela a necessidade de se proceder ou não à redução da granulação do material em estudo e, nos casos menos complexos, pode indicar o grau de cominuição¹ mais adequado.

Segundo Gaudin (1971), Jones (1987) e Petruk (2000), o limite superior de cominuição, ou seja, a granulação máxima dos fragmentos cominuídos, deve ser definida previamente, levando-se em consideração os seguintes fatores:

- A granulação de liberação do mineral útil.
- A especificação granulométrica exigida ao produto mineral de interesse.
- A granulação adequada à realização dos ensaios de separação mineral.

Gaudin (1971) afirma que o maior problema a ser evitado nas operações de britagem e moagem é a geração excessiva de partículas finas e sugere que a melhor opção é minimizar ao máximo a cominuição excessiva (*overgrinding*). No mesmo sentido, Sant'Agostino & Kahn (1997) mencionam a possibilidade de se promover um peneiramento paralelo ao desenvolvimento da cominuição, de modo que, em determinados intervalos de tempo se classifique o material cominuído na granulometria máxima desejada, com retorno à cominuição apenas da fração retida na peneira.

¹ Cominuição é a denominação genérica para o conjunto de procedimentos empregados na redução das dimensões dos materiais sólidos.

A atividade seguinte consiste na classificação granulométrica. Normalmente, os materiais naturalmente desagregados ou produtos cominuídos têm suas massas reduzidas por processos de subamostragem, previamente à sua classificação. As frações granulométricas individualizadas são encaminhadas para os procedimentos relativos às análises químicas e mineralógicas. Os métodos, procedimentos e objetivos desta etapa são apresentados na seção 2.6, da presente dissertação.

Na seqüência, a próxima etapa dos estudos compreende a realização das separações minerais, as quais envolvem uma gama de técnicas e procedimentos de separação, cada qual mais adequada a um determinado tipo de material ou situação. Os detalhes e critérios envolvidos na escolha do melhor método são discutidos adiante, na seção 2.7. Normalmente, os produtos obtidos nas separações minerais passam ainda pelas etapas de análises química e mineralógica.

A discussão em torno das técnicas, procedimentos, aplicação e objetivos das análises mineralógicas é apresentada em detalhe na seção 2.8.

Por fim, os resultados obtidos nas análises químicas, mineralógicas e granulométricas são avaliados, definindo-se os parâmetros da matéria prima, previamente mencionados. A premissa básica que possibilita a comparação dos resultados obtidos entre as diversas amostras investigadas é a padronização de todas as atividades práticas, sejam elas de campo (amostragem) ou de laboratório (preparação e análise).

A Figura 2 apresenta um fluxograma simplificado com a seqüência das atividades descritas. Conforme mencionado anteriormente, este roteiro deve ser, obrigatoriamente, adaptado e detalhado, com o acréscimo ou remoção de algumas etapas, de acordo com cada caso estudado.

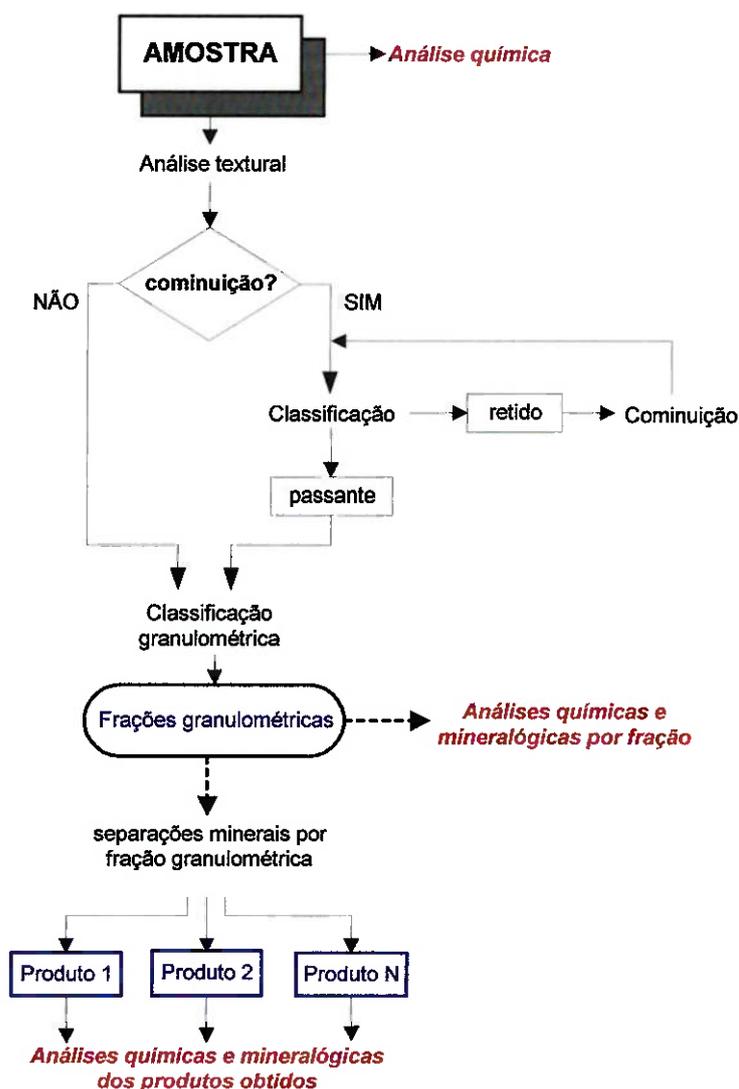


Figura 2 - Seqüência básica de procedimento experimental para caracterização de minérios. Modificado de Sant'Agostino & Kahn (1997).

2.2.2 Caracterização tecnológica e tipológica do depósito mineral

Segundo Silveira et al (1989), o comportamento tecnológico de um determinado bem mineral frente a um certo processo de beneficiamento depende, completamente, do conhecimento prévio de todas as características tecnológicas do material que alimenta o processo.

Geralmente, os depósitos minerais apresentam uma acentuada variabilidade de ordem mineralógica, granulométrica e/ou textural, o que reflete no seu comportamento no processo de beneficiamento e respectivos balanços de massa e metalúrgico. De acordo

com Born & Kahn (1990), tais fontes de interferência são passíveis de serem traduzidas por meio de parâmetros definidos e quantificáveis (mensuráveis), de forma a caracterizar, na mesma jazida, as diferentes porções de material mineralizado que apresentem características similares frente ao beneficiamento mineral.

As características peculiares de cada uma dessas áreas implicam, portanto, na existência de uma hierarquização de diferentes tipos de materiais e no conceito de tipologia de minérios. Contudo, conforme Silveira et al (1989), esta classificação deve considerar também as características geometalúrgicas (rendimento, recuperação, teores do produto e da alimentação, dentre outros) de cada amostra frente a um teste-padrão, ou seja, a partir dos resultados obtidos em uma seqüência padronizada de operações unitárias em escala de descontínua.

Segundo os mesmos autores, a amostragem de um determinado material com a finalidade da realização de estudos de caracterização tipológica deve levar em conta não apenas a variabilidade do depósito nos termos mencionados, mas também, deve considerar amostras representativas em termos de lavra, ou seja, evitar extremos indesejáveis como amostras acentuadamente particularizadas, impossíveis de serem lavradas, ou amostras extremamente misturadas, as quais podem levar a uma tipologia falseada.

Frente à possibilidade de se prever os efeitos da variação das características da alimentação sobre o desempenho tecnológico dos processos de beneficiamento de minério, Silveira et al (1989) e Born & Kahn (1990) propõem ainda a realização das seguintes atividades:

- Amostragem de grandes volumes e testes em escala piloto (processo contínuo).
- Modelamento da jazida em termos dos tipos de minérios definidos,
- Testes-piloto com misturas compostas pelos tipos de minérios (*blendings*),
- Planejamento de pilhas de homogeneização de minério (“blendagem”).

2.3 A TEORIA DA AMOSTRAGEM

A amostragem é uma prática inerente ao desenvolvimento de inúmeras atividades, em diversas áreas do conhecimento. Em cada uma delas, seja no controle de qualidade de uma linha de montagem, seja em pesquisas de opinião, ou, como é apresentado neste trabalho, na coleta de amostras de materiais naturais em corpos tridimensionais; os procedimentos técnicos envolvidos apresentam características específicas e apropriadas à finalidade de cada caso, ou seja, não há procedimentos únicos, abrangentes, uma vez que, cada processo de amostragem depende das características do universo a ser amostrado e do tipo de informação que está sendo requerida.

No entanto, existe uma preocupação comum, uma premissa fundamental a todos os processos de amostragem: a obtenção de amostras representativas. Qualquer estudo desenvolvido a partir de amostras não representativas, certamente, apresenta resultados incoerentes e/ou fora de contexto.

Diante desta obrigatoriedade, diversos pesquisadores buscaram ao longo dos anos definir métodos, procedimentos e, até mesmo, uma nomenclatura única, que pudessem garantir a obtenção de amostras representativas em processos de amostragem específicos e padronizados. Dentre as diversas publicações sobre o tema, os trabalhos desenvolvidos por Pierre M. Gy (Amostragem de Materiais Particulados) e Georges Matheron (Teoria das Variáveis Regionalizadas) podem ser mencionados como os mais significativos.

Na compilação dos seus estudos, Gy (1982) afirma que os processos de amostragem são divididos em dois grandes grupos, fundamentalmente com base nas características do universo a ser amostrado. Neste sentido, o universo amostral pode ser representado, ou por corpos naturais sólidos e tridimensionais, ou por materiais fragmentados ou particulados, geralmente produto de uma operação desenvolvida pelo homem.

No âmbito da mineração, estes dois universos distintos são representados, respectivamente, pelo corpo geológico, geralmente, *in situ*, e pelos produtos gerados nas etapas subsequentes ao desmonte da rocha. Em ambos os casos, as amostras devem representar parcelas do material, diminuídas em massa e/ou volume, que mantenham todas as outras características do universo de onde foram coletadas.

2.3.1 Processos de coleta de incrementos e subdivisão de amostras

Grande parte das publicações define por amostragem não só o processo de coleta de incrementos e formação de uma amostra, mas também os procedimentos envolvidos na sua subdivisão, ou seja, a redução da sua massa e volume, para a obtenção de uma subamostra.

Segundo o formalismo de Gy (1982), o único processo probabilístico de amostragem aplicável a lotes imóveis (não manuseáveis) é o processo de amostragem por incrementos, enquanto que, no caso de lotes móveis (manuseáveis) a amostragem pode ser realizada, tanto pela reunião de incrementos, quanto por meio dos processos de partição (subdivisão). Em ambos os casos, o autor estabelece que os procedimentos práticos devem ser executados exatamente de acordo com cada uma das operações elementares apresentadas abaixo:

- Processo de amostragem por incrementos: seleção de incrementos pontuais no interior do domínio representado pelo lote; delimitação dos incrementos centrados nos incrementos pontuais, definindo-se o volume de cada “incremento-modelo”; extração real dos incrementos; agrupamento dos incrementos reais e formação da amostra. Este procedimento aplica-se a lotes imóveis e a certos tipos de lotes móveis. Usualmente, a redução de massa é da ordem de 10^{-5} a 10^{-2} .
- Processos de partição (subdivisão): demarcação do domínio ocupado pelo lote, na forma de subdomínios disjuntos, os quais compreendem as “frações-modelo”; isolamento das diferentes “frações-modelo” que passam a ser frações reais; seleção aleatória das frações reais que constituirão os incrementos reais; reunião dos incrementos reais, os quais passam a representar uma subamostra. Este procedimento é exclusivo para a subamostragem de lotes manipuláveis, onde a redução de massa é da ordem de 10^{-2} a 0,5.

Nos dois casos, cada uma das operações elementares apresentadas, exceto a reunião das frações ou incrementos, são previstas e tratadas teoricamente pelo autor.

A seguir, são apresentados os procedimentos relativos às principais técnicas empregadas em trabalhos de subamostragem de material particulado.

- **Quarteamento em pilha cônica:** Segundo as instruções fornecidas pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (2001b), a amostra deve ser depositada sobre uma superfície rígida, limpa e plana, onde não ocorra nenhuma perda de material e nem haja possibilidade de contaminação. O material deve ser previamente homogeneizado com o auxílio de uma pá, revolvendo-o, no mínimo, três vezes. Cuidadosamente, o material deve ser depositado em quantidades pequenas sobre o mesmo ponto, de modo a formar o ápice de uma pilha cônica. O topo da pilha deve ser achatado constituindo-se um tronco de cone com diâmetro da base quatro a oito vezes maior que a sua altura. O tronco deve ser dividido em quatro partes iguais, no sentido diametral. Duas partes opostas devem ser arquivadas, enquanto as outras duas podem ser novamente quarteadas até se obter a subamostra de interesse.
- **Redução em pilha alongada de seção triangular:** Esta técnica consiste na transposição da amostra para um formato unidimensional. A primeira camada deve ser depositada sobre uma superfície limpa e lisa, enquanto as demais, devem ser sobrepostas, de modo a constituírem uma pilha alongada com ápice na forma de um segmento de reta. A sobreposição do material deve ocorrer segundo movimentos homogêneos, retilíneos e contínuos. Após a deposição completa do material, as duas extremidades longitudinais devem ser redistribuídas ao longo da pilha. A subamostra deve ser retirada do centro da pilha com o auxílio de uma pá de laterais verticais, a qual possa suportar todo o material a ser retirado. Todo o procedimento deve ser repetido até que seja atingida a massa e/ou volume requeridos. A pilha deve ser 25 vezes mais longa do que a largura nominal da pá.
- **Amostrador do tipo Jones:** Como descrito na ABNT (2001b), este é um equipamento muito simples, constituído de uma caixa metálica com um número par de canaletas, dispostas de modo alternado para cada lado da caixa. A superfície das canaletas deve ser lisa e as arestas arredondadas. A largura de cada canaleta deve ser, no mínimo, 50% maior que o tamanho nominal do material. A amostra deve ser distribuída uniformemente por cima da caixa, ao longo das canaletas, de modo que o material passe livremente para os dois recipientes coletores, dispostos abaixo destes. A cada operação, a amostra é

dividia em duas subamostras, cada qual com metade da massa da amostra. Normalmente, uma metade é arquivada enquanto a outra retorna ao amostrador. O procedimento deve ser repetido até reduzir a amostra à quantidade pretendida.

2.3.2 A massa mínima da amostra

É importante destacar que os métodos matemáticos propostos por Gy (1982) para o cálculo da massa mínima de uma certa amostra foram desenvolvidos para serem aplicados à amostragem de lotes unidimensionais em fluxo e, portanto, não devem ser adaptados de forma irrestrita a qualquer outro processo de amostragem.

Dentre os três métodos apresentados por Gy (1982), aquele mencionado como o mais adequado para a amostragem de materiais geológicos ou metalúrgicos (chamado de segundo método), marca precisamente a influência das várias características inerentes ao material a ser amostrado na determinação da massa mínima da amostra. O autor correlaciona tais características a cinco variáveis denotadas por c , d , l , f , e g , definidas da seguinte forma:

- c : fator composição mineral (expresso em g/cm^3) – função do teor do elemento de interesse (a_L) no material a ser amostrado (expresso em valores decimais e não em porcentagem) e dos pesos específicos do elemento de interesse (λ_c) e da ganga (λ_g).
- d : diâmetro máximo das partículas (expresso em cm) - definido como o tamanho máximo, ou seja, a máxima abertura de peneira que retém 5% em massa do material.
- l : fator liberação (adimensional) - depende do grau de liberação do elemento de interesse, ou seja, da relação entre o diâmetro máximo das partículas (d) e o diâmetro máximo no qual o elemento de interesse encontra-se completamente liberado (d_l). Em termos práticos, $l = (d_l / d)^{1/2}$. Convencionou-se que, $l_{\text{máx}} = 1$ (componente crítico totalmente liberado) e $l_{\text{mín}} = 33$.
- f : fator forma (adimensional) - depende do formato das partículas. Para formas esferoidais $f = 0,5$, no caso de partículas achatadas ou alongadas $f = 0,2$.

Entretanto, o autor assume que, para a grande maioria dos propósitos práticos o valor de f pode ser considerado constante e igual a 0,5.

- g : fator variação de tamanho (adimensional) – função da dispersão da distribuição do tamanho das partículas, considerando-se a relação entre o diâmetro máximo (d) e o diâmetro mínimo (d') das partículas. Para $d/d' > 4$, $g = 0,25$; quando d/d' estiver entre 2 e 4, $g = 0,50$; se $d/d' < 2$, $g = 0,75$ e para $d/d' = 1$, $g = 1$.

Considerando-se a variância do erro fundamental de um certo processo de amostragem e a massa do lote (dada em gramas) a massa mínima de uma amostra (em gramas) pode ser calculada por meio da Equação geral 1. Para tanto, o fator de composição mineral (c) deve ser determinado pela Equação 2.

$$\sigma^2(\text{FE}) = [1/M_S - 1/M_L].c.l.f.g.d^3, \quad (1)$$

$$c = [(1-a_L) / a_L].[(1-a_L)\lambda c + a_L. \lambda g] \quad (2)$$

Onde:

$\sigma^2(\text{FE})$: variância do erro fundamental.

M_S : massa da amostra (g).

M_L : massa do lote (g).

Nos casos onde a massa do lote é suficientemente grande, a ponto de tornar a relação $1/M_L$ praticamente nula, basta estipular-se um valor máximo aceitável para a variância fundamental e resumir o cálculo da massa mínima à Equação 3.

$$M_S \geq c.l.f.g.d^3/\sigma_0^2 \quad (3)$$

Onde, σ_0^2 representa a máxima variância tolerada para o erro de amostragem.

2.3.3 Amostragem de um corpo geológico

Atualmente, há dezenas de técnicas de prospecção direta que permitem a investigação dos mais diversos tipos de corpos e material geológico, tais como os métodos de amostragens geoquímicas, nos quais se incluem as sondagens de sedimento de corrente, solo, ou da própria rocha. Cada qual, apresenta princípios teóricos distintos e

procedimentos próprios, mais apropriados à realidade geológica do depósito e aos objetivos do estudo.

Entretanto, do ponto de vista da obtenção de amostras para ensaios tecnológicos, não há descritas normas ou padronizações que determinem tacitamente como deve ser amostrado um corpo geológico em superfície. Trabalhos como os de Matheron (1965), Serra (1967) e Valente (1982) abordam o tema sob a ótica da geoestatística onde, geralmente, o objetivo da amostragem é a obtenção de dados para o modelamento e avaliação de jazidas, envolvendo técnicas de sondagem em solo e rocha, bem como a utilização de métodos geomatemáticos.

No trabalho de Valente (1990), o autor também comenta esta dificuldade: "... mas um outro aspecto que se tem que referir é a problemática da amostragem de jazidas, não com fins geológicos de reconhecimento e/ou cubagem de reservas, mas antes com objetivos de ensaios de caracterização para fins mineralúrgicos ...". "Quem se debruçar sobre a teoria de amostragem de Pierre Gy verá que o conceito de representatividade está bem definido matematicamente para os materiais a granel. Infelizmente, não se pode fazer igual afirmação para a amostragem de jazidas *in situ*, embora haja fundadas esperanças de evolução rápida do conhecimento também nesta área."

O trabalho de Goes, Possa e Luz (1991), menciona que, normalmente, os critérios para a amostragem em superfície são estabelecidos somente a partir da experiência consolidada de um profissional. No mesmo sentido, a ABNT (2001a), no item sobre a amostragem em jazidas e depósitos naturais, determina que: "... inicialmente deve ser realizada uma inspeção visual completa da região da jazida, com o objetivo de analisar as características e as possíveis variações do material. Em seguida, devem ser extraídas amostras de diferentes locais para se analisar as características em profundidade".

Entretanto, Gy (1982) considera que a coleta de material superficial em corpos tridimensionais, nos quais se incluem alguns depósitos minerais formados por material inconsolidado, representa um processo de amostragem não probabilístico. O autor afirma que, na prática, a amostragem destes corpos é um problema sem solução, uma vez que inúmeros desvios (fontes de erros) desconhecidos sempre serão implementados durante o processo de coleta dos incrementos. Nestes casos, o autor sugere que sejam coletados espécimes, de modo que os estudos sejam coerentes com esta limitação.

2.4 ANÁLISES QUÍMICAS

Após a coleta do material, as análises químicas são o ponto de partida de qualquer estudo de caracterização tecnológica de um determinado bem mineral. O direcionamento das atividades programadas ocorre, justamente, em função dos resultados obtidos nas análises realizadas *a priori* e a cada nova etapa.

Há uma gama enorme de diferentes técnicas e procedimentos, desde os métodos clássicos tradicionais, denominados análises químicas por via úmida, até as técnicas de análise instrumental. Diante das muitas opções, Ratti (1994) menciona que a escolha do método representa uma etapa fundamental para que o desenvolvimento das análises seja rápido e os resultados obtidos coerentes com a realidade da amostra. Segundo a autora, os principais pontos que devem influenciar na escolha por um determinado método são aqueles relacionados abaixo:

- Propriedades físicas do material em estudo.
- Elementos a serem determinados.
- Necessidade de resultados qualitativos ou quantitativos.
- Possibilidade da destruição ou não da amostra.
- Velocidade requerida nas análises.
- Disponibilidade de equipamento, materiais e técnicos especializados.
- Limites de detecção e quantificação.
- Precisão requerida, dentre outras.

2.4.1 Determinações por meio das técnicas de via úmida

Ratti (1994), comenta que as análises por via úmida raramente são empregadas em estudos de caracterização tecnológica, fundamentalmente em função dos seguintes fatores:

- Tempo: geralmente demoradas em função da própria cinética química.
- Custos: normalmente caras, pois envolvem a manipulação de muitos reagentes, além de requererem instalações adequadas e profissionais com elevado grau de especialização.

Contudo, esta técnica continua sendo utilizada, principalmente, em duas circunstâncias cruciais: seja em uma determinação específica, para a qual não há um método instrumental adequado, seja justamente na geração dos padrões secundários necessários à calibração dos métodos instrumentais.

No mesmo trabalho, a autora menciona que principais técnicas empregadas em determinações por via úmida são:

- Gravimetria: precipitação de um composto e dosagem a partir da massa obtida.
- Volumetria: titulação de um composto diante de um indicador de cor específico.
- Colorimetria: medida do comprimento de onda da cor de uma solução obtida com indicador específico.

Nestes casos, as análises qualitativas são geralmente mais rápidas do que as quantitativas. Esta “rapidez”, da ordem de minutos a dezenas de minutos, é função da simplicidade dos procedimentos, uma vez que os resultados obtidos partem de observações simples como, a solubilização ou não de um composto por um determinado ácido, a cor da chama ao se queimar o pó de um elemento/composto ou a precipitação de grupos de cátions e ânions, dentre outras.

Por sua vez, as análises quantitativas são mais demoradas, podendo levar dias. Os procedimentos envolvem um grande número de solubilizações, precipitações e re-precipitações, em uma série de separações sucessivas, que apresentam como objetivo final isolar o cátion ou ânion de interesse.

2.4.2 Determinações por meio das técnicas analíticas instrumentais

Os trabalhos de Ewing (1972) e Gomes (1984) apresentam uma descrição detalhada a respeito de cada uma das técnicas analíticas instrumentais consideradas como as mais utilizadas e difundidas nos âmbitos da metalurgia, mineração e ciência dos materiais. Segundo os autores, a grande maioria dos métodos apresentados tem como base o resultado produzido a partir da interação da energia radiante com a matéria.

No mesmo sentido, Ratti (1984) menciona que as técnicas de espectrofotometria de absorção atômica (AAS), espectrometria de emissão por plasma de acoplamento induzido (ICP), espectrografia óptica por emissão (EO) e espectrometria por

fluorescência de raios X (FRX), partem de um só princípio: “a excitação do átomo (elemento) a ser dosado e quantificação da resposta obtida, seja por emissão ou absorção atômica”.

Segundo Russell (1982), a transmissão da energia radiante ocorre por meio das ondas eletromagnéticas, as quais são identificadas pelo do seu comprimento de onda (λ) e por sua energia característica.

Ainda conforme o mesmo autor, “Niels Bohr descreve a origem do espectro eletromagnético da seguinte maneira: cada átomo de um elemento tem disponível um conjunto de energias quantizadas, ou níveis de energia, para os seus elétrons. Normalmente, o átomo está no seu estado fundamental, isto é, todos os elétrons estão nos níveis mais baixos disponíveis (E_1). Quando um átomo absorve a energia transmitida por uma determinada fonte, ele se torna excitado, ou seja, seus elétrons passam a níveis de energia mais altos (E_2), o que gera uma forte instabilidade devido ao vazio deixado nos níveis de energia mais baixos. Instantaneamente, (12^{-12} s), o átomo busca a estabilidade e o elétron retorna ao seu nível de energia característico (E_1) emitindo um fóton de luz”.

Este fenômeno físico é representado matematicamente por meio da Equação 4.

$$E_2 - E_1 = E_{\text{fóton}} = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad (4)$$

Onde:

E = variação de energia (quantum)

h = Constante de Planck ($6,6256 \cdot 10^{-27}$ ergs/Å)

c = velocidade da luz

λ = comprimento de onda da radiação emitida

Para um determinado elemento químico, a diferença entre os níveis energéticos é exatamente igual à energia do fóton de luz emitida, em outras palavras, a onda eletromagnética emitida é característica da transição ocorrida entre os níveis energéticos. Desta forma, cada uma das técnicas mencionadas anteriormente emprega uma determinada radiação eletromagnética, típica de uma faixa modulada do espectro luminoso.

Uma vez conhecidas as propriedades da radiação incidente, o equipamento de análise é capaz de medir a intensidade da energia característica emitida ou absorvida pela amostra, comparar este valor com os padrões armazenados em seu banco de dados e determinar a natureza e a quantidade do elemento químico presente. A tabela 1 apresenta as faixas do espectro eletromagnético mais utilizadas e as respectivas técnicas analíticas instrumentais.

Tabela 1 – Principais técnicas instrumentais de análise química e as respectivas faixas do espectro eletromagnético.

Onda eletromagnética	Comprimento de onda característico	Técnica analítica instrumental
Raios X	0,01 a 100 Å	FRX e EO
Ultravioleta afastado	100 a 200 nm	ICP, EO e AAS
Ultravioleta próximo	200 a 400 nm	ICP e AAS
Visível	400 a 750 nm	ICP e AAS

2.4.3 Espectrometria por fluorescência de raios X (FRX)

Jenkins & Vries (1969) afirmam que a função básica de um espectrômetro de raios X é prover um meio para se isolar, do feixe policromático, um determinado comprimento de onda de radiação secundária característica, de modo que esta intensidade individual possa ser medida e quantificada. Segundo Gomes (1984), a FRX resume-se à detecção e quantificação de uma radiação secundária fluorescente, caracteristicamente emitida por cada elemento químico quando irradiado por raios X emitidos por um tubo operando em condições de alta voltagem.

Ratti (1994) menciona que o aperfeiçoamento da técnica e dos equipamentos possibilitou que a FRX se tornasse um método de análise química versátil e adequado às mais variadas aplicações. A autora sugere que as principais vantagens relacionadas à sua utilização são:

- Rapidez das análises.
- Possibilidade de não se destruir as amostras, as quais permanecem inalteradas.

- Flexibilidade, uma vez que, as análises podem ser qualitativa, semiquantitativa ou quantitativa, além de poderem ser realizadas sobre sólidos (pós, metais, cerâmicas, plásticos) ou líquidos.
- Abrangência, ao permitir a dosagem de praticamente oitenta elementos da tabela periódica (do Be ao U), além de suas formas aniônicas.
- Ampla faixa de concentração para a maioria dos elementos (de poucos ppm a 100%), além de altas exatidão e reprodutibilidade.

Conforme a descrição de Jenkins & Vries (1969), os equipamentos de FRX são compostos, basicamente, pelo tubo gerador de radiação X; colimadores, que tornam o feixe de raios X paralelo; cristais analisadores, que difratam a radiação fluorescente (secundária); detectores e amplificadores de sinais e um seletor de altura de pulso, que transforma em números a resposta do átomo à excitação.

2.4.3.1 Espectrômetros por WDS e EDS

Atualmente, existem dois métodos de análise por FRX, a espectrometria por dispersão de comprimento de onda (WDS) e a espectrometria por dispersão de energia (EDS), onde cada qual utiliza equipamentos com configurações próprias.

Conforme as descrições de Jenkins (1988), os equipamentos configurados para análise por EDS são constituídos por um detector de estado sólido de Si(Li) ou Ge, ambos capazes de analisar todo o espectro simultaneamente. Os detectores usados em WDS são o cintilador e o contador proporcional, que captam as linhas características individualmente, as quais são previamente separadas por cristais analisadores.

Ainda segundo Jenkins (1988), as diferenças de configuração apresentam implicação direta em uma série de características das análises realizadas por uma técnica ou outra. Este autor considera a WDS a alternativa mais indicada para situações que exijam a realização de análises quantitativas com rapidez e, ao mesmo tempo, que o custo inicial possa ser justificado. Por outro lado, quando o custo inicial é o fator preponderante, ou quando os limites de detecção e exatidão podem ser flexibilizados, como em análises semi-quantitativas ou comparativas, a técnica por EDS passa a ser a mais adequada, o que justifica a sua maior utilização acoplada a microscópios eletrônicos de varredura (MEV).

2.4.3.2 Preparação de amostras

Normalmente, as amostras sólidas de materiais geológicos são bastante heterogêneas e de difícil homogeneização, no entanto, o espectrômetro de FRX procede a análise partindo do pressuposto que a amostra encontra-se homogeneizada. Desta forma, devem ser consideradas especialmente a massa mínima e a granulação de pulverização mais adequadas a cada tipo de material e objetivo da análise.

Após a moagem, procede-se à confecção da amostra que efetivamente deve ser analisada pelo equipamento. Segundo Jenkins (1988), há três formas principais de preparação de amostras:

- Pastilhas prensadas.
- Pastilhas fundidas.
- Soluções.

As pastilhas prensadas são produzidas por meio de uma prensa hidráulica, que comprime o material pulverizado em uma pastilha com dimensões padronizadas. Nos casos em que as pastilhas apresentam dificuldade de compactação e/ou obtenção da solidez desejada (baixa agregabilidade), Ratti (2001) aconselha a utilização de amido, celulose, ácido bórico ou cera “Wax”. Quando o efeito matriz é muito acentuado ou quando a amostra possui partículas com durezas muito variadas, é recomendada a confecção de pastilhas fundidas, pois a fusão do material destrói a estrutura cristalina, permitindo uma excelente homogeneização.

Os procedimentos atuais para obtenção das pastilhas fundidas sugerem a utilização de máquinas de fusão automática, onde misturas do fundente e da amostra são colocadas em cadinhos de platina-ouro ou platina-ródio-ouro, aquecidas por chama de gás ou forno de indução, basculadas (para homogeneização do fundido), vertidas em um molde pré-aquecido e resfriadas com ar comprimido.

Nos casos onde estas duas técnicas não são eficientes para a completa homogeneização do material Jenkins (1988) sugere o emprego da terceira alternativa, a solubilização das amostras. As soluções podem ser encaminhadas diretamente ao espectrômetro por meio de cubetas especiais, discos de celulose ou papel de filtro. A pequena massa analisada implica em um maior tempo de leitura e na perda de sensibilidade para elementos leves.

2.4.3.3 Calibração

Conforme Birks (1969) e de Vriese & Vrebos (1993), a espectrometria por fluorescência de raios X, como as demais técnicas instrumentais, trata-se de um método comparativo, ou seja, para que as intensidades dos raios X característicos medidos possam ser convertidas em composições químicas quantitativas (porcentagens em massa) é necessário que os valores medidos sejam comparados com as intensidades obtidas na análise de padrões com composição conhecida.

Idealmente, um padrão deve ser o mais similar possível da amostra desconhecida, em todos os aspectos característicos: efeito matrix, homogeneidade, *background*, etc. Normalmente, utilizam-se padrões de referência de alta confiabilidade, mas amostras analisadas por outras técnicas também podem ser utilizadas (padrões secundários).

Segundo Ratti (2001), os procedimentos de calibração dos equipamentos de FRX compreendem as seguintes etapas:

- Montagem de um programa analítico: definição dos elementos a serem analisados e das condições instrumentais para a análise de cada um deles.
- Alimentação do banco de dados: inserção dos dados referentes aos padrões escolhidos (identificação e respectivo teor) no sistema do espectrômetro.
- Análise dos padrões: operação efetiva do equipamento com a coleta das contagens das amostras-padrão.
- Estabelecimento da curva de calibração a partir das contagens obtidas e respectivos teores informados.

O teor estimado de um determinado elemento presente em uma amostra desconhecida é obtido a partir da interpolação entre a contagem medida deste elemento (abscissa) e o valor correspondente (coordenada), segundo a curva de calibração.

2.5 ANÁLISE TEXTURAL

Conforme Sant'Agostino & Kahn (1997), em trabalhos de caracterização tecnológica a realização prévia de uma análise textural acurada torna-se imprescindível à medida que o roteiro de procedimentos a serem executados deve ser compatível com as características do material em estudo.

Segundo Henley (1983), Jones (1984) e Petruk (2000), as informações obtidas nesta etapa do trabalho têm um caráter qualitativo, contudo, na maioria dos casos, é possível estimar-se valores aproximados, suficientemente precisos para o encaminhamento inicial dos trabalhos. Tais informações tornam-se especialmente relevantes ao nortear as análises mineralógicas futuras e, ao mesmo tempo, ao permitirem estimar o grau de cominuição do material estudado.

Eventualmente, podem existir casos particulares onde o material já ocorre naturalmente desagregado (não requer cominuição), ou situações onde somente uma parcela do material necessita ser cominuída.

Esta atividade consiste da avaliação visual do material, auxiliada por uma lupa, ou no caso de materiais de granulação fina, complementada por uma análise ao microscópio estereoscópico. Os principais aspectos a serem observados são: a composição mineralógica, a granulação dos minerais presentes e as feições mineralógicas particulares que eventualmente ocorram, tais como inclusões, intercrescimento, recobrimento superficial, oxidação, etc.

2.6 MÉTODOS DE ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Atualmente, existem diversos métodos que determinam o tamanho de uma partícula ou a distribuição granulométrica de uma amostra. Embora utilizem propriedades e procedimentos distintos, todas estas técnicas buscam contornar o mesmo obstáculo, uma limitação natural inerente à própria concepção de “tamanho”: mensurar e definir um objeto tridimensional na forma de apenas um único número. Segundo Allen (1997) e Rawle (1993), a solução, comum a todos os métodos, refere-se ao conceito da esfera equivalente.

Este conceito do princípio que a única forma da natureza passível de ter o seu tamanho descrito por um único número é a esfera, por meio do seu diâmetro. Contudo, há outras propriedades que também descrevem uma partícula por um só número, como a sua massa, a sua área externa ou o seu volume. Ao se medir uma destas características, como por exemplo o volume de um corpo qualquer, torna-se possível calcular o diâmetro de uma esfera com o mesmo volume do corpo, ou seja, a esfera equivalente.

Deste modo, cada técnica de análise granulométrica mede uma determinada propriedade unidimensional, bidimensional ou tridimensional da partícula e assume que este valor se refere a uma esfera de diâmetro conhecido.

A projeção de um corpo em duas dimensões observada ao microscópio revela uma série de diagonais que podem ser medidas no intuito de caracterizá-lo tais como, o comprimento máximo, o comprimento mínimo, a área externa, etc. Outras propriedades como, o volume ou a taxa de sedimentação de uma partícula também podem ser medidas por meio de procedimentos apropriados. A Tabela 2 apresenta as diferentes técnicas de análise de tamanhos de partículas e os respectivos diâmetros equivalentes.

Tabela 2 - Diferentes técnicas de análise de tamanho de partículas. Modificada de Allen (1997)

Símbolo	Nome (diâmetro)	Definição	Técnica de análise
d_v	Volume	Diâmetro de uma esfera com o mesmo volume da partícula.	Interferência de campo, etc.
d_s	Superfície	Diâmetro de uma esfera com a mesma área externa da partícula.	Diversas
d_d	Arraste	Diâmetro de uma esfera com a mesma resistência ao movimento que uma partícula imersa em um líquido com mesma viscosidade, a mesma velocidade.	Classificação cinética
d_f	Queda livre	Diâmetro de uma esfera com a mesma velocidade de queda livre de uma partícula com mesma densidade imersa em um mesmo fluido.	Classificação cinética
d_{St}	Stokes	Diâmetro de queda livre na região de fluxo laminar.	Sedimentação
d_p	Área projetada	Diâmetro de um círculo com a mesma área projetada de uma partícula segundo uma orientação aleatória.	Análise de imagem
d_c	Perímetro	Diâmetro de um círculo com o mesmo perímetro do contorno projetado da partícula.	Análise de imagem
d_A	Peneira	Menor abertura quadrada pela qual passa a partícula.	Peneiramento
d_F	Feret	Distância entre pares de linhas paralelas e tangentes ao contorno projetado da partícula em uma determinada direção.	Análise de imagem
d_M	Martin	Comprimento da corda paralela a uma direção fixa, a qual divide o contorno projetado da partícula em duas áreas iguais.	Análise de imagem

Segundo Rawle (1993), cada técnica apresenta uma resposta granulométrica algo diferente de qualquer outra, justamente por medirem propriedades distintas. Deste modo, não há sentido físico na comparação de medidas de granulação realizadas por técnicas diferentes. Isto implica, também, que não há padrões que comparem diferentes tamanhos entre partículas distintas. Os únicos padrões possíveis devem ser partículas esféricas utilizadas somente para comparar o valor (em diâmetro) fornecido por diferentes técnicas ao analisarem um mesmo corpo com dimensões definidas.

Segundo Barth (1984), a escolha do método de análise mais adequado envolve algumas questões, dentre as quais se destacam aquelas relacionadas abaixo:

- Necessidade de fracionamento ou não da amostra.
- Condição de análise: a úmido ou a seco.
- Dimensões máximas e mínimas das partículas.
- Solubilidade das partículas.
- Estado físico das partículas (sólido ou aerossol).
- Disponibilidade de equipamentos e custos envolvidos.
- Velocidade da análise.

O mesmo autor ainda ressalta que, apesar de cada técnica fornecer um diâmetro médio distinto, todos os resultados corretos são igualmente exatos.

A seguir, são detalhados os princípios e procedimentos das duas técnicas de análise de partículas envolvidas no presente estudo.

2.6.1 Peneiramento

Segundo Barth (1984) e Allen (1997), apesar de ser uma das técnicas mais antigas, o peneiramento é ainda um dos principais métodos de análise do tamanho das partículas, largamente utilizado em indústrias e laboratórios de pesquisa. Os autores explicam a sua ampla difusão em função das seguintes características:

- Gerar massas individualizadas nas frações granulométricas de interesse.
- Envolver equipamentos, procedimentos e conceitos relativamente simples.

- Classificar as partículas exclusivamente com base no seu tamanho, independentemente de outras propriedades físicas.
- Flexibilidade para classificar materiais particulados a seco ou a úmido.

As peneiras mais utilizadas são feitas de fios de arames paralelos entrelaçados e são identificadas de acordo com o diâmetro “d”, definido como a mínima abertura quadrada pela qual uma partícula pode passar. No sistema internacional, a dimensão dessa abertura é expressa em milímetros (mm) ou micras (μm) e representa o espaço interno entre dois fios adjacentes. Outra classificação granulométrica normalmente empregada é dada pelo sistema de malhas Tyler (#), no qual a medida da abertura é baseada na quantidade de fios por polegada linear².

No peneiramento a seco as peneiras são normalmente dispostas umas sobre as outras, a mais grossa deve ser colocada no topo e abaixo são encaixadas as peneiras com aberturas sucessivamente menores. Um recipiente não vazado é acoplado embaixo da última peneira (a mais fina) para que o material passante seja recolhido. O conjunto recebe um movimento vibratório, o qual auxilia a passagem do material por gravidade.

Nos casos mais correntes, o limite inferior mensurável é de 20 μm . Abaixo dessa granulação o tempo de peneiramento aumenta consideravelmente e a precisão diminuiu. Segundo Barth (1984) e Allen (1997), os estudos sobre o tempo ideal de peneiramento envolvem discussões aprofundadas que decorre dos princípios que regem esta prática, envolvendo as variáveis físicas do sistema e os tratamentos estatísticos apropriados.

Fracionamentos por peneiramento consideram apenas duas dimensões do corpo no espaço: largura máxima e espessura máxima. Para partículas muito alongadas isto representa um problema. Ao mesmo tempo, para uma dada abertura, as partículas maiores levam um tempo maior do que as partículas menores para passarem pela peneira. Esta tendência explica como materiais com quase as mesmas dimensões da abertura da malha podem levar tempos teoricamente indefinidos para serem peneirados. A passagem destes fragmentos somente ocorrerá quando as suas duas dimensões menores estiverem, exatamente, direcionadas de forma favorável em relação à abertura da malha.

² O apêndice I apresenta uma tabela onde são correlacionadas as dimensões de abertura de peneiras entre o sistema internacional (mm) e o sistema de malhas Tyler (#)

Apesar das vantagens mencionadas anteriormente, Allen (1997) expõe que esta técnica apresenta três deficiências, as quais podem condenar a sua utilização em determinadas circunstâncias:

- Toda peneira possui aberturas pseudoquadradas. O processo de entrelaçamento do arame das peneiras gera aberturas trapezoidais em três dimensões com considerável tolerância, particularmente, para as peneiras mais finas.
- A malha pode ser deformada com facilidade durante a utilização da peneira, principalmente durante os procedimentos de limpeza das mesmas.
- As partículas devem apresentar formas que não dificultem a sua passagem pelas aberturas da malha.

2.6.2 Espalhamento de luz laser de baixo ângulo

Com o desenvolvimento tecnológico, surgiu uma série de técnicas e procedimentos que utilizam os princípios e comportamentos da radiação luminosa para medir o tamanho de partículas. Dentre elas, destaca-se aqui, a análise granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo ou *low angle laser light scattering* (LALLS)

A descrição simplificada de um modelo básico deste equipamento é encontrada em Allen (1997), onde o autor o divide nas seguintes partes:

- A bancada óptica, onde se encontram fixos um laser de baixa potência, o detector e os suportes das células de amostra e das lentes.
- As partes móveis, constituídas pelas lentes analisadoras, células de amostra e pelos alimentadores externos.

A fonte de raios laser emite um feixe de luz que ao passar pela amostra espalha-se, sensibilizando as lentes analisadoras. O sinal analógico, obtido por um dispositivo fotossensível, é amplificado e convertido para um sistema digital de leitura. O computador recebe e interpreta o sinal, convertendo-o na forma de gráficos de distribuição de tamanho de partículas.

O princípio de funcionamento desta técnica decorre dos fenômenos físicos resultantes da interação entre o feixe de raios laser e as partículas da amostra. A partir desta interação, parte do feixe incidente é refletida, parte é refratada e parte é difratada.

Praticamente, a totalidade da luz refratada é transmitida para o meio externo com um certo desvio de sua trajetória, sendo que uma parcela pode ainda sofrer reflexão interna e ser absorvida pela partícula.

O resultado físico da interação desses raios é o fenômeno da interferência, responsável por gerar modelos de espalhamento de luz. Os equipamentos de análise possuem modelos matemáticos e computacionais que reconhecem os espalhamentos característicos e os correlacionam ao tamanho das partículas iluminadas.

Para garantir um espalhamento independente e incoerente e, assim, tornar possível a identificação e a descrição dos modelos de interferência, é necessário assumir que as partículas iluminadas são opticamente homogêneas e esféricas, e que, fundamentalmente, estão dispostas de forma randômica e diluída.

Nas análises granulométricas por LALLS, os equipamentos utilizam as teorias de Mie ou de Fraunhofer para modelos de espalhamento de luz. A teoria de Mie prescinde do conhecimento dos índices de refração real e imaginário (associado ao fenômeno de absorção). Por outro lado, o princípio de Fraunhofer é limitado aos casos de partículas opacas ou de dimensões superiores a 20 μm ; neste caso, são considerados apenas os raios difratados, independentemente dos índices de refração.

Conforme Allen (1997), diferentemente do peneiramento, que considera a segunda maior dimensão linear, as medidas granulométricas realizadas por LALLS representam a distribuição em volume das partículas. Esta medida é controlada, tanto pela espessura do feixe do laser, a qual varia entre 10 e 25 mm, quanto pela distância percorrida pela luz dentro da célula de amostra.

No caso de materiais sólidos insolúveis em água, as partículas em suspensão são bombeadas e recirculadas, passando pela célula de amostra, sendo diretamente atingidas pelo feixe de laser. Partículas mais grossas, mais difíceis de serem bombeadas em uma suspensão adequada, devem passar por gravidade, de forma livre e direta, diante do feixe. Geralmente, o número de partículas grossas em uma distribuição ampla é pequeno, o que torna necessário ampliar o tempo de medição, para se obter valores mais exatos da sua frequência estimada.

Os limites de operação do equipamento, com relação aos tamanhos máximos e mínimos mensuráveis, são linearmente dependentes do comprimento de onda do laser e da

distância focal das lentes de Fourier. Para modelos básicos do equipamento, o limite inferior mensurável é 0,1 μm e o superior 2 mm. Em versões mais sofisticados, estes limites podem chegar a 0,05 μm e 3 mm, respectivamente.

2.7 SEPARAÇÕES MINERAIS

Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Hutchison (1974), Henley (1983) e Jones (1987), mencionam que nos estudos de matérias primas minerais é bastante comum proceder-se a separação de fases minerais individuais, tanto para removê-las do minério, tornando-o mais puro, quanto para concentrar tais fases e, assim, facilitar o estudo de suas características.

Segundo os mesmos autores, existem diversos métodos de separação mineral empregados na escala de caracterização, cada qual mais apropriado a um determinado material ou situação. A escolha do método mais apropriado ocorre em função das propriedades específicas (físicas, químicas ou físico-químicas) mais distintivas de cada espécie mineral presente, de modo que, quanto maior for a diferença para uma mesma propriedade, mais eficiente será a separação das fases.

Zussman (1967), Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Hutchison (1974), Henley (1983) e Jones (1987), consideram a separação por densidade, particularmente, a separação em líquidos densos e a separação magnética como os principais métodos empregados nos ensaios em escala de laboratório ou no âmbito da mineralogia aplicada. Adicionalmente, outras técnicas com aplicações específicas também podem ser utilizadas de forma exclusiva (individualmente) ou complementar, conforme apresentado na Tabela 3.

Tabela 3 - Técnicas e equipamentos utilizados na separação de fases minerais na escala de caracterização tecnológica ou na simulação de processos de beneficiamento em escala de laboratório. Modificado de Sant'Agostino & Kahn (1997).

Tipo de separação mineral	Recursos e equipamentos
Separação por densidade	Meios densos Separador magneto-densitário Mesa Mozley Batéia manual ou mecanizada
Separação magnética	Polia magnética (ímã permanente) Separadores de rolos induzidos Separadores de ímã de terras raras Separador de matrizes (WHIMS, HGMS) Separadores magnéticos do tipo Frantz Tubo Davis
Separador eletrostático	Separador de rolos Separador de placas – placa / tela
Separação gravimétrica	Conjunto de colunas para elutriação
Flotação	Células mecânicas de bancada Coluna de flotação
Recursos especiais	Determinação do potencial zeta/ponto de carga zero Microflotação (tubo de Hallimond)

Hutchison (1974), acrescenta que a escolha do método deve considerar a quantidade de material que se deseja separar e a granulação dos minerais de interesse. Jones (1987) alerta ainda que a disponibilidade de um determinado equipamento e/ou o custo das separações também pode influenciar nesta escolha.

Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Hutchison (1974), Henley (1983) e Jones (1987), atestam como condição *sine qua nom* à realização das separações que os minerais presentes na amostra estudada devem se encontrar individualizados em partículas livres, independentemente do método escolhido.

2.7.1 Separação em líquidos densos

Conforme Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Hutchison (1974), Henley (1983) e Jones (1987), a técnica de separação em líquidos densos emprega a diferença entre os pesos específicos³ dos minerais presentes como condição fundamental para separar as fases de interesse. Desta forma, para que este método produza resultados satisfatórios, o material em estudo deve conter minerais com pesos específicos suficientemente distintos, tais que, quando imersas em um líquido com peso específico de valor intermediário, as partículas mais densas afundem, enquanto as menos densas flutuam, efetivando-se a separação.

Os principais líquidos densos normalmente utilizados são compostos orgânicos de elementos halogênicos ou, nos casos que envolvem densidades mais altas, podem ser empregadas soluções aquosas saturadas de sais muito densos, como a solução de Clerici (mistura de malonato de tálio com formiato de tálio). O líquido escolhido como meio de separação deve apresentar, obrigatoriamente, um peso específico de valor intermediário ao de cada fase mineral que se pretende separar.

A tabela 4 apresenta os principais líquidos densos utilizados em separação por densidade e seus respectivos pesos específicos.

Tabela 4 – Principais líquidos densos usados em separações minerais. Modificado de Hutchison (1974) e Jones (1987).

Líquido denso	Fórmula química	Peso específico (g/cm ³)
Tricloroetanol	CHCl.CCl ₂	1,46
Bromofórmio	CHBr ₃	2,89
Tetrabrometoetanol	CHBr ₂ CHBr ₂	2,96
Iodeto de Metileno	CH ₂ I ₂	3,32
Solução de Clerici	CH ₂ (COOTe) ₂ HCOOTI	4,28

Todas as publicações consultadas alertam quanto à toxicidade e periculosidade dos líquidos densos normalmente utilizados em trabalhos de separação mineral. Autores como Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Hutchison (1974) e Jones (1987), deixam

³ O apêndice II apresenta uma tabela com os principais minerais e seus respectivos pesos específicos.

claros os perigos à saúde envolvidos na manipulação destes líquidos e fazem um apelo para que toda a prática seja realizada com a máxima segurança, sempre integralmente desenvolvida dentro de uma capela de laboratório. No mesmo sentido, reforçado também pelos altos preços destes materiais, os autores enfatizam que todo esforço deve ser feito para que os líquidos utilizados sejam recuperados e reaproveitados.

Os procedimentos práticos para a execução desta atividade são amplamente discutidos por Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Hutchison (1974) e Jones (1987). Segundo os autores, a sequência descrita a seguir é desenvolvida, preferencialmente, nos casos que envolvem amostras com granulação superior a 0,1 mm e pouca massa:

- Dentro de um funil de separação, misturar a amostra (previamente preparada) com o líquido denso escolhido.
- Agitar até completa homogeneização da mistura, de forma que todos grãos minerais sejam apropriadamente imersos no líquido.
- Esperar o tempo necessário para que todas as partículas mais densas atinjam o fundo do recipiente. Sobre um béquer, abrir e fechar a torneira do funil para recolher as partículas afundadas.
- Tanto o material recolhido no béquer (produto afundado + líquido denso), quanto o restante que permanece no funil de separação (produto flutuado + líquido denso), devem ser filtrados para a recuperação do líquido utilizado.
- Os produtos sólidos devem ser cuidadosamente lavados com os solventes adequados para se remover o resíduo de líquido denso que permanece aderido aos grãos minerais. O produto da lavagem (solvente + líquido denso) também deve ser recuperado para posterior re-utilização.

Nos casos onde o material apresenta granulação entre 0,1 e 0,01 mm a separação pode ser excessivamente demorada ou jamais chegar a ser efetiva. Nestas circunstâncias, o bem mineral e o líquido denso devem ser misturados e agitados dentro de um tubo de vidro adequado e, posteriormente, centrifugada. Para materiais mais finos que 0,01 mm as separações em líquidos densos não são consideradas eficientes (Jones, 1984).

2.7.2 Separação magnética

Segundo Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Jones (1987) e Abouzeid (1990), este método de separação mineral utiliza as diferenças entre as propriedades magnéticas específicas de cada mineral para promover a sua individualização. Os mesmos autores mencionam que a susceptibilidade magnética específica (χ) é o parâmetro físico que preve o comportamento de uma partícula diante da influência de um campo magnético, de modo que, quanto maior for o seu valor, maior será a perturbação sofrida pela partícula na presença de um fluxo magnético.

Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970) e Abouzeid (1990), concordam que a eficiência das separações depende diretamente da diferença entre as susceptibilidades magnéticas⁴ das fases minerais que se pretende separar, sendo tanto mais eficiente, quanto maior for tal diferença. No entanto, esta condição pode ser prejudicada, uma vez que a maioria dos minerais não apresenta um valor absoluto de susceptibilidade, mas sim, uma faixa de comportamento, onde ele pode se apresentar mais ou menos magnético.

Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), dividem os minerais em três classes distintas, de acordo com o valor de suas respectivas susceptibilidades, medidas em $\chi \cdot 10^{-6} \text{cms}$.

- Diamagnéticos: não magnéticos, $\chi < 0$ (valores negativos).
- Paramagnéticos: médios a fracamente magnéticos, $0 < \chi < 300 \cdot 10^{-6} \text{cms}$.
- Ferromagnéticos: fortemente magnéticos, $\chi > 300 \cdot 10^{-6} \text{cms}$.

Conforme Jones (1970) e Abouzeid (1990), os principais equipamentos utilizados nos ensaios de separação magnética em escala descontínua (laboratório) são relacionados abaixo:

- Imã permanente.
- Imã regulável.
- Separadores do tipo *Frantz*
- Separadores de rolos.

Os imãs são utilizados, preferencialmente, quando o material alvo dos ensaios apresenta componentes ferromagnéticos, os quais não requerem um campo magnético intenso

⁴ O apêndice III apresenta uma tabela com as susceptibilidades magnéticas específicas (χ) dos minerais mais comuns.

para serem facilmente separados. Os imãs reguláveis podem ainda promover ensaios mais seletivos, principalmente no caso de minerais paramagnéticos, a partir da variação discreta (não contínua) da intensidade do campo magnético entre os valores máximo e mínimo.

Os separadores do tipo *Frantz*, disponíveis nos modelos isodinâmico e de barreiras, são equipamentos exclusivos para ensaios de laboratório, não havendo equivalentes industriais. Segundo Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), Jones (1987) e Abouzeid (1990) a principal vantagem oferecida por estes separadores reside na grande variedade e flexibilidade das regulagens que podem ser feitas, proporcionando condições de ensaio muito diversificadas. Essa característica permite que sejam feitos ajustes mais precisos, em ordem de se obter resultados mais satisfatórios, principalmente, nas separações que envolvem materiais paramagnéticos com susceptibilidades aproximadas.

Conforme Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970), as principais configurações que podem ser modificadas dizem respeito à amperagem, que pode variar entre praticamente nula e 1,8 ampér, a inclinação longitudinal da calha por onde passa o material, a qual determina o tempo da ação do campo sobre a partícula, e a inclinação transversal, responsável por gerar uma componente da força de gravidade em direção contrária ao fluxo do campo magnético. Em condições usuais de trabalho, são empregadas, respectivamente, ângulos de 20° a 30° e de 5° a 10° para cada uma das inclinações mencionadas, as quais podem variar de 0° a 90°.

O separador isodinâmico mantém uma força eletromagnética constante sobre as partículas ao longo de toda a zona de separação. É ideal para materiais com granulação entre 0,6 e 0,04 mm e susceptibilidade magnética específica entre $0,2 \cdot 10^{-6}$ e $600 \cdot 10^{-6}$ cms, sendo indicado para pequenas quantidades de amostras (menos que 50g).

No separador de barreiras, o gradiente gerado pelo campo eletromagnético é mais elevado, o que, na prática, resume-se a uma maior eficiência na separação, possibilitando a análise de faixas de susceptibilidades um pouco mais amplas e limites de granulação entre 2,0 e 0,01mm, além de permitir uma maior taxa de alimentação.

Em ambos os modelos, o material é guiado pela calha a passar diante do campo magnético, de forma que, as forças eletromagnéticas atuam seletivamente sobre os minerais paramagnéticos, desviando-os para um recipiente a parte. Os minerais

diamagnéticos ou com susceptibilidades magnéticas inferior aos demais não são desviados pela ação do campo, sendo coletados por um outro recipiente.

Segundo Jones (1987), o separador de rolos é muito menos sensível do que os modelos do tipo *Frantz*, mas apresenta a vantagem de poder ensaiar uma maior quantidade de amostra (kg/h) com granulação entre 0,5 e 0,05 mm. O princípio de funcionamento deste equipamento consiste na adesão seletiva das partículas magnéticas a um cilindro que, ao girar, carrega as partículas aderidas até uma posição não imantada, onde elas se soltam sendo recolhidas por um recipiente. As partículas não magnéticas não se aderem, sendo recolhidas diretamente ao cairem.

2.8 ANÁLISES MINERALÓGICAS

Frente a infinidade de compostos cristalinos presentes na natureza, há, também, uma enorme gama de procedimentos que se propõem a identificar e quantificar as fases minerais presentes em uma determinada amostra.

No âmbito das análises mineralógicas, merecem destaque as técnicas atuais de difratometria de raios X, microscopia eletrônica e análises de imagem. Zussman (1967) e Jones (1987), concordam também, sobre a importância das técnicas de microscopia óptica de luz polarizada e todas as derivações decorrentes. Ao mesmo tempo, Parfenoff, Pomerol & Tourenq (1970) e Jones (1987), reconhecem como práticas ainda relevantes em muitas situações, as observações diretas de uma amostra a vista desarmada, as análises ao microscópio estereoscópico, ou ainda, a realização de análises químicas seguidas de cálculos estequiométricos.

A seguir, são apresentados apenas os métodos de análise mineralógica pertinentes ao estudo realizado.

2.8.1 Microscopia estereoscópica

As observações ao microscópio estereoscópico permitem a realização de análises mineralógicas através da visualização direta das partículas, sob aumentos de até 100 vezes, por meio das quais, buscam-se identificar feições e características específicas, diagnósticas de um determinado mineral, tais como: brilho, cor, hábito, clivagem etc. A

quantificação dos minerais presentes pode ser estabelecida por meio da contagem de grãos. (Jones, 1987).

2.8.2 Microscopia eletrônica de varredura

Segundo Goldstein et al (1992), a microscopia eletrônica de varredura é a técnica de caracterização microestrutural mais versátil existente atualmente, encontrando aplicações em diversos campos do conhecimento, tais como, ciência dos materiais, engenharias metalúrgica e de minas, geociências e ciências biológicas, dentre outros. Esta versatilidade é função da diversidade de interações que ocorrem quando o feixe de elétrons atinge a amostra, passíveis de serem analisadas por uma gama de detectores que fornecem informações sobre composição química, morfologia, cristalografia, potencial elétrico, campos magnéticos locais, dentre outras.

Reed (1996) e Goldstein et al (1992), individualizam o corpo central do MEV em duas partes principais: a coluna e a câmara de amostras.

A coluna apresenta um formato cilíndrico verticalizado, onde, na porção superior se encontra fixo o canhão gerador de elétrons. Abaixo deste e ao redor do feixe emergente, são dispostas verticalmente três lentes magnéticas condensadoras, responsáveis por minimizar a espessura (diâmetro) do feixe. Antes de passar para a câmara de amostra, o fluxo de elétrons atravessa uma lente óptica, chamada de objetiva, que dentre outros efeitos, focaliza o feixe sobre a amostra.

A câmara de amostras é local onde ocorre efetivamente a interação do feixe de elétrons com a amostra. Nela estão dispostos todos os detectores, um para cada tipo de sinal gerado, o suporte de amostras e os mecanismos para a sua movimentação nos planos X,Y e Z, além de rotação e inclinação da amostra.

Estes dois compartimentos são ligados a uma bomba de vácuo que os mantém sob constante pressão negativa, de acordo com as necessidades da configuração do equipamento.

Reed (1996) menciona que, apesar da grande gama de ondas eletromagnéticas produzidas a partir da interação feixe-amostra, apenas uma determinada parcela é

passível de detecção e interpretação pelos equipamentos atuais. Goldstein et al (1992) classificam estas interações em função do tipo de espalhamento sofrido:

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

Reed (1996) e Goldstein et al (1992) afirmam que o tamanho do microvolume da amostra analisado depende da energia do feixe incidente, da energia crítica de excitação e da densidade do material analisado, sendo que os dois últimos são diferentes para cada elemento presente na amostra.

A Figura 3 ilustra a incidência dos elétrons sobre a amostra, os vários tipos de interações resultantes e as profundidades nas quais estas são geradas.

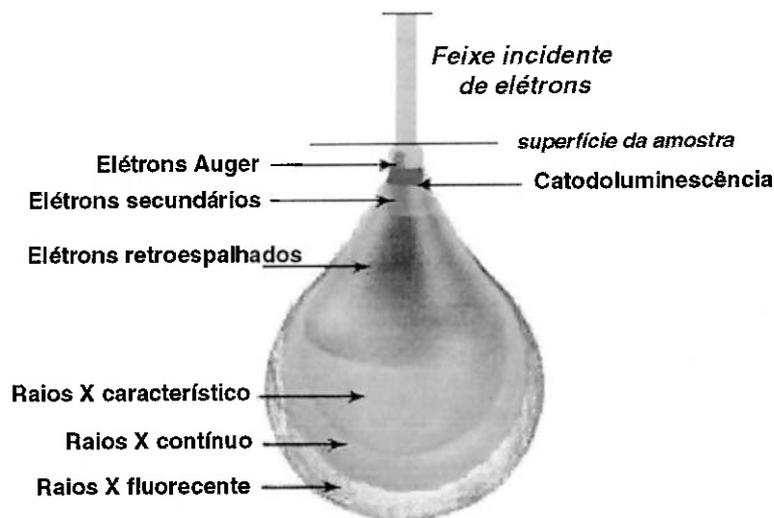


Figura 3 - Desenho esquemático representando o microvolume analisado e as posições relativas onde são geradas as interações resultantes da interação feixe-amostra em análises ao MEV

Os elétrons retroespalhados (BSE) caminham em linha reta, são fáceis de detectar devido a sua elevada energia (acima de 50 eV), porém difíceis de coletar face à sua elevada velocidade. Correspondem ao espalhamento elástico de elétrons cuja trajetória foi desviada em mais de 90° em relação à direção do feixe incidente.

A imagem de elétrons retroespalhados permite a visualização das diferentes fases presentes na amostra, identificadas em função do número atômico médio (Z). Na tela do MEV observam-se figuras em diferentes tons de cinza, de forma que, quanto maior o número atômico médio de um determinado ponto da amostra, mais clara é a sua respectiva imagem. Materiais com número atômico muito alto tendem a apresentar uma imagem branca, enquanto o inverso (preta) ocorre com materiais de número atômico muito baixo.

Os elétrons secundários (SE) englobam todos os elétrons de energia inferior a 50 eV. São difíceis de detectar por apresentarem energia muito baixa, porém podem ser facilmente coletados dado a sua baixa velocidade. Essencialmente, compreendem os elétrons da camada de valência que, em virtude da sua baixa energia, emergem das proximidades da superfície da amostra. A imagem de elétrons secundários possibilita a visualização da morfologia da amostra, com elevada profundidade de foco.

Reed (1996) menciona que, por meio da escolha do modo de detecção apropriado, pode ser dada ênfase a uma configuração que realce a morfologia (SE) ou a composição da amostra (BSE). A potência da corrente do feixe de elétrons incidente determina a intensidade dos sinais a serem emitidos, a qual é diretamente proporcional ao diâmetro do feixe. Essas variáveis podem ser ajustadas para a otimização da condição de operação desejada, em função das diferentes necessidades: alta resolução, elevada profundidade de foco ou microanálise.

Conforme Reed (1996) e Goldstein et al (1992), é bastante usual a utilização de um espectrômetro de raios X acoplado ao MEV, com a finalidade de detectar e interpretar o sinal dos raios X característicos gerados na interação feixe-amostra. Goldstein et al (1992) afirma que, operacionalmente, para se gerar uma intensidade razoável de raios X característicos, a energia do feixe incidente deve ser pelo menos duas vezes superior à energia crítica de excitação do átomo.

Deste modo, interrompendo-se a varredura e estacionando-se o feixe sobre um determinado ponto da amostra, se torna exequível a realização de análises químicas pontuais (qualitativas e/ou quantitativas) por fluorescência de raios X, de modo que ambas as versões de espectrômetros disponíveis (WDS e EDS) podem ser utilizadas. Segundo Reed (1996), a resolução espacial das análises químicas é limitada a 1µm, embora, de acordo com Goldstein et al (1992), esta possa chegar a 0,3 µm

2.8.3 Difratometria de raios X

Dentre muitas outras possibilidades atuais, a propriedade de promover a identificação precisa das fases minerais presentes em um determinado material tornou praticamente obrigatória a utilização da técnica de difratometria de raios X em trabalhos de análise mineralógica, especialmente na caracterização tecnológica de matérias primas minerais.

Segundo as definições apresentadas por Cullity (1978) e Russel (1982) a espalhamento de luz de raios X é um fenômeno físico que ocorre quando um feixe monocromático desta energia radiante atinge um material cristalino. O espalhamento elástico dos raios X e as propriedades geométricas das substâncias que apresentam um arranjo ordenado e sistemático dos seus átomos permitem que esta interação produza um conjunto de raios

X difratados, os quais definem um padrão difratométrico característico de cada substância.

Segundo Cullity (1978), ao atingir um certo composto cristalino, o feixe de raios X é desviado de sua trajetória pelos elétrons de um grande número de átomos dispostos em planos adjacentes. Para que ocorra o espalhamento coerente, ou seja, para que haja espalhamento de luz, os raios X espalhados devem estar em fase e, portanto, sofrerem uma interferência construtiva. Matematicamente, esta condição somente é verificada nas direções que satisfazem a Lei de Bragg ($n\lambda=2d\text{sen}\theta$).

No momento em que um feixe monocromático de raios X (com comprimento de onda λ) incide segundo um determinado ângulo θ (ângulo de Bragg) sobre os planos cristalográficos de um mineral (separados por uma distância “d”) é gerado um feixe de raios difratados que emergem sob o mesmo ângulo θ incidente e com uma certa intensidade $I_{(hkl)}$.

Pela Lei de Bragg, exemplificada na Figura 4 e expressa pela Equação 5, as distâncias “d” do retículo cristalino podem ser determinadas, uma vez que se conheça os ângulos (θ) nos quais ocorrem a espalhamento de luz do feixe incidente. Por sua vez, a intensidade do feixe difratado é medida por detectores específicos, que convertem o sinal capturado na forma de picos com tamanhos relativos. Segundo Klug & Alexander (1974), Cullity (1978) e Jenkins & Snyder (1996), dentre outros fatores, a intensidade do feixe difratado é, fundamentalmente, função da posição e da densidade dos átomos na cela unitária.

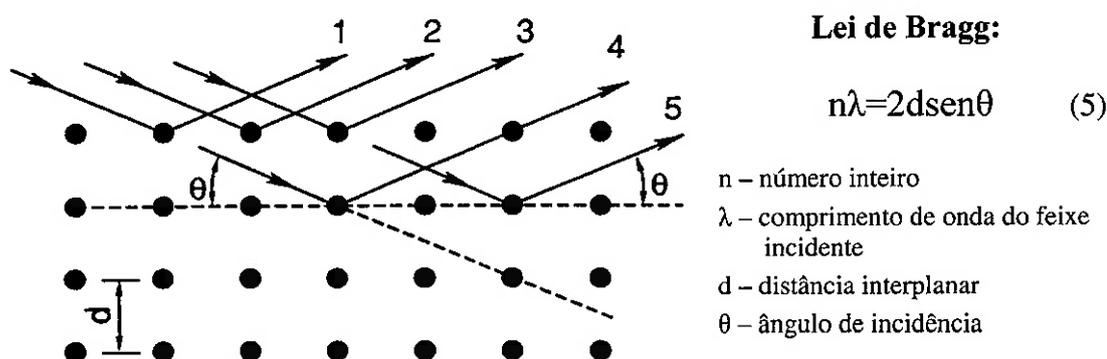


Figura 4 - Desenho esquemático representando as condições que satisfazem a Lei de Bragg. (Modificado de Philips..., 1997).

Segundo Cullity (1978), os difratômetros de raios X fornecem como resposta da análise um difratograma, ou seja, um gráfico da intensidade do feixe difratado (eixo y) *versus* a posição em que ocorre o espalhamento de luz (eixo x), representada pelo ângulo dois theta (2θ) ou pela distância interplanar (d). Para cada posição angular (2θ) ou (d) em que ocorre espalhamento de luz, o difratograma mostra um pico simétrico e característico da posição correspondente. O valor numérico de 100% é atribuído à máxima intensidade $I_{(hkl)}$ medida, correspondente ao pico de maior tamanho. Os picos menores representam as demais direções nas quais ocorrem espalhamento de luz e a respectiva intensidade do feixe difratado em relação a 100%.

Conforme Young (1995) apud Fronzaglia (1999), estas informações compõem o padrão difratométrico de uma determinada substância, que pode ser observado como uma coleção de perfis de difrações individuais (picos difratados), cada qual com seu tamanho (altura relativa), posição angular (2θ), largura e caudas que decaem gradualmente à medida que se distanciam da posição de altura máxima do pico.

Portanto, uma vez que os planos de espalhamento de luz e suas respectivas distâncias interplanares, bem como as densidades de átomos (elétrons) ao longo de cada plano cristalino, são características específicas e únicas de cada substância cristalina, torna-se possível identificar e classificar uma gama enorme de materiais a partir dos padrões difratométricos apresentados (Cullity, 1978).

Uma das principais técnicas de espalhamento de luz de raios X refere-se ao Método do Pó, uma vez que as amostras analisadas são constituídas pelo pó do material em estudo. Conforme Jones (1987), a confecção de amostras a partir de material pulverizado surgiu como solução para duas limitações existentes ao se analisar apenas cristais individuais: a dificuldade em rotacionar a amostra em todas as direções possíveis e a impossibilidade prática de se analisar uma rocha composta por várias espécies minerais

Segundo Klug & Alexander (1974), Cullity (1978) e Jenkins & Snyder (1996), os difratômetros têm seu mecanismo de funcionamento baseados na geometria parafocal Bragg-Brentano, conforme apresentado na Figura 5. Ademais, também são encontradas, outras configurações mais sofisticadas e específicas para estudos nas áreas da ciência dos materiais e de monocristais.

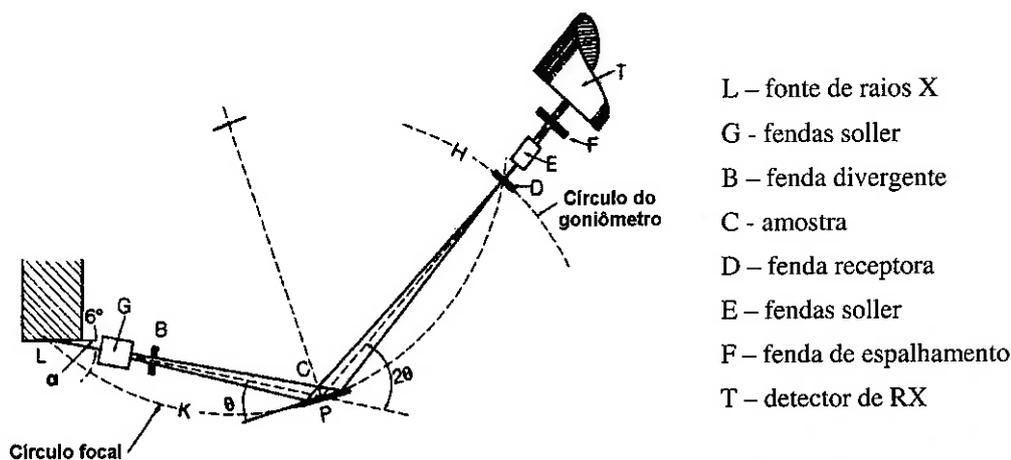


Figura 5 - Desenho esquemático representando o mecanismo de funcionamento dos difratômetros de raios X baseado na geometria parafocal de Bragg-Brentano. Modificado de Jenkins (1989).

Além da utilização clássica na identificação de compostos minerais, a DRX vem se consolidando com uma importante ferramenta para a quantificação das fases minerais presentes em uma amostra. Bish & Post (1989) e Petruk (2000) mencionam diversas técnicas de análise quantitativa.

Normalmente, a identificação das fases presentes na amostra ocorre por meio da comparação direta entre o padrão difratométrico obtido e uma série de padrões já conhecidos, previamente disponibilizados em um banco de dados. Atualmente, a instituição norte-americana *International Centre for Diffraction Data (ICDD)* mantém um banco com mais de 100.000 compostos cristalinos.

A princípio, os métodos de identificação das fases eram essencialmente manuais e baseavam-se na busca por compostos presumivelmente presentes na amostra (métodos de Fink e Hanawalt.). Com o desenvolvimento dos sistemas computacionais, a identificação das fases minerais passou a ser realizada por procedimentos automatizados, baseados em bancos de dados do ICDD (PDF-1 ou PDF-2), permitindo a realização de análises mais rápidas e precisas. Tais procedimentos são conhecidos como conjunto de técnicas booleanas e Fuzzy para procura e combinação (Philips..., 1997).

2.9 O EMPREGO DA AREIA COMO UM BEM MINERAL INDUSTRIAL

O trabalho de Chaves (1971) representa uma das primeiras publicações nacionais de caráter científico que menciona a utilização de areias para fins industriais. Nela, o autor alerta para essa “...interessante, porém, pouco valorizada, matéria prima mineral...”, a respeito das suas diversas aplicações e potencial contribuição comercial ao desenvolvimento econômico da nação. Nesse mesmo trabalho, o autor menciona não só a areia aluvionar, mas também outros materiais correlacionados, como quartzitos, arenitos, cascalhos e aglomerados.

Ainda segundo Chaves (1971), o estudo de uma determinada areia, com a finalidade de sua utilização como matéria prima para a indústria, deve envolver a definição dos seguintes parâmetros: composição química, distribuição granulométrica, forma do grão, finura, inércia química e refratariedade. O autor também menciona que as impurezas mais comuns das areias são a alumina e o óxido de ferro e, em menor quantidade, óxido de titânio, ressaltando que: “... a constância das características da areia tratada é a maior exigência da indústria. O material nestas condições é caro, sendo o único tipo de areia que interessa transportar para longe.”

O trabalho de Tandel (1993) descreve a caracterização do arenito Pirambóia com vistas à sua utilização nas indústrias vidreira e de fundição. O autor seguiu as determinações da Comissão de Estudos de Matérias Primas (CEMP), órgão da Associação Brasileira das Indústrias de Fundição (ABIFA), na definição dos seguintes parâmetros do minério: granulometria, teor de finos, concentração, superfície específica teórica, superfície específica real, número específico teórico de grãos, tamanho do grão médio, coeficiente de angularidade, grau de afastamento, módulo de finura, teor de argila AFS, permeabilidade, teor de umidade, temperatura de sinterização, potencial hidrogeniônico (pH), perda ao fogo e composições química e mineralógica.

Conforme suas descrições, Tandel (1993) inicia os procedimentos de laboratório promovendo a atrição sob forte agitação e pH alcalino da areia estudada. Posteriormente, seguiram-se as etapas de peneiramento, determinação do teor de argila AFS e potencial hidrogeniônico (pH). As análises químicas foram realizadas por meio de fluorescência de raios X a partir de pastilhas prensadas. Segundo o autor, os padrões

de calibração do equipamento foram constituídos por areia da mesma jazida em estudo, na tentativa de minimizar o efeito matriz. As análises químicas realizadas envolveram principalmente a determinação de Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 e K_2O .

No trabalho de Ferreira (1995), a autora aborda com maior ênfase os mercados produtores e consumidores de areia industrial no Estado de São Paulo. Ela cita que "o termo areia é definido pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), de acordo com a norma TB-16/1955, como "material natural, de propriedades adequadas, de dimensão nominal máxima inferior a 2,0 mm e de dimensão nominal mínima igual ou superior a 0,075 mm. Contudo, o termo areia industrial é definido em função da sua aplicação e composição mineralógica e não da sua granulação".

Segundo a autora, as areias industriais apresentam amplo emprego na indústria de transformação, servindo como matéria prima na fabricação de diversos produtos, dentre os quais se destacam: vidros, cerâmicos, abrasivos e componentes eletrônicos. Por outro lado, a areia também é utilizada em muitos outros setores produtivos na sua forma natural, tais como: material de construção civil, meio filtrante, moldes para fundição, jateamento, pré-filtro para poços tubulares, desmonte hidráulico, meio denso, meio de troca térmica, areia padrão, material de lastro etc.

Ferreira (1995) também descreve os mesmos parâmetros empregados pela indústria mencionados por Tandel (1993), entretanto, não faz referência a nenhum método ou procedimento específicos de caracterização tecnológica de areias industriais.

2.10 O CARBETO DE SILÍCIO (SiC)

Segundo Lefond (1983), o carbetto de silício (SiC) pertence a uma pequena e seleta categoria de minerais sintéticos, não-metálicos, produzidos por eletrodifusão. No artigo (Silicon...1999), o SiC é considerado um material de alto valor agregado com diversas aplicações econômicas, principalmente, como matéria prima nas indústrias metalúrgica, cerâmica (abrasivos e refratários) e eletrônica.

Ainda de acordo com Industrial Minerals (1999), o SiC é produzido pelo método conhecido como "*Acheson Process*", segundo o qual, uma mistura de areia, obrigatoriamente de alta qualidade ($> 99,5\%$ de SiO_2) e uma fonte de carbono,

preferencialmente com baixo teor de enxofre (geralmente petro-coque ou antracito), é depositada na forma de uma pilha alongada sobre uma resistência de grafite. Normalmente, este forno opera em valores de temperatura entre 1500 e 2400° C, consumindo 23,8 MJ/kg de energia.

Pelas características do *Archeson Process*, no final do ciclo de produção, obtêm-se um produto com conteúdos entre 50 e 99% de SiC cristalizado. Além da taxa de cristalização, a composição química das matérias primas (areia e carvão) é responsável por definir os tipos de carbetos de silício produzidos e, conseqüentemente, o valor agregado destes produtos e as suas aplicações industriais.

Segundo Kumar & Gupta (2002), as porções mais externas do forno apresentam menor taxa de cristalização do produto (50%), a qual aumenta gradativamente em direção ao centro do forno, onde o valor máximo de 99% é obtido. Dependendo do teor dos contaminantes nas matérias primas, principalmente alumínio e ferro, podem ser obtidos cristais de SiC-verde ou SiC-preto, sendo que a produção da variedade verde somente é possível a partir das matérias primas mais puras, com baixíssimo teor de impurezas.

Segundo Ferreira (1995), as especificações químicas exigidas das matérias primas empregadas na fabricação de carbetos de silício, de modo geral, deve ser as seguintes: $\text{SiO}_2 \geq 99,40\%$, $\text{Al}_2\text{O}_3 \leq 0,20\%$, $\text{Fe}_2\text{O}_3 \leq 0,10\%$, ausência completa do elemento fósforo e perda ao fogo $\leq 0,25\%$. Estes materiais devem, também, apresentar as seguintes especificações granulométricas: 100% passante na peneira com abertura de 4,77 mm; 5 a 30% passante em 2,38 mm; 50 a 80% passante em 0,84 mm e $\leq 1\%$ passante na peneira com abertura de 0,30 mm.

Contudo, esses valores não são os mesmos para os diferentes fabricantes de SiC. De acordo com Kumar & Gupta (2002), há uma grande interferência devida às diferentes variedades de carbetos de silício produzidas e às peculiaridades específicas de cada unidade de fabricação, de forma que o nível de desenvolvimento tecnológico de cada uma, em relação ao processo metalúrgico, pode ampliar ou reduzir tais limitações químicas e/ou granulométricas.

As especificações exigidas para a utilização da areia de Itutinga como matéria prima na fabricação de SiC serão apresentadas no capítulo 3.

Segundo as informações fornecidas pelo Eng. Ildeu Cardoso da Silva⁵, atualmente, a produção global de todas as variedades de SiC é estimada em 700.000 toneladas por ano (tpa). A China, considerada como um bloco de produtores, é responsável por 41% desse total, representando a maior produtora mundial. Os outros países com destaque na produção são: Brasil (65.000 tpa), Holanda (50.000 tpa), Estados Unidos (42.000 tpa), Venezuela (41.000 tpa), Rússia (40.000 tpa), Noruega (40.000 tpa). Ucrânia (32.500 tpa), Japão (30.000 tpa), México (20.000 tpa), Polônia (20.000 tpa), Espanha (10.000 tpa) e No Brasil, a unidade *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos*, localizada em Barbacena, MG, é a maior produtora mundial individual, responsável pela fabricação de 60.000 tpa de SiC.

Ainda segundo o Eng. Ildeu C. Silva, a oferta mundial de carbetos de silício cresceu nos últimos dez anos, fortalecida pelo o uso mais disseminado deste produto. As expectativas futuras para este mercado no Brasil e no mundo são animadoras. Para o setor de refratários espera-se estabilidade ou um pequeno crescimento. No ramo de abrasivos o crescimento esperado é maior, especialmente no setor de superabrasivos, onde são comercializados pequenos volumes a um alto valor agregado.

Entretanto, o grande crescimento previsto será no mercado de cerâmicas avançadas e, especialmente, no mercado da indústria eletrônica, que emprega exclusivamente o SiC-verde, onde o ramo de semicondutores e áreas correlatas deve crescer a uma taxa anual de 10% até 2005. O setor de compósitos metalúrgicos a base de SiC tem também expectativas de crescimento, uma vez que novas fronteiras já estão abertas para aplicações de alta tecnologia, tais como: filtros para motores a combustão, blindagens contra armas de fogo e peças de intenso desgaste nas indústrias mecânica e automobilística.

⁵ Diretor Geral da *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos*.

3 APRESENTAÇÃO DO CASO DE ITUTINGA

Neste capítulo são apresentadas uma série de informações relativas à produção de SiC em Barbacena, MG, destacando-se a logística do transporte da matéria prima areia e a necessidade da viabilização do aproveitamento da areia da Mina Ponte Alta, Itutinga, MG, a qual norteou a realização do presente estudo.

As informações apresentadas a seguir são de caráter inédito e foram obtidas mediante descrições e discussões promovidas em conjunto com a equipe técnica⁶ da *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos*.

A referida empresa apresenta atualmente três unidades operacionais situadas no Estado de Minas Gerais. A unidade industrial de Barbacena e a unidade de beneficiamento de minério de Nazareno localizam-se às margens da rodovia BR265, enquanto a Mina Ponte Alta, encontra-se a apenas 5 km desta, no município de Itutinga.

Os principais produtos comercializados pela empresa são as duas variedades de carbetos de silício fabricadas em Barbacena, o SiC-preto e o SiC-verde, este último de qualidade superior e maior valor agregado. Como característica do processo metalúrgico de fabricação, a diferença de qualidade entre estas duas, bem como, entre as demais variedades existentes de carbetos de silício, depende, essencialmente, do controle dos teores dos elementos contaminantes totais presentes nas matérias primas, areia de alta pureza e petro-coque. No caso da areia, matéria prima fonte de silício (Si), os elementos deletérios críticos mais comuns são: ferro, alumínio, fósforo e titânio.

A viabilidade da fabricação de variedades mais nobres de SiC envolve, dentre outros fatores, uma análise criteriosa sobre os custos de produção, especialmente, sobre a disponibilidade de matérias primas com as especificações necessárias e a garantia do seu fornecimento regular, uma vez que tais materiais se tornam cada vez mais escassos e valorizados. Essa realidade contrapõe-se ao desafio da redução de custos com o aumento da qualidade, condição imposta pelo mercado à sobrevivência de qualquer companhia exportadora que comercialize mundialmente seus produtos.

⁶ Eng. João Batista Frizzoni, atual diretor industrial e Eng. Ildeu Cardoso da Silva, atual diretor geral.

Com relação à produção de SiC em Barbacena, embora os padrões de qualidade e excelência já tivessem sido atingidos, os custos relativos à areia permaneciam acima do esperado. O principal agravante para esta redução continuava sendo um problema antigo: a ausência de areia industrial disponível com as garantias de demanda e especificações nas proximidades da unidade industrial; situação que obrigava a empresa a comprar areia de produtores confiáveis, porém, distantes, implicando em um elevado custo de transporte (frete).

Diante deste panorama, foi planejada e realizada uma investigação geológica em um raio de 100 km em torno de Barbacena, na qual foram analisadas diversas ocorrências de areia natural com potencial e qualidade para suprir a demanda da unidade industrial. Como resultado desta pesquisa, a *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos*, no ano de 1999, passou a operar a mina de quartzito friável de Itutinga, denominada Mina Ponte Alta, e a unidade de beneficiamento de minério de Nazareno, na expectativa de solucionar definitivamente estas questões estratégicas em torno da areia: custo, qualidade e abastecimento.

No entanto, os primeiros lotes de SiC fabricados a partir da areia beneficiada de Itutinga revelaram sucesso apenas na produção da variedade SiC-preto. Após algumas tentativas frustradas em se produzir o SiC-verde, comprovou-se por meio de análises químicas que o produto final do beneficiamento, a areia limpa, apresentava teores de alumínio e, secundariamente, ferro muito acima das especificações exigidas pelo processo metalúrgico. Comparativamente, a areia empregada na fabricação de SiC-verde deve apresentar teores de alumínio (Al_2O_3) e ferro (Fe_2O_3) mais de dez vezes inferiores àqueles observados na areia destinada à produção de SiC-preto.

Portanto, atualmente, a areia beneficiada de Itutinga é empregada apenas na fabricação exclusiva de SiC-preto, enquanto que a totalidade da areia destinada à produção de SiC-verde permanece ainda sendo comprada de terceiros e, conseqüentemente, onerada pelo custo de transporte.

3.1 ESPECIFICAÇÕES EXIGIDAS DA MATÉRIA PRIMA (AREIA)

Os dados aqui apresentados foram fornecidos pelo departamento de controle de qualidade da referida empresa, segundo o qual, as principais exigências do processo metalúrgico em relação às características da areia utilizada são, primeiramente, de ordem química e, secundariamente, granulométrica.

A Tabela 5 apresenta a especificação química (teores de SiO_2 , Fe_2O_3 e Al_2O_3) exigida para as areias utilizadas na produção das duas qualidades de SiC e, também, os valores obtidos em análises químicas preliminares, tanto para o quartzito da mina (minério⁷), quanto para o produto do beneficiamento (areia limpa).

Tabela 5 - Teores médios do minério de Itutinga e do produto beneficiado (areia) e as especificações químicas exigidas da areia para a produção das diferentes variedades de carbeto de silício.

Composto	Análises preliminares		Especificações químicas exigidas	
	Teores médios (% em massa)		Teor médio da areia (% em massa)	
	Minério	Prod. beneficiado	SiC-preto	SiC-verde
SiO_2	98,1	99,3	> 99,3	> 99,5
Fe_2O_3	0,19	0,06	< 0,10	< 0,015
Al_2O_3	1,18	0,20	< 0,25	< 0,030

É importante ressaltar que a areia beneficiada encontra-se fora das especificações exigidas à produção do SiC-verde, tanto em relação aos teores máximos admitidos para os contaminantes Fe_2O_3 e Al_2O_3 , quanto para o teor mínimo de SiO_2 requerido. A especificação granulométrica fornecida determina que a matéria prima areia deve apresentar uma distribuição com, no mínimo, 90% da massa entre 1,68 mm (10 malhas Tyler) e 0,037 mm (400 malhas Tyler), sendo que o restante do material pode representar, no máximo, 5% retido em 1,68 mm e/ou 5% passante em 0,037 mm. De acordo com as informações obtidas, a areia beneficiada de Itutinga não apresenta restrições de ordem granulométrica.

⁷ Valor médio obtido a partir da análise química do material disposto na pilha de alimentação do processo de beneficiamento.

4 MÉTODO DE TRABALHO

Os estudos ora apresentados compreenderam, em linhas gerais, duas grandes etapas, cada qual desenvolvida em um ambiente distinto: campo e laboratório.

A primeira etapa compreendeu, exclusivamente, o trabalho de campo, no qual o objetivo principal foi a amostragem do material estudado. Para tanto, realizou-se o reconhecimento *in loco* da mina de quartzito friável de Itutinga e da unidade de beneficiamento de minério de Nazareno. Após avaliação criteriosa, foi estabelecido e executado um plano de amostragem em ambos os locais mencionados. Adicionalmente, viajou-se até a unidade operacional de Barbacena, na qual, além da visita às instalações industriais da empresa, procedeu-se à amostragem da areia empregada no processo metalúrgico de fabricação de SiC-verde.

A segunda etapa foi realizada nas dependências do LCT e LTM do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da EPUSP. Durante esta fase, as amostras previamente coletadas foram submetidas a uma série de análises, separações e ensaios, conforme a descrição apresentada adiante.

4.1 PREMISSAS

A estruturação do plano de trabalho, no qual foi definida a seqüência das atividades e os procedimentos práticos a serem realizados, seguiram três premissas básicas:

- As características químicas e granulométricas já conhecidas do quartzito friável de Itutinga e do produto do seu beneficiamento (areia).
- As especificações químicas e granulométricas exigidas pelo processo metalúrgico para a utilização da areia destinada a fabricação de SiC-verde.
- As condições de trabalho e infra-estrutura dos laboratórios do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da EPUSP.

4.2 ATIVIDADES REALIZADAS

Diante do contexto apresentado, foi elaborado um plano de trabalho com o objetivo de promover a caracterização tecnológica do quartzito de Itutinga, no qual foi definida a seqüência de atividades relacionadas abaixo:

- Avaliação *in loco* das características geológicas do depósito.
- Avaliação dos produtos derivados da unidade de beneficiamento de minério.
- Definição dos sítios de amostragem e da massa mínima das amostras.
- Amostragem do material no campo.
- Subamostragem e preparação de alíquotas no laboratório.
- Análise química das amostras por fluorescência de raios X (FRX).
- Análise granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo (LALLS).
- Classificação granulométrica por peneiramento a úmido.
- Análise química por fração granulométrica (FRX).
- Separação mineral em líquidos densos.
- Separação mineral magnética em separador *Frantz* de barreiras.
- Análise química dos produtos das separações minerais (FRX).
- Análises mineralógicas dos produtos das separações minerais:
 - microscopia estereoscópica,
 - difratometria de raios X (DRX) e
 - microscopia eletrônica de varredura (MEV) com análises químicas por espectrometria de dispersão de energia (EDS).
- Análise dos resultados e proposição de ensaios de atrição e ensaios complementares (classificação e separação eletrostática) com o objetivo de verificar as possibilidades de se minimizar os teores de Al_2O_3 nas amostras estudadas.

Durante a execução de todas as atividades responsáveis por gerar produtos posteriormente investigados por meio de análises química, mineralógica ou granulométrica, buscou-se, ao máximo, garantir a padronização de todos os procedimentos envolvidos, a fim de permitir a comparação entre os diferentes resultados obtidos para todas as amostras estudadas.

Toda a seqüência de atividades desenvolvidas ao longo do presente estudo, exceto os ensaios complementares, encontra-se sintetizada no fluxograma da Figura 6.

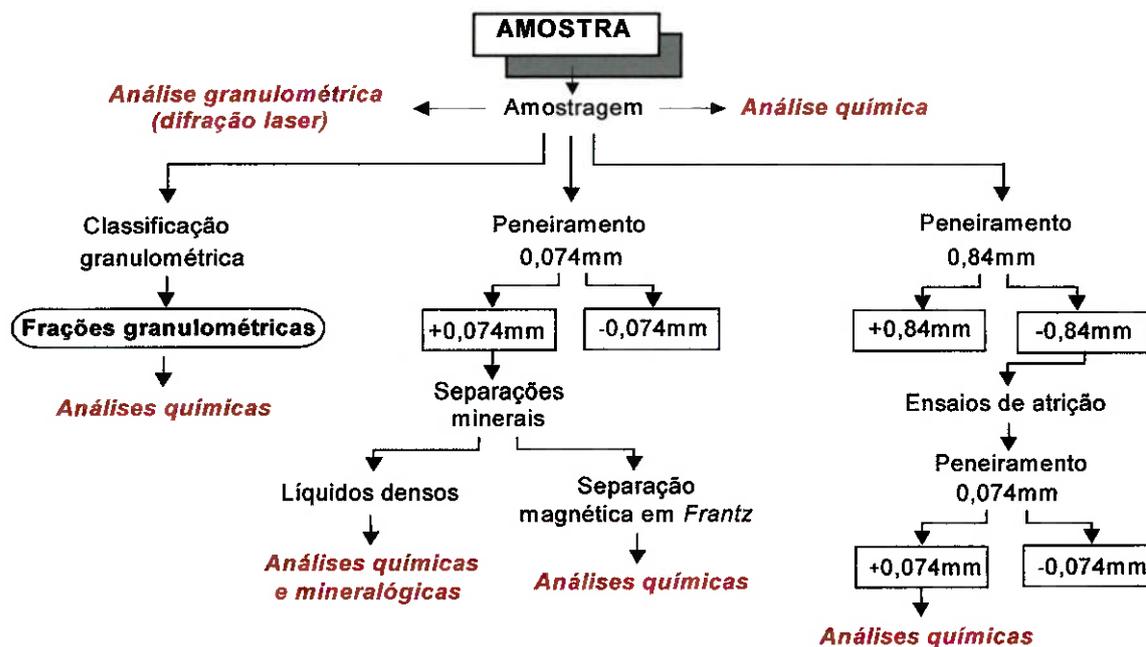


Figura 6 - Fluxograma ilustrando o procedimento experimental executado

4.3 AMOSTRAGEM

O principal objetivo das atividades de campo foi realizar a amostragem do quartzito de Itutinga, bem como dos produtos derivados da unidade de beneficiamento de minério de Nazareno. A coleta das amostras desenvolveu-se de acordo com os procedimentos descritos a seguir.

4.3.1 Amostragem e subamostragem das amostras no campo

Com o objetivo de garantir a representatividade das amostras e minimizar a implementação de erros nas operações de coleta, procurou-se respectivamente:

- Definir de modo adequado os métodos, os procedimentos e a massa mínima das amostras, fundamentalmente, com base na observação *in loco* das características de cada um dos sítios de amostragem.

- Padronizar os procedimentos envolvidos em todas as etapas da amostragem, de modo que, a atividade prática em si e os equipamentos utilizados nas operações de coleta e subdivisão fossem repetidos com o máximo rigor.

Após a observação *in loco* dos materiais a serem amostrados e a sua individualização em lotes com características distintas, verificou-se que a amostragem por incrementos, com posterior redução da massa da amostra por meio da técnica de subamostragem em pilha alongada, seria o procedimento mais adequado.

A descrição passo a passo das atividades práticas de coleta e reunião dos incrementos e posterior divisão da amostra pode ser resumida da seguinte forma:

- Demarcação dos pontos de coleta dos incrementos, obedecendo a uma distribuição homogênea, em posições equidistantes do lote (Fotografia 1).
- Exatamente no ponto demarcado, remoção e descarte de 30 cm de material superficial, seguida da coleta do incremento por meio de uma pá de paredes retas. Para assegurar o volume constante do incremento foram utilizados baldes calibrados com 8 litros.
- Reunião dos incrementos sobre uma lona plástica limpa, estendida sobre uma superfície plana do terreno. A disposição de cada incremento foi realizada de modo que, ao ser transportado sob velocidade constante, o material do balde fosse vertido sobre a lona, também sob velocidade constante. Desta forma, foi construída uma pilha alongada de seção triangular com 8 metros de comprimento e 35 cm de altura, decorrente da simples deposição de todos os incrementos, um sobre o outro (Fotografias 2 e 3).
- A fim de se evitar a heterogeneidade das extremidades, redistribuição sobre a pilha do material localizado nos primeiros 50 cm de cada ponta, segundo o mesmo procedimento descrito acima. A pilha homogeneizada foi denominada: amostra de campo, a qual representa o lote amostrado.
- Redução da massa da amostra de campo por meio da retirada de uma fatia, com exatamente 35 cm de largura, do centro da pilha. Para a minimização dos erros de extração e delimitação, esta faixa de material foi retirada com o auxílio de uma pá de paredes retas e 35 cm de largura nominal. Essa porção, produto da

subamostragem da amostra de campo, foi denominada simplesmente: amostra (Fotografia 4).

- Acondicionamento da amostra em um saco plástico apropriado e a sua identificação por meio de etiquetas (Fotografia 4).

A única amostra que fugiu a este procedimento foi aquela denominada Minas-Rio, uma vez que o material coletado já se encontrava homogeneizado na pilha de alimentação do processo metalúrgico. Essa amostra foi composta por incrementos menores (0,5 L cada), também coletados em pontos equidistantes da pilha, formando diretamente uma amostra com 25 kg.

As Fotografias 1 a 4, relacionadas a seguir, ilustram os procedimentos de amostragem acima citados.



Fotografia 1 - Amostragem: as áreas assinaladas indicam os pontos de coleta de incrementos



Fotografia 2 - Amostragem e subamostragem: reunião dos incrementos e formação da pilha alongada



Fotografia 3 - Amostragem e subamostragem: coleta dos incrementos e formação da pilha alongada



Fotografia 4 - Subamostragem: subdivisão da massa da amostra de campo e acondicionamento da amostra em saco plástico apropriado.

4.3.2 Subamostragem no laboratório

Os trabalhos de laboratório se iniciaram com o procedimento de subamostragem das amostras trazidas do campo, acompanhadas da análise textural das mesmas. A finalidade da subamostragem foi preparar subamostras e alíquotas como massas e volumes adequados à realização dos estudos de caracterização.

Após secagem em estufa à temperatura de 100°C, o procedimento utilizado no laboratório para a redução de suas massas, bem como da amostra Minas-Rio, até a quantidade de 1 kg, foi exatamente o mesmo desenvolvido na amostragem de campo, ou seja, homogeneização do material em pilha alongada de seção triangular e a retirada de frações constantes, repetindo-se todo o processo até se atingir a massa desejada.

Para as reduções de massa abaixo de 1 kg, tanto das amostras, quanto dos produtos obtidos durante as atividades de laboratório, foram utilizados amostradores centrífugos e/ou amostradores do tipo Jones.

A Figura 7 apresenta os procedimentos de subamostragem, indicando as massas das subamostras preparadas e encaminhadas para as respectivas atividades desenvolvidas no laboratório.

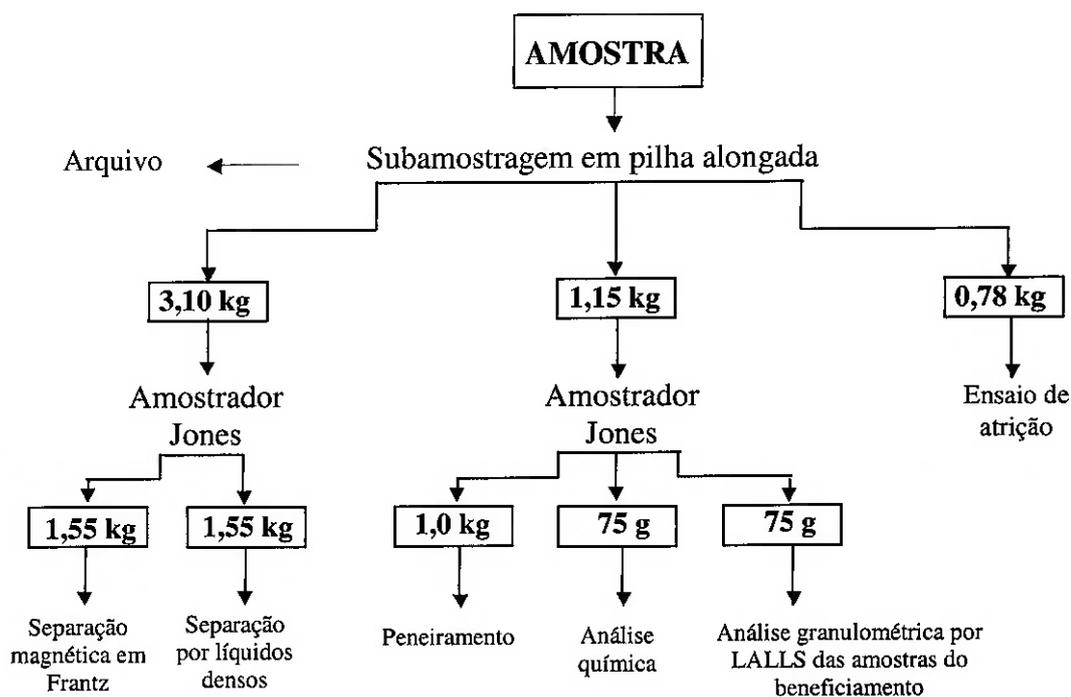


Figura 7 - Detalhamento dos procedimentos de subamostragem.

4.4 ANÁLISES QUÍMICAS

O objetivo da realização das análises foi determinar a composição química dos produtos resultantes das várias etapas do estudo, em termos da sua porcentagem de óxidos.

O desenvolvimento destas análises envolveu a determinação dos seguintes óxidos: SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , CaO , MgO , TiO_2 , MnO e P_2O_5 . Adicionalmente, foi analisada a perda ao fogo das amostras da mina, da unidade de beneficiamento, e da fábrica (Minas-Rio). Para os produtos das separações minerais em meio denso, também foram analisados ZrO_2 e alguns óxidos de terras raras (OTR).

Inicialmente, optou-se pela análise de alíquotas pulverizadas em recipiente de carbetto de tungstênio, com posterior fusão com Spectromelt A10 (Merck, tetraborato de lítio) na proporção 1:7. Entretanto, verificou-se que algumas determinações de Al_2O_3 apresentavam resultados incoerentes, principalmente, diante da falta de repetibilidade.

Na busca pelo método mais adequado, foram encaminhadas alíquotas dos mesmos materiais para os laboratórios Puriquima, Nomos Laboratório e CETEC da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), os quais utilizaram os respectivos

métodos de análise: AAS e ICP e FRX de pós-prensados. A avaliação dos resultados obtidos indicou que as determinações por meio da técnica de espectrometria por fluorescência de raios X de pastilhas prensada, após devida recalibração, apresentavam-se como a mais consistente.

Verificou-se, ainda, que face a natureza das amostras, o conjunto de óxidos a serem analisados poderia ser restringido, procedimento que foi aplicado nas análises dos produtos relativos aos ensaios de atrição e complementares.

4.5 CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO

A realização desta atividade compreendeu a separação de frações granulométricas das amostras da mina, da unidade de beneficiamento e da fábrica por meio de peneiramento a úmido. A finalidade da individualização de tais frações foi proceder a sua análise química e, conseqüentemente, identificar as faixas de concentração dos elementos deletérios presentes nestes materiais.

A classificação por peneiramento foi efetuada em peneiras com abertura de 0,84 mm, 0,60 mm, 0,42 mm, 0,30 mm, 0,21 mm, 0,15 mm e 0,074 mm (respectivamente, 20, 28, 35, 48, 65, 100 e 200 malhas Tyler).

Após secas em estufas e pesadas, foram retiradas alíquotas de cada fração para a realização de análises químicas.

4.6 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA POR ESPALHAMENTO DE LUZ LASER DE BAIXO ÂNGULO

O desenvolvimento das análises granulométricas por espalhamento de luz laser de baixo ângulo foi restrito às amostras da unidade de beneficiamento e da fábrica. O objetivo dos ensaios por LALLS foi promover o estudo comparativo entre as distribuições granulométricas destas amostras, e, ao mesmo tempo, gerar dados para o cálculo da partição dos produtos do processo de beneficiamento. Desta forma, optou-se pelo emprego da técnica LALLS em função da sua alta resolução e maior precisão em análises de materiais muito finos, abaixo de 0,074 mm.

Os estudos foram realizados em equipamento da marca *Malvern*, modelo *Mastersizes S*. Devido à diferença de granulação entre as amostras, foi necessário o emprego de diferentes lentes e alimentadores, cada qual mais adequado a uma determinada faixa de distribuição.

A alimentação das amostras Grossos e Minas-Rio foi realizada por meio do acessório *free-fall*, que promove a passagem do material diante do laser por queda livre. As demais amostras (Alimentação, Produto Final e Rejeito) foram conduzidas a frente do feixe de raios laser por meio do alimentador *MS-17*, o qual promove a circulação do material em suspensão aquosa bastante diluída.

A lente analisadora de 1000 mm, com limites de detecção entre 4 e 3500 μm , foi utilizadas na execução de todas as análises efetuadas, sendo que, no caso da amostra Rejeito, foi necessário o emprego complementar da lente de 300 mm, a qual apresenta limite de detecção inferior de 0,05 μm .

4.7 SEPARAÇÃO MINERAL POR LÍQUIDOS DENSOS

O objetivo da realização dos ensaios em meio denso foi promover a separação do quartzo ($\rho = 2,65 \text{ g/cm}^3$) das fases minerais com densidades superiores à dele e, conseqüentemente, concentrar os minerais pesados presentes nas amostras estudadas. Os ensaios de separação foram realizados sobre todas as amostras da mina e da unidade de beneficiamento, considerando-se apenas a fração de material retida em 0,074 mm.

Dentro de um funil de separação, foram misturados o líquido denso com a subamostra (+0,074 mm). Após uma pequena agitação, logo houve a segregação das partículas mais densas no fundo do recipiente, as quais puderam ser recolhidas em um bquer por meio da abertura da torneira do funil. A agitação da mistura foi repetida três vezes para garantir a efetiva separação entre os grãos minerais. O material que permaneceu flutuado, representante do produto livre dos minerais pesados, foi recuperado posteriormente pela parte superior do funil.

As separações se procederam em duas etapas, na primeira utilizou-se como líquido denso o tetra-bromo-etano ($\rho = 2,95 \text{ g/cm}^3$). O produto afundado desta separação seguiu

para a segunda etapa, onde foi utilizado o di-iodeto de metileno ($\rho = 3,30 \text{ g/cm}^3$). Novamente, se obteve um produto afundado e um flutuado.

Portanto, ao final desse ensaio foram individualizados três produtos, assim denominados: *+0,074 mm flutuado* (produto flutuado da primeira etapa, $d < 2,95$), *+0,074 mm intermediário* (produto flutuado na segunda etapa, $2,95 < d < 3,30$) e *+0,074 mm afundado* (produto afundado na segunda etapa, $d > 3,30$). As alíquotas derivadas destes produtos foram encaminhadas para análises químicas e mineralógicas

4.8 SEPARAÇÃO MINERAL MAGNÉTICA EM *FRANTZ*

A execução dos ensaios de separação magnética apresentou como principal objetivo a retirada das micas presente nas amostras da mina e da unidade de beneficiamento, bem como de possíveis outros minerais paramagnéticos. Face às características das amostras estudadas, os ensaios de separações magnéticas ficaram restritos à fração granulométrica compreendida entre 0,84 e 0,074 mm.

Os ensaios foram realizados em separador magnético do tipo *Frantz*, modelo de barreiras, em três diferentes condições de amperagem e a inclinação da calha: 0,75A/15°, 1,5A/15° e 1,5A/5°.

Ao final das separações foram obtidos quatro produtos: o não magnético, representativo da areia isenta dos minerais micáceos e demais paramagnéticos, e os produtos magnéticos segundo as diferentes configurações mencionadas. Para fins de análise química, optou-se pela composição dos produtos magnéticos frente à pequena massa de material disponível.

As alíquotas provenientes destes ensaios foram encaminhadas à análise química sob as seguintes denominações: *-0,84+0,074mm magnético* e *-0,84+0,074mm não magnético*.

4.9 MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA

As observações realizadas ao microscópio estereoscópico (lupa binocular) tiveram a finalidade de fornecer uma análise qualitativa preliminar sobre a composição

mineralógica dos produtos *+0,074mm afundado* dos Sítios 01 a 05, com o intuito de nortear a realização dos demais procedimentos de análise mineralógica.

Os procedimentos envolvidos foram muito simples e compreenderam a observação direta das alíquotas sob aumento de 64X.

4.10 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

A difratometria de raios X pelo método do pó foi efetuada nos produtos “afundados” da separação por líquidos densos (*+0,074mm afundado* dos Sítios 01 a 05) com o objetivo de confirmar e complementar as observações realizadas ao microscópio estereoscópico, com particular enfoque aos minerais portadores de alumínio.

Devido a pouca massa dos produtos analisados, procedeu-se a moagem manual das alíquotas em almofariz de ágata. Pelo mesmo motivo, a montagem das amostras de análise exigiu que o material pulverizado fosse fixado a um substrato de vidro, posteriormente preso a um suporte metálico.

O equipamento utilizado no decorrer das análises foi um difratômetro MPD 1880 da marca Philips, com tubo de cobre (CuK_α) operando a 40kV e 50mA. A faixa angular foi de 2,5 a 80° 2 θ , com passo de 0,04° de 2 θ em tempos de 2 segundos. As fases minerais foram identificadas com o auxílio do programa IDENTIFY, que utiliza a base de dados PDF-1 do ICDD, atualizada até 1996.

4.11 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

O principal objetivo das observações ao MEV foi identificar as eventuais fases minerais portadoras de alumínio, responsáveis pelo alto teor de Al_2O_3 remanescente nos produtos “flutuados” das separações minerais, os quais esperava-se serem constituídos essencialmente por quartzo.

Os procedimentos envolveram a utilização de um espectrômetro de dispersão de energia acoplado ao MEV, o que possibilitou a determinação adicional dos elementos químicos presentes. É importante notar que as análises realizadas por EDS foram essencialmente

qualitativas (com caráter indicativo), uma vez que executadas de forma puntual, sobre montagens de grãos.

Além da observação sistemática dos produtos *+0,074mm flutuado* dos Sítios 01 a 05, também foram realizadas análises complementares sobre amostras dos minerais pesados dos mesmos sítios (produtos *+0,074mm afundado*).

Todas as amostras analisadas passaram pelo mesmo procedimento de preparação. Os grãos minerais foram fixados em um suporte por meio de uma fita adesiva dupla face de carbono e recobertos por uma fina película de carbono em um evaporador da marca Bal-Tec. As análises foram efetuadas em MEV da marca LEO, modelo S440, com sistema de EDS da marca Oxford, modelo Isis 300.

4.12 ENSAIOS DE ATRIÇÃO

A finalidade dos ensaios de atrição foi verificar o comportamento das impregnações superficiais quando submetidas a esforços de atrição, tendo por objetivo avaliar a diminuição dos teores de Al_2O_3 e, conseqüentemente, a possibilidade de se produzir um concentrado de SiO_2 dentro das especificações requeridas.

Os ensaios foram efetuados em célula de atrição de laboratório da marca Denver, modelo D12, com massas da ordem de 750g por ensaio (60% de sólidos) a uma rotação das hélices de 1550 rpm. Os tempos de atrição de 3, 6 e 12 minutos, em condições de pH normal e pH básico. Nos ensaios com pH básico foi utilizada uma solução diluída a 2% de NaOH de forma a se obter pH ao redor de 9,5.

Foram estudadas todas as amostras da mina e a amostra Alimentação da unidade de beneficiamento, as quais foram previamente classificadas abaixo de 1,68 mm para a remoção da fração retida, constituída essencialmente por fragmentos cimentados com elevados teores de Fe_2O_3 e Al_2O_3 .

As condições adotadas na realização dos ensaios são apresentadas na Tabela 6.

Tabela 6 - Condições operacionais dos ensaios de atrição

Amostra	Tipo de ensaio	Tempo de atrição (minutos)	Adição de NaOH 2% (g/t)	pH	
				inicial	final
Sítio 01	A	3	-	6,1	-
	AS	3	39	6,1	9,8
	B	6	-	6,1	-
	BS	6	42	6,1	9,5
	C	12	-	6,0	-
	CS	12	42	6,0	9,6
Sítio 02	A	3	-	7,0	-
	AS	3	13	7,0	10,3
	B	6	-	6,7	-
	BS	6	26	6,4	10,7
	C	12	-	6,5	-
	CS	12	10	6,5	12,0
Sítio 03	A	3	-	6,2	-
	AS	3	13	6,5	9,9
	B	6	-	6,4	-
	BS	6	13	6,3	9,7
	C	12	-	6,3	-
	CS	12	13	6,3	9,8
Sítio 04	A	3	-	6,0	-
	AS	3	16	6,0	9,8
	B	6	-	6,2	-
	BS	6	13	6,2	9,7
	C	12	-	6,1	-
	CS	12	18	6,6	9,7
Sítio 05	A	3	-	6,2	-
	AS	3	26	6,2	9,6
	B	6	-	6,2	-
	BS	6	29	6,2	9,6
	C	12	-	6,2	-
	CS	12	26	6,2	9,5
Alimentação	A	3	-	6,8	-
	AS	3	21	6,8	10,2
	B	6	-	6,8	-
	BS	6	18	6,8	9,9
	C	12	-	6,7	-
	CS	12	21	6,7	9,8

Os produtos obtidos foram classificados por peneiramento a úmido acima de 0,074 mm, secos em estufa à temperatura de 100°C e encaminhados para análise química sob a identificação de $-1,68+0,074mm$ atricionado.

Adicionalmente, os produtos CS (12 minutos de atrição em pH alcalino) dos sítios 01 ao 04 foram compostos gerando uma única amostra, identificada como Comp-CS. Este material foi submetido a um fracionamento granulométrico por peneiramento a úmido e posterior análise química das frações individualizadas.

4.13 ENSAIOS COMPLEMENTARES

Tendo em vista o conteúdo ainda expressivo de Al_2O_3 nos produtos da atrição, essencialmente associado aos minerais micáceos remanescentes, foram realizados ensaios exploratórios de classificação por elutriação e separação eletrostática, ambos efetuados a partir da amostra Comp-CS, mencionada anteriormente. O objetivo foi promover a remoção seletiva dos minerais micáceos presentes e, conseqüentemente, minimizar ao máximo o teor de Al_2O_3 .

O desenvolvimento destas atividades ocorreu de acordo com os procedimentos abaixo:

- Elutriação: agitação intensa do material, seguida por um pequeno período de sedimentação e remoção da porção superior da coluna por sifonagem. O produto sedimentado deve compreender o material isento dos minerais micáceos sobrenadantes, teoricamente removidos.
- Separação eletrostática: foram gerados dois produtos a partir dos ensaios realizada em separador de alta tensão da marca Eriez. O produto não condutor, teoricamente representante do material isento dos minerais micáceos, e o produto condutor.

Também foi cogitada a possibilidade de realização de ensaios de flotação para remoção dos minerais micáceos remanescentes, no entanto, em função da insuficiência de amostras e do escopo do presente trabalho, entendeu-se que tais ensaios deveriam permanecer como sugestão para eventuais estudos futuros.

5 RESULTADOS DOS TRABALHOS DE CAMPO - AMOSTRAGEM

Neste capítulo são apresentadas as informações relativas à mina de quartzito de Itutinga e à unidade de beneficiamento de minério de Nazareno, com enfoque nos critérios de amostragem utilizados. Adicionalmente, aborda-se, também, a amostragem da areia atualmente empregada na fabricação de SiC-verde, realizada na unidade operacional de Barbacena, MG.

5.1 A MINA PONTE ALTA

Os depósitos de quartzito friável da Serra do Ouro Grosso foram por muitos anos explorados por diversas pequenas lavras predatórias, dentre as quais se destacava a chamada Mina Ponte Alta; a qual, desde a década de oitenta, fornece areia industrial para as empresas da região.

No ano de 1999, após adquirir os seus direitos minerários, a *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos* passou a operar a Mina Ponte Alta, a qual, compreende uma cava a céu aberto de geometria elíptica, com, aproximadamente, 500 m de comprimento e 200 m de largura. O eixo maior encontra-se orientado na direção E-W. O desnível atual entre o piso inferior da cava e o topo da primeira bancada é da ordem de 60 m. Nesta profundidade, o nível freático aflora e forma um pequeno curso d'água, o qual é drenado por meio de um canal.

Localizada no município de Itutinga, MG, a referida mina encontra-se a 100 km da unidade industrial de Barbacena e a 18 km de unidade de beneficiamento de minério de Nazareno. O acesso à mina é realizado a partir da rodovia BR265, km 314, pela estrada Itutinga-Carrancas, na qual se percorre cerca de 5 km.

A Figura 9 apresenta, o mapa topográfico da região, as vias de acessos à mina e a localização do decreto de lavra da área objeto de estudo (a leste). A área menor assinalada (a oeste) referente a um segundo decreto de lavra que permanece ainda inexplorado.

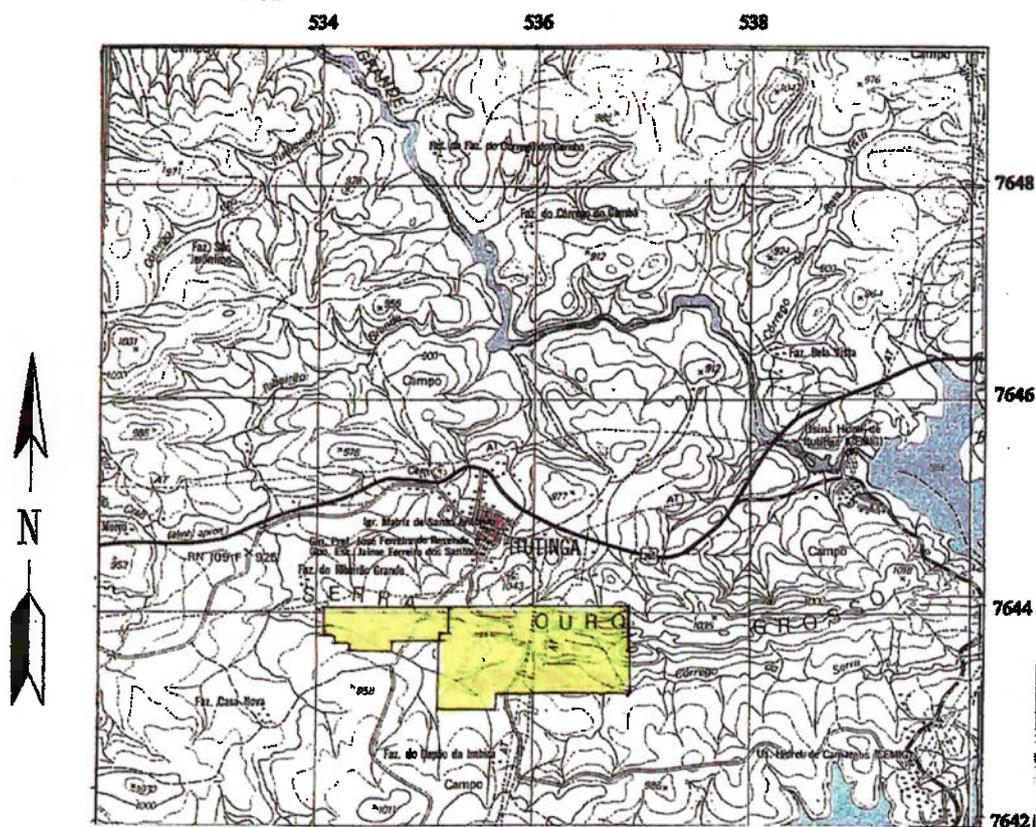


Figura 8 - Mapa de localização da Mina Ponte Alta, base topográfica da região e as áreas referentes aos decretos de lavra da *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos* em Itutinga.

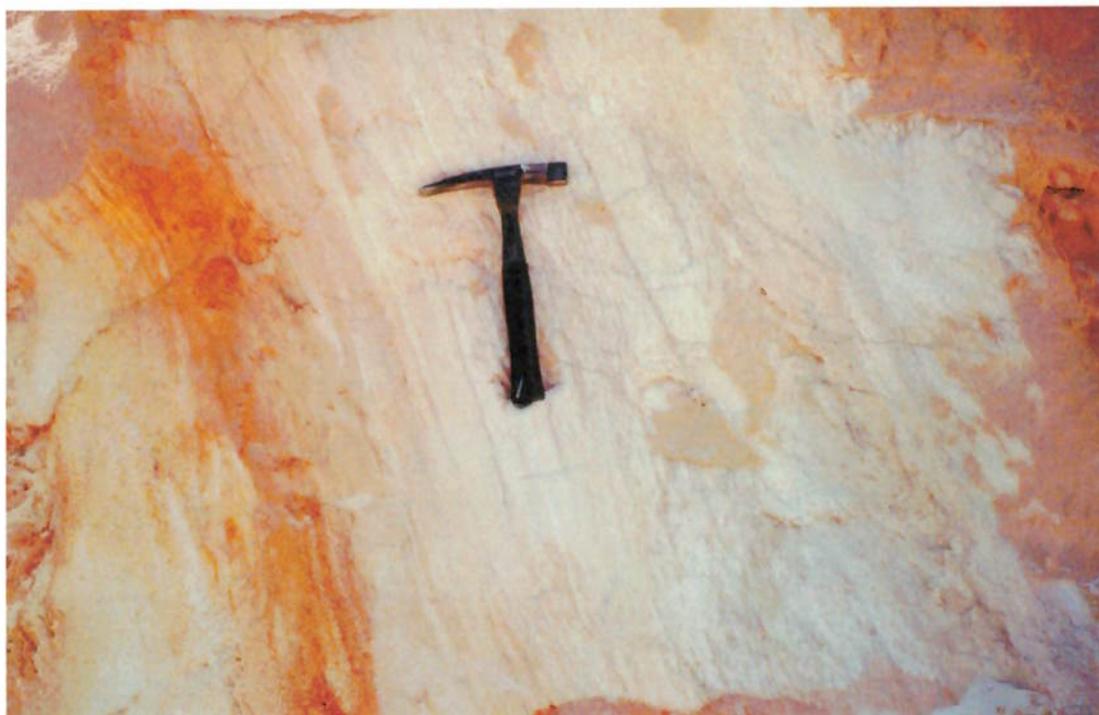
5.1.1 Características geológicas do depósito

A rocha aflorante em toda a extensão da cava pode ser descrita, essencialmente, como um quartzito micáceo friável, apesar de certas variabilidades observadas. Na porção norte da mina, afloram quartzitos sercíticos, amarelados, finos a muito finos, enquanto que a sul, ocorrem mica-xistos (metapelitos) de coloração vermelha amarronzada⁸.

Segundo uma observação mais abrangente, é possível individualizar no pacote quartzítico porções com diferentes colorações, as quais variam de extremamente brancas a parcialmente avermelhadas. Reduzindo-se a escala e aproximando-se das bancadas, nota-se ainda uma nítida variação no grau de friabilidade da rocha, independentemente da sua coloração. Finalmente, na escala de mão, o quartzito demonstra-se também heterogêneo, principalmente, com relação à granulação dos

⁸ O anexo 1 apresenta um mapa geológico de toda a área abrangida pelo decreto de lavra leste,

minerais (mica e quartzo) e à quantidade de minerais micáceos presentes. Localizadamente, observa-se, também, impregnações pervasivas e vênulas preenchendo fraturas, constituídas por óxidos de ferro e materiais de coloração rosada ou preta. A Fotografia 5 destaca o quartzito em detalhe.



Fotografia 5 - Detalhe do quartzito, mostrando estrutura e impregnação por óxidos de ferro.

Aparentemente, as diferentes colorações do quartzito estão associadas à maior ou à menor venulação e impregnação por óxidos e hidróxidos (?) de ferro e alumínio (?), dentre outros elementos possíveis. A variação entre porções mais ou menos friáveis não parece estar exclusivamente relacionada à quantidade de micas presentes na rocha, mas sim, a uma conjunção de fatores, tais como: grau de fraturamento, evolução intempérica, mineralogia etc.

A foliação regional E-W, com mergulhos de 60° a 85° para sul, repete-se em toda a área da mina. A principal estrutura observada trata-se de uma foliação milonítica, superimposta à seqüência metassedimentar, provavelmente desenvolvida ao longo de uma zona de cisalhamento. A identificação de estruturas do tipo "ss" e "sc", principalmente nas porções maciças (não friáveis) do quartzito, indicam que houve transposição de estruturas preexistentes, certamente obliteradas nos locais onde se

observa apenas a foliação milonítica. A presença de um complexo sistema de fraturas, invariavelmente preenchidas pelos materiais neoformados, completa o quadro estrutural da mina.

A sobreposição das estruturas mencionadas garantiu o desenvolvimento de uma efetiva permeabilidade no quartzito e, conseqüentemente, um intenso fluxo de fluídos por processos supérgenos. Provavelmente, essa característica, associada à presença dos minerais micáceos, permitiu o enfraquecimento da estrutura interna da rocha, tornando-a friável e passível de ser aproveitada como uma fonte natural de areia industrial.

Contudo, supõe-se que, da mesma forma, os processos supérgenos foram responsáveis pela neoformação dos materiais que são observados preenchendo fraturas e disseminados de modo pervasivo na foliação do quartzito, compostos por óxidos e hidróxidos de elementos deletérios, prejudiciais à qualidade da areia para o seu uso na fabricação de SiC.

5.1.2 Planejamento de lavra

A simplicidade da geologia da mina, a qual encontra-se totalmente inserida no grande pacote de quartzito friável, facilita a separação entre os corpos de minério e estéril. Na ocasião dos trabalhos de campo e, ainda hoje, os únicos critérios utilizados nesta separação são avaliados de forma absolutamente empírica:

- Coloração.
- Friabilidade.
- Porcentagem de finos (lama) do material.

As faixas não friáveis (maciças) do quartzito são diretamente consideradas estéreis. Os materiais que, frente ao processo de beneficiamento, produzam, visualmente, uma “maior” quantidade de finos podem ser classificados como estéreis ou minérios marginais de baixo teor. O critério coloração é utilizado para classificar o quartzito por meio das variações de tonalidades entre o branco (minério de melhor qualidade) e o bastante avermelhado (estéril). As colorações intermediárias representam minérios mais ou menos impuros.

Conforme os parâmetros acima, o planejamento das operações de lavra na Mina Ponte Alta para o ano 2000, separava as áreas do depósito em cinco corpos distintos, delimitados por sua coloração (numeração estabelecida pelo autor):

- Corpo 1: minério avermelhado, impuro, localizado no extremo leste da mina.
- Corpo 2: minério branco, puro, localizado no centro-leste leste da mina.
- Corpo 3: minério rosado, impuro, localizado no centro-sudoeste da mina.
- Corpo 4: minério marginal esbranquiçado (alta quantidade de finos), localizado no centro-noroeste da mina.
- Corpo 5: estéril rosado (muito alta quantidade de finos), localizado no extremo oeste da mina.

Os quartzitos sericíticos e os mica-xistos são considerados apenas como rochas encaixantes e não são classificados segundo os critérios mencionados. A Figura 9 apresenta o mapa geológico da mina e as áreas referentes às porções amostradas nos cinco corpos citados.



Figura 9 - Mapa geológico e topográfico da mina mostrando os sítios de amostragem. Modificado de Ribeiro & Fiumari (1999).

O planejamento da lavra busca, essencialmente, assegurar a demanda de minério, em função do consumo de areia beneficiada pela unidade industrial de Barbacena. Contudo, a operação da mina é realizada de forma empírica, sem um controle geotécnico, geológico e químico permanente. Desta forma, não são realizadas análises químicas dos materiais dispostos nas frentes de lavra e a seleção das bancadas a serem lavradas ou desenvolvidas é realizada de modo, exclusivamente, visual.

Toda a extensão do corpo de quartzito da mina é classificada como rocha branda, o que torna o desmonte um procedimento extremamente simplificado. Contudo, em alguns pontos, ocorrem faixas estreitas de quartzito maciço, com 5 a 15 metros de espessura, intercaladas no minério. Estes corpos de material estéril podem prejudicar os trabalhos de lavra ou desenvolvimento, uma vez que, normalmente, são deixados *in situ*. Nas operações de desmonte utiliza-se apenas um trator de esteira com escarificador, dispensando-se completamente o emprego de explosivos.

Para as operações de carregamento e transporte do minério utiliza-se uma pá-carregadeira de médio porte e quatro caminhões basculantes comuns, os quais transportam o minério lavrado até a unidade de beneficiamento de Nazareno.

Devido à inexistência de uma balança, a produção da mina é medida pelo número de viagens dos caminhões, a qual é da ordem de 7.000 t/mês de minério.

5.1.3 Amostragem

A partir da avaliação das características observadas na Mina Ponte Alta, foi elaborado um plano de amostragem, com a definição dos seguintes pontos:

- Sítios de amostragem.
- Massa mínima das amostras a serem coletadas.
- Procedimentos de coleta.

Deste modo, foram definidos cinco sítios de amostragem, diretamente associados aos cinco corpos de quartzito mencionados anteriormente. A identificação dos sítios seguiu, também, a mesma numeração utilizada na separação dos corpos de estéril e minério mencionada anteriormente (item 5.1.2), sendo assim, denominados de: Sítio 01, Sítio 02, Sítio 03, Sítio 04 e Sítio 05. É importante ressaltar que estes sítios compreendem

lotes do material desmontado das bancadas, portanto, dispostos na forma particulada (a granel). Vale lembrar que os corpos 1, 2 e 3 referem-se ao materiais constituídos por minérios, o corpo 4 representa o minério marginal de baixo teor e o corpo 5 compreende um material estéril.

A massa mínima das amostras da mina foi estabelecida com base no volume do respectivo lote a ser amostrado e na granulação do seu material constituinte. Devido às semelhanças entre os cinco sítios de amostragem, padronizou-se a massa de 150 kg como a massa mínima das amostras. Os procedimentos práticos empregados na amostragem dos lotes da mina foram descritos anteriormente no item 4.3.1.

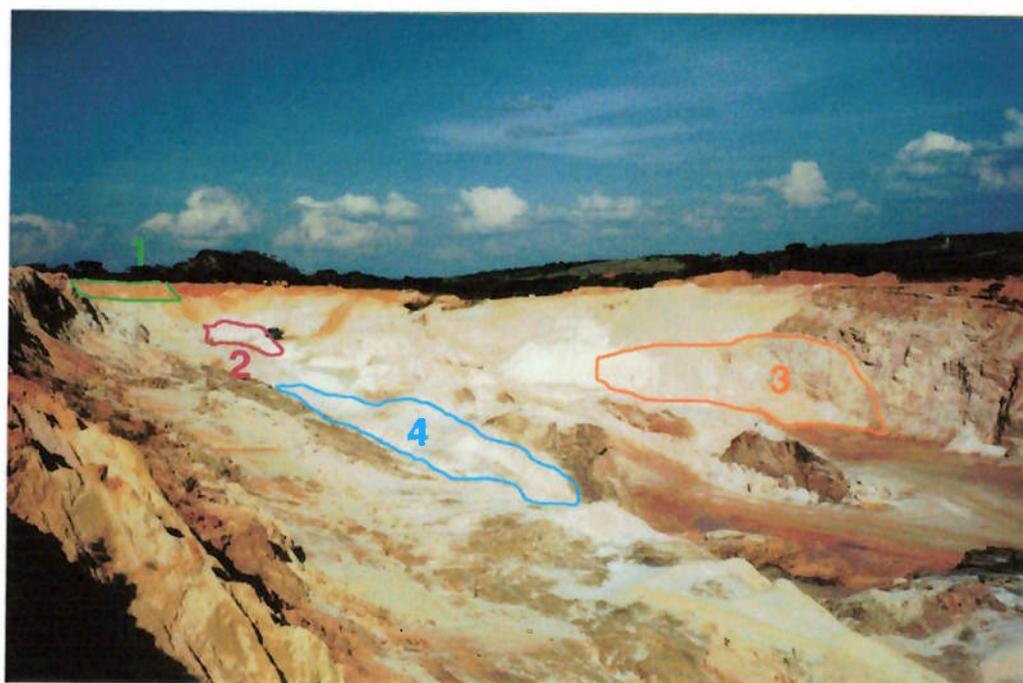
As fotografias 6 a 11, a seguir, ilustram as diferentes feições assinaladas e a localização dos sítios de amostragem da Mina Ponte Alta.



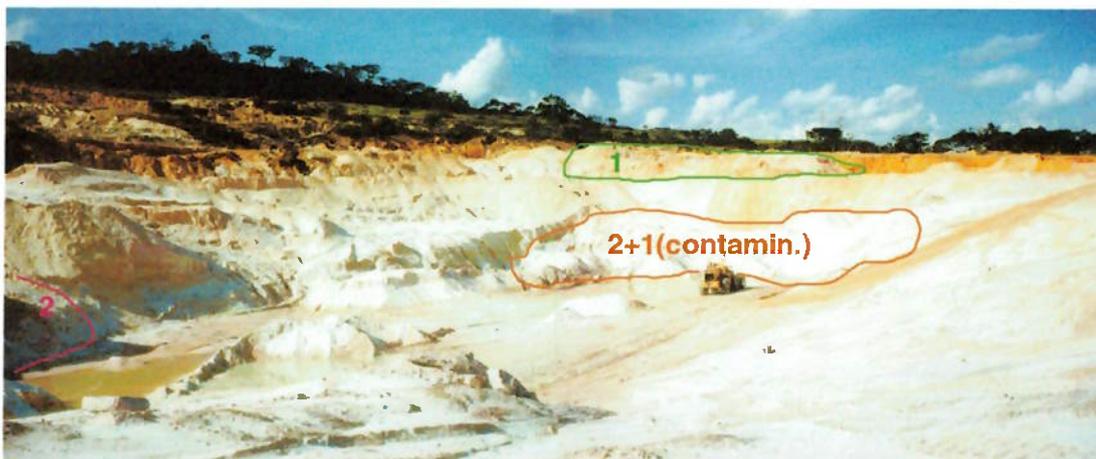
Fotografia 6 - Vista da jazida de SE para W, sítio 02



Fotografia 7 - Vista da jazida de W para E, sítio 03



Fotografia 8 - Vista da jazida de NW para E, sítios 01, 02 e 03



Fotografia 9 - Vista da jazida de SW para E, apresentando os sítios 01 e 02 de amostragem



Fotografia 10 - Vista da jazida de S para N, apresentando o local do sítio 04 de amostragem



Fotografia 11 - Vista da jazida de E para W, apresentando os locais dos sítios de amostragem 03, 04 e 05. Um pouco à direita do centro, porção não friável do quartzito não retirada da mina deixada como estéril

5.2 A UNIDADE DE BENEFICIAMENTO DE MINÉRIO

Localizada no município de Nazareno, MG, à margem da rodovia BR265, km 299, a unidade de beneficiamento de minério, trata-se, também, de uma estrutura antiga, em funcionamento há muitos anos. Suas instalações são bastante rudimentares e se encontravam em mau estado de conservação na ocasião da realização da amostragem. Apesar de incomum, a planta de tratamento ou “lavador”, como é normalmente chamada, foi montada a 18 km de Ponte Alta, exclusivamente, pela indisponibilidade de um volume adequado de água nas proximidades da mina.

O processo de beneficiamento empregado tem como objetivo exclusivo produzir uma areia limpa, dentro das especificações anteriormente citadas (seção 3.1). Deste modo, o tratamento aplicado deve, basicamente, reduzir o teor de alumínio (Fe_2O_3) e ferro (Al_2O_3) do quartzito de Itutinga, de modo a garantir a sua utilização como matéria prima na fabricação de carbetos de silício.

A alimentação do processo é realizada a partir de pilhas de homogeneização, compostas pelos diferentes tipos de minérios da mina. Como foi visto, não se dispõe de dados químicos para que a “blendagem” do minério possa seguir um determinado procedimento sistemático e reprodutivo; desta forma, utiliza-se apenas o critério visual para a formação das pilhas, ou seja, fazendo-se a proporção volumétrica (caçambas dos caminhões) entre os diferentes minérios dos corpos mencionados no item 5.1.2. O transporte do minério homogeneizado até a baía de alimentação do processo é realizado por meio de uma pá-carregadeira (Fotografias 12 e 13).



Fotografia 12 – Retomada do minério das pilhas de homogeneização.

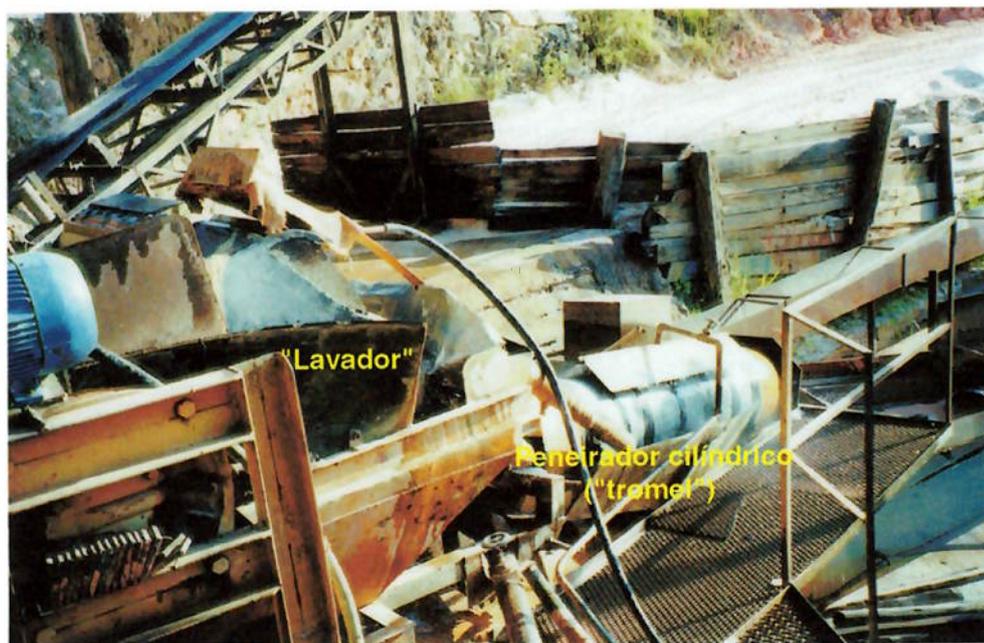


Fotografia 13 - Alimentação do processo de beneficiamento

Por gravidade, o minério acondicionado na baía de alimentação passa para uma peneira vibratória ($\frac{1}{4}$ "), na qual é classificado em 6,36 mm, ao mesmo tempo que um forte jato d'água auxilia na sua desagregação e classificação.

O material retido ($> 6,36$ mm) é removido da peneira de forma manual e acondicionado em uma pilha à parte, a qual recebe a denominação: pilha de grossos. Eventualmente, essa pilha é retomada, com o reprocessamento exclusivo da fração $>6,36$ mm.

A fração passante ($< 6,36$ mm) é encaminhada a uma peneira tubular montada sobre um *tromel*. Mediante um movimento giratório, este equipamento promove a lavagem final e a classificação do minério em $0,35$ mm (Fotografia 14).



Fotografia 14 - Beneficiamento: operação unitária de lavagem e classificação em peneira giratória.

A fração retida ($>0,35$ mm) constitui o minério limpo (areia beneficiada). No último estágio do processo, utiliza-se um transportador helicoidal para promover o desaguamento da areia, a qual, posteriormente, é conduzida por meio de uma correia transportadora até a pilha de acondicionamento do produto final (Fotografias 15 e 16).



Fotografia 15 - Desaguamento por transportador helicoidal



Fotografia 16 - Formação da pilha do produto final (areia beneficiada)

O material passante na peneira giratória ($< 0,35$ mm) representa o rejeito do processo, o qual é conduzido até os tanques de decantação (bacias de rejeito) por meio de canais. Após a decantação do material fino, este é retomado e depositado em uma pilha de rejeito (Fotografia 17).



Fotografia 17 - Pilha de rejeito

5.2.1 Amostragem

A seleção dos pontos de amostragem considerou a relevância dos materiais envolvidos em cada etapa do tratamento do minério. Desta forma, foram selecionados os quatro principais pontos do processo de beneficiamento: Alimentação, Grossos, Rejeito e Produto Final.

A massa mínima das amostras coletadas na unidade de beneficiamento foi estipulada em 200 kg, seguindo os mesmos critérios utilizados para a amostragem dos sítios da mina, ou seja, o volume do lote e a granulação do material a ser amostrado. Os procedimentos de coleta e subamostragem foram idênticos aos praticados na mina, sendo os mesmos descritos no item 4.3.1.

5.3 AMOSTRAGEM NA UNIDADE INDUSTRIAL - FÁBRICA

Cabe salientar que, na unidade industrial de Barbacena, MG, foi ainda realizada a coleta de uma amostra da areia utilizada atualmente na fabricação de SiC-verde, a qual foi identificada como Minas-Rio. No caso, efetuou-se a amostragem da pilha pulmão que abastece o processo metalúrgico. Os procedimentos envolvidos especificamente na coleta desta amostra foram diferentes daqueles praticados nas demais amostragens mencionadas, conforme descrito no final do item 4.3.1 da presente dissertação.

5.4 SUMÁRIO DAS AMOSTRAS ESTUDADAS

Conforme as considerações apresentadas e os procedimentos expostos no item 4.3.1, foi coletado um total de 10 amostras, sendo 5 amostradas na mina, 4 na unidade de beneficiamento de minério e 1 referente à areia atualmente empregada na fabricação de SiC-verde. As massas destas amostras foram determinadas no laboratório, posteriormente aos trabalhos de campo, e representam o material ainda úmido. A tabela 7 apresenta as características de cada amostra coletada.

Tabela 7 - Detalhes do trabalho de amostragem de campo.

Amostra	Local de amostragem	Amostras de campo			Massa coletada (kg)	Massa final da amostra ⁹ (kg)
		Massa mínima (kg)	Nº de incrementos coletados (balde com 8 dm ³)	Volume coletado (dm ³)		
Alimentação	Beneficiamento	200	35	280	742,0	21,2
Produto Final	Beneficiamento	200	18	144	381,6	13,3
Grossos	Beneficiamento	200	22	176	466,4	19,7
Rejeito	Beneficiamento	200	14	112	296,8	19,8
Sítio 01	Mina Ponte Alta	150	18	144	381,6	13,9
Sítio 02	Mina Ponte Alta	150	14	112	296,8	17,3
Sítio 03	Mina Ponte Alta	150	18	144	381,6	18,1
Sítio 04	Mina Ponte Alta	150	19	152	402,8	18,1
Sítio 05	Mina Ponte Alta	150	20	160	424,0	18,1
Minas-Rio	Fábrica	25	-	-	-	25,0

⁹ As amostras de campo coletadas tiveram suas massas imediatamente reduzidas por processo de subdivisão em pilha alongada, conforme os procedimentos descritos no item 4.3.1.

6 RESULTADOS DOS ESTUDOS DE CARACTERIZAÇÃO

Neste capítulo são apresentados todos os resultados obtidos a partir dos ensaios e análises propostas na seção 4.2. Os métodos e procedimentos específicos, referentes a cada atividade, foram desenvolvidos conforme as respectivas descrições apresentadas no capítulo 4.

6.1 ANÁLISE TEXTURAL

A análise textural confirmou não haver necessidade de se proceder a cominuição de nenhuma das amostras coletadas e, ao mesmo tempo, permitiu identificar as seguintes fases minerais e suas formas de ocorrência:

- quartzo: mineral de interesse, grãos naturalmente desagregados não associados a outros minerais, com granulação variando de média a muito fina;
- mica: mineral aluminoso mais abundante no quartzito, transparente a esverdeada, também ocorre de forma livre com granulação média a fina;
- cianita: mineral acessório, aluminoso, com granulação média a fina;
- aglomerados ferro-aluminosos: óxidos pretos, avermelhados, rosados, duros, amorfos, de granulação média a grossa, muitas vezes cimentando grãos de quartzo de forma muito coesa;
- argilominerais: material muito fino de coloração rosa-esbranquiçada.

Todas as amostras estudadas são constituídas por um quartzito friável. A composição mineralógica é muito similar entre as diferentes amostras da mina e pode ser considerada, em média, a seguinte: quartzo ($\pm 90\%$), micas ($>5\%$), argilominerais (5 a 10 %), cianita + óxidos de ferro (traços).

6.2 ANÁLISES QUÍMICAS

Os resultados das análises químicas das amostras: Sítio 01, Sítio 02, Sítio 03, Sítio 04, Sítio 05 (amostras da mina), Alimentação, Produto Final, Grossos, Rejeito (amostras do beneficiamento) e Minas-Rio (amostra da fábrica) são apresentados na Tabela 8 abaixo.

Tabela 8 - Análise química das amostras estudadas.

Amostra	Teor (% em massa)									
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅
MINA										
Sítio 01	97,7	1,37	0,15	0,14	0,11	<0,10	<0,10	0,060	<0,10	<0,10
Sítio 02	98,4	0,90	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	<0,10	0,025	<0,10	<0,10
Sítio 03	98,4	1,06	0,06	<0,10	<0,10	<0,10	<0,10	0,029	<0,10	<0,10
Sítio 04	95,1	1,33	0,12	<0,10	0,23	<0,10	<0,10	0,019	<0,10	<0,10
Sítio 05	95,1	2,28	0,42	0,12	<0,10	<0,10	<0,10	0,060	<0,10	<0,10
PROCESSO										
Alimentação	97,8	1,00	0,06	<0,10	<0,10	<0,10	<0,10	0,032	<0,10	<0,10
Produto Final	99,4	0,20	0,02	<0,10	0,11	<0,10	<0,10	0,020	<0,10	<0,10
Grossos	98,1	0,46	0,12	<0,10	<0,10	<0,10	<0,10	0,015	<0,10	<0,10
Rejeito	91,3	5,64	0,44	<0,10	0,42	<0,10	<0,10	0,10	<0,10	<0,10
FÁBRICA										
Minas-Rio	98,0	0,03	0,06	<0,10	<0,10	<0,10	<0,10	0,10	<0,10	<0,10

A partir da avaliação dos resultados obtidos compreende-se que:

- Todas as amostras analisadas apresentam apenas alumínio, ferro e, bem secundariamente, titânio e potássio como elementos deletérios.
- Considerando-se os teores dos principais elementos contaminantes, Al₂O₃, Fe₂O₃ e TiO₂, o material do Sítio 02 pode ser classificado como o minério de melhor qualidade da mina, enquanto o material do Sítio 05 (classificado pela empresa como estéril) apresenta efetivamente as maiores contaminações.
- O processo de beneficiamento promove uma substancial redução no conteúdo dos elementos deletérios, uma vez que os teores de Al₂O₃ e Fe₂O₃ na amostra Alimentação são bem superiores àqueles encontrados na amostra Produto Final.
- Apesar de efetivo, o processo de beneficiamento está muito aquém de produzir uma areia dentro das especificações exigidas à produção de SiC-verde. Os resultados mostram que o teor de Al₂O₃ na amostra Produto Final é de 0,20%, aproximadamente 7 vezes maior que o valor de 0,030% apresentado pela amostra Minas-Rio (utilizada atualmente no processo na produção de SiC-verde). O teor de 0,02% de Fe₂O₃ na amostra Produto Final também está acima da especificação, entretanto, a um valor bem próximo do limite máximo de 0,015%, exigido à produção de SiC-verde.

6.3 ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS

6.3.1 Amostras da Mina Ponte Alta

Os resultados das análises granulométricas por peneiramento das amostras do Sítio 01 ao Sítio 05, realizadas por meio da técnica de peneiramento, são apresentados na forma de gráficos comparativos de frequências acumuladas abaixo (Figura 10).

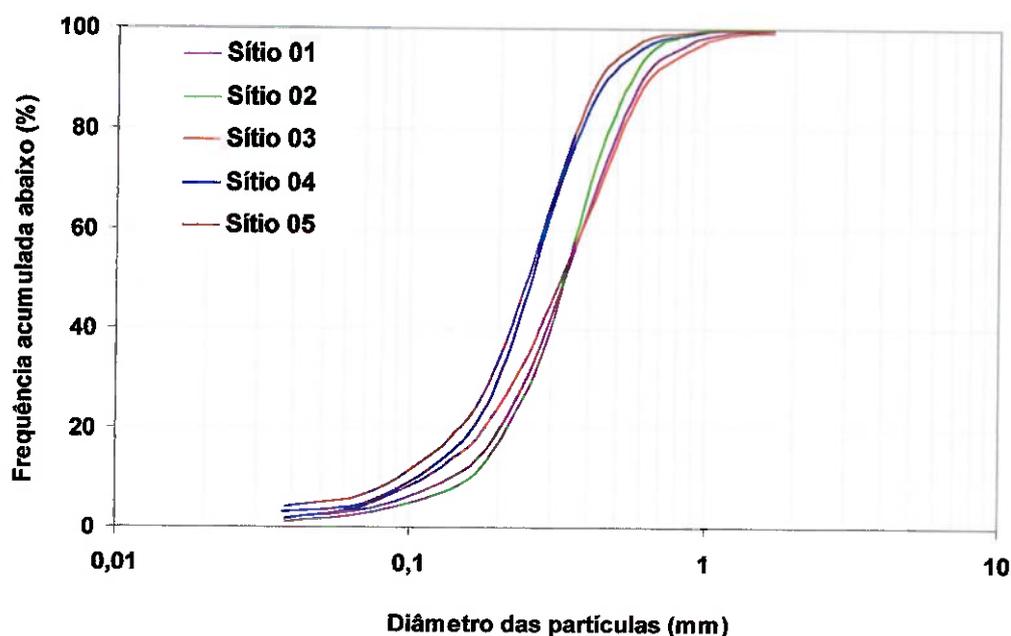


Figura 10 - Análise granulométrica por peneiramento das amostras da mina.

Os diferentes sítios amostrados apresentam um padrão de distribuição granulométrica bastante similar, contudo, o conteúdo de material fino é consideravelmente discrepante entre os diferentes sítios estudados. Em média, cerca de 83% do material das amostras se situa entre 0,84 mm e 0,15 mm. A fração mais grossa, acima de 0,84 mm, representa em torno de 2%, enquanto as mais finas, abaixo de 0,15 mm, perfazem 15% da média das massas¹⁰ das amostras.

¹⁰ Os valores fornecidos pela técnica de peneiramento representam as porcentagens em massa do material.

6.3 ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS

6.3.1 Amostras da Mina Ponte Alta

Os resultados das análises granulométricas por peneiramento das amostras do Sítio 01 ao Sítio 05, realizadas por meio da técnica de peneiramento, são apresentados na forma de gráficos comparativos de frequências acumuladas abaixo (Figura 10).

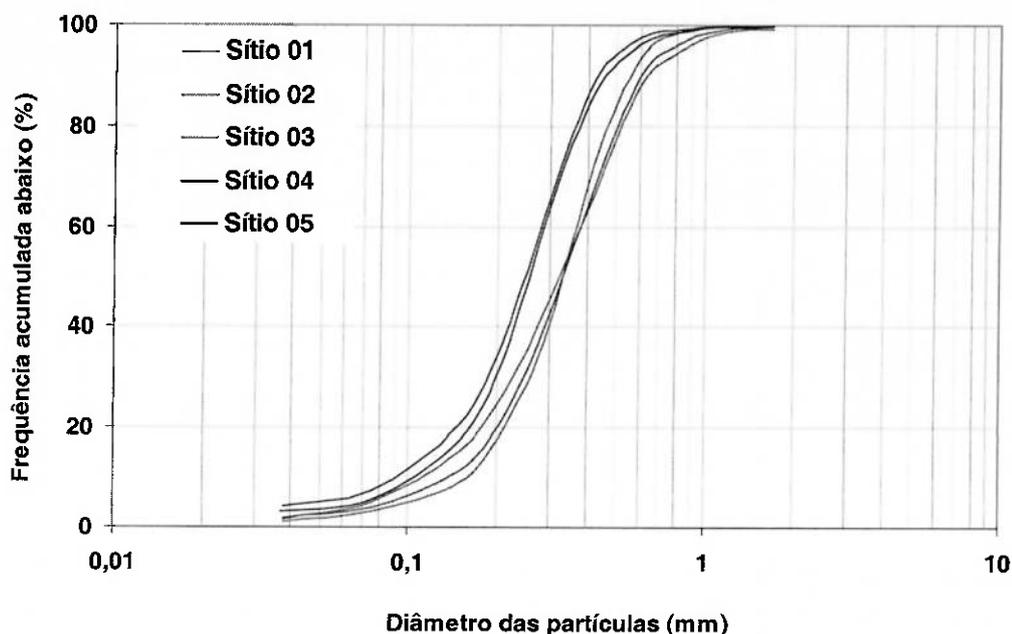


Figura 10 - Análise granulométrica por peneiramento das amostras da mina.

Os diferentes sítios amostrados apresentam um padrão de distribuição granulométrica bastante similar, contudo, o conteúdo de material fino é consideravelmente discrepante entre os diferentes sítios estudados. Em média, cerca de 83% do material das amostras se situa entre 0,84 mm e 0,15 mm. A fração mais grossa, acima de 0,84 mm, representa em torno de 2%, enquanto as mais finas, abaixo de 0,15 mm, perfazem 15% da média das massas¹⁰ das amostras.

¹⁰ Os valores fornecidos pela técnica de peneiramento representam as porcentagens em massa do material.

O Sítio 05 contém o material mais fino da mina, com 21% abaixo de 0,15 mm e apenas 0,8% acima de 0,84 mm. Comparativamente, o material do Sítio 2 possui a menor quantidade de finos, apenas 9,8% abaixo de 0,15 mm, enquanto que o Sítio 03 apresenta a maior quantidade de grossos, 4,4% acima de 0,84 mm.

6.3.1.1 Análises químicas por fração granulométrica

Abaixo, nas Tabelas 9 a 13, são apresentados os resultados das análises químicas por fração granulométrica das amostras da mina. Apesar de não constar nas tabelas, também foram analisados CaO, MnO e P₂O₅, os quais, sistematicamente, apresentaram valores abaixo do limite de detecção da técnica empregada (<0,10%).

Tabela 9 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 01

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	3,1	95,0	0,97	0,99	<0,10	0,20	0,029	<0,10	3,0	3,8	15,0	3,0
-0,84 +0,60	7,0	97,7	0,29	0,04	<0,10	0,10	0,013	<0,10	7,0	4,6	13,3	5,7
-0,60 +0,42	22,4	99,0	0,21	0,03	<0,10	<0,10	0,003	<0,10	22,7	5,9	2,2	14,6
-0,42 +0,30	25,4	99,2	0,20	0,03	<0,10	<0,10	0,004	<0,10	25,8	5,1	6,2	16,6
-0,30 +0,21	20,2	98,9	0,24	0,04	<0,10	<0,10	0,010	<0,10	20,5	6,4	5,9	13,2
-0,21 +0,15	11,0	98,6	0,35	0,07	<0,10	<0,10	0,020	<0,10	11,1	5,1	3,7	8,9
-0,15 +0,074	7,4	96,7	0,95	0,19	<0,10	0,11	0,075	<0,10	7,3	8,0	6,5	13,3
-0,074	3,6	69,9	25,1	2,70	0,52	1,82	0,420	0,21	2,6	60,9	47,2	24,6
Total calculado	100,0	97,5	1,21	0,17	0,028	...	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		97,7	1,37	0,15	0,14	0,11	0,060	<0,10				

Tabela 10 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 02.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	MgO	TiO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	1,1	96,5	0,79	<0,01	<0,10	0,10	<0,10	0,040	1,07	0,94	...	1,74
-0,84 +0,60	5,2	98,7	0,13	<0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,004	5,24	0,74	...	0,83
-0,60 +0,42	20,8	98,0	0,09	<0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,000	20,9	2,05	...	0,00
-0,42 +0,30	32,1	99,3	0,08	<0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,000	32,6	2,81	...	0,00
-0,30 +0,21	20,2	99,4	0,12	<0,01	0,11	<0,10	<0,10	0,004	20,6	2,66	...	3,24
-0,21 +0,15	10,8	98,9	0,22	<0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,033	11,0	2,61	...	14,3
-0,15 +0,074	6,0	97,0	0,68	<0,01	<0,10	<0,10	0,10	0,123	5,94	4,46	...	29,5
-0,074	3,8	69,6	20,0	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,330	2,72	83,7	...	50,4
Total calculado	100,0	97,7	0,91	0,025	100,0	100,0	...	100,0
Total dosado		98,4	0,90	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,025				

Tabela 11 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 03.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (%)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	4,4	98,0	0,43	0,10	<0,10	0,13	0,012	<0,10	4,5	2,0	...	2,9
-0,84 +0,60	7,3	98,7	0,16	<0,01	<0,10	<0,10	0,010	<0,10	7,4	1,3	...	4,0
-0,60 +0,42	22,0	99,1	0,13	<0,01	<0,10	<0,10	0,006	<0,10	22,3	3,1	...	7,1
-0,42+0,30	20,8	99,2	0,11	<0,01	<0,10	<0,10	0,007	<0,10	21,2	2,5	...	7,9
-0,30 +0,21	18,3	98,9	0,13	0,01	<0,10	<0,10	0,016	<0,10	18,6	2,5	...	15,8
-0,21 +0,15	11,8	99,0	0,20	0,02	<0,10	<0,10	0,029	<0,10	12,0	2,5	...	18,4
-0,15 +0,074	10,4	97,4	0,59	0,06	<0,10	0,13	0,055	<0,10	10,4	6,6	...	30,8
-0,074	4,9	72,5	15,2	1,42	<0,10	<0,10	0,050	<0,10	3,6	79,6	...	13,2
Total calculado	100,0	97,5	0,93	0,019	...	100,0	100,0	...	100,0
Total dosado		98,4	1,06	0,06	<0,10	<0,10	0,029	<0,10				

Tabela 12 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 04.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	1,3	94,1	2,40	0,15	0,20	0,56	0,086	<0,10	1,2	1,5	...	4,1
-0,84 +0,60	2,4	93,8	0,82	0,10	0,04	0,28	0,095	<0,10	2,3	1,0	...	8,6
-0,60 +0,42	9,6	98,4	0,33	0,01	0,03	0,06	0,022	<0,10	9,8	1,5	...	8,0
-0,42+0,30	23,0	97,9	0,16	0,01	0,02	0,02	0,005	<0,10	23,4	1,8	...	4,4
-0,30 +0,21	29,0	98,4	0,16	<0,01	0,02	0,08	0,008	<0,10	29,7	2,3	...	8,8
-0,21 +0,15	17,3	96,5	0,20	<0,02	0,02	0,03	0,009	<0,10	17,4	1,7	...	5,9
-0,15 +0,074	11,6	97,3	0,60	0,06	0,04	0,11	0,034	<0,10	11,8	3,4	...	15,0
-0,074	5,7	73,5	31,5	0,66	0,54	2,52	0,212	0,26	4,3	86,9	...	45,4
Total calculado	100,0	96,2	1,25	...	0,06	0,21	0,026	...	100,0	100,0	...	100,0
Total dosado		95,1	1,33	0,12	<0,10	0,23	0,019	<0,10				

Tabela 13 - Análise química por fração granulométrica da amostra Sítio 05.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	0,8	85,8	5,23	3,22	0,10	0,78	0,210	0,09	0,7	1,8	6,6	2,9
-0,84 +0,60	1,5	88,3	1,87	0,35	<0,10	0,43	0,044	<0,10	1,4	1,2	1,4	1,2
-0,60 +0,42	8,5	97,7	0,98	0,17	<0,10	0,19	0,027	<0,10	8,8	3,7	4,0	4,1
-0,42+0,30	23,5	97,5	0,53	0,10	<0,10	0,08	0,021	<0,10	24,1	5,5	6,1	8,9
-0,30 +0,21	27,0	97,3	0,58	0,13	<0,10	0,07	0,020	<0,10	27,7	7,0	9,8	9,7
-0,21 +0,15	17,4	97,5	1,08	0,22	<0,10	0,17	0,041	<0,10	17,9	8,4	10,2	12,8
-0,15 +0,074	13,1	95,4	2,14	0,37	<0,10	0,28	0,066	<0,10	13,2	12,5	13,2	15,6
-0,074	8,2	73,3	16,4	2,18	0,18	1,69	0,304	0,25	6,3	59,9	48,6	44,9
Total calculado	100,0	95,0	2,25	0,37	...	0,27	0,056	...	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		95,1	2,28	0,42	0,12	<0,10	0,210	<0,10				

Praticamente, a totalidade das amostras estudadas apresenta teores de Al_2O_3 , Fe_2O_3 e K_2O , relativamente altos na fração mais grossa, acima de 0,84 mm (com exceção da amostra do Sítio 02, praticamente desprovida de contaminação por ferro). Os enriquecimentos observados neste intervalo são devidos ao acúmulo de minerais micáceos de granulação grossa (Al_2O_3 e K_2O) e à óxido e hidróxidos ferro-aluminosos que cimentam os grãos de quartzo, originando agregados bastante coesos.

Para todas as amostras estudadas, é muito evidente a alta concentração de alumínio e, em menor quantidade, de ferro, abaixo de 0,074 mm, bem como, o indesejável enriquecimento destes elementos já abaixo de 0,15 mm. Esse comportamento também pode ser ilustrado pelos valores da distribuição de Al_2O_3 e Fe_2O_3 nas frações analisadas.

Apesar do Sítio 05 apresentar o maior conteúdo de finos, é interessante notar que o teor de Al_2O_3 na fração -0,074 mm é 16%, enquanto que no Sítio 02, para a mesma fração, o teor de Al_2O_3 é 20,0%. Comparando-se a distribuição do Al_2O_3 entre os dois sítios, verifica-se que no Sítio 02 praticamente todo alumínio (84%) está contido na fração abaixo de 0,074 mm, ao passo que, na amostra do Sítio 05 este valor é de 60% de Al_2O_3 .

A concentração de Al_2O_3 nas frações abaixo de 0,15 mm está diretamente associada à maior concentração de minerais micáceos de granulação fina e de argilominerais. O comportamento do Fe_2O_3 segue a mesma tendência do alumínio, concentrando-se nas mesmas frações, porém com menor intensidade.

6.3.2 Amostras da unidade de beneficiamento de minério e da fábrica

Os resultados da análise granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo das amostras da unidade de beneficiamento, Alimentação, Rejeito e Produto Final, são apresentados na Figura 11 sob a forma de gráficos de frequência acumulada abaixo, permitindo a comparação da distribuição¹¹ do tamanho das partículas entre as diferentes amostras estudadas.

¹¹ Os valores fornecidos pela técnica de LALLS representam as porcentagens em volume do material.

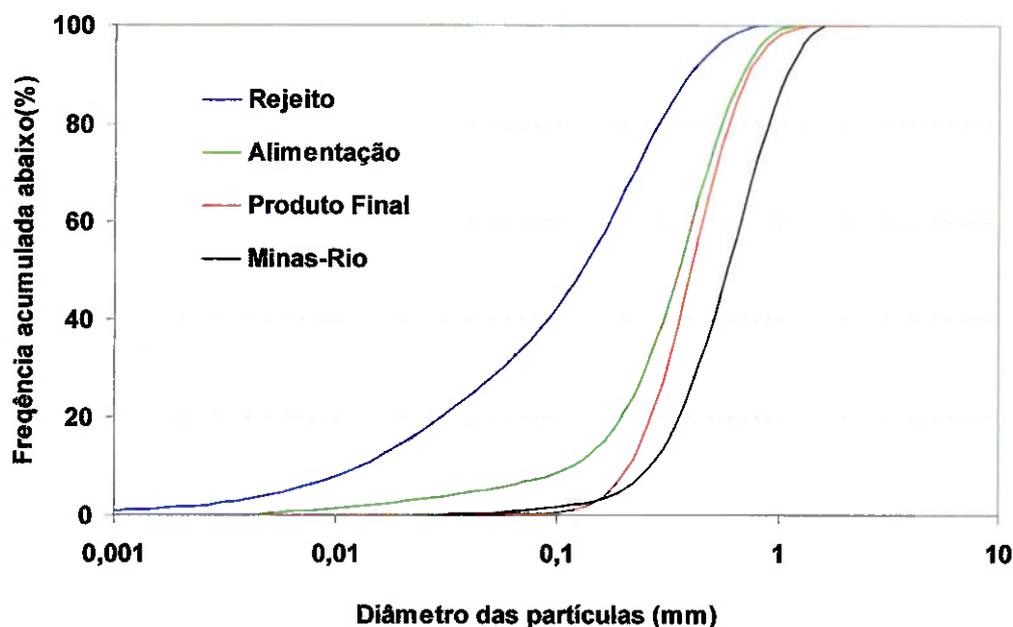


Figura 11 - Análise granulométrica por espalhamento de luz laser de baixo ângulo (LALLS) das amostras Alimentação, Rejeito e Produto Final.

A partir das distribuições das amostras Rejeito, Produto Final e Alimentação, e do respectivo ajuste da curva da Alimentação Calculada, verificou-se que a fração fina (rejeito) representa cerca de 10% em massa do total da alimentação do beneficiamento. Ao mesmo tempo, calculou-se que o corte granulométrico promovido pelo processo situa-se próximo de 0,12 mm (“ d_{50} ” da curva de partição).

Apenas com caráter comparativo, observa-se que a amostra da Minas-Rio apresenta granulação mais grossa do que a areia Produto Final.

6.3.2.1 Análises químicas por fração granulométrica

A seguir, nas Tabelas 14 a 18, são exibidos os resultados das análises químicas por fração granulométrica das amostras da unidade de beneficiamento de minério e da amostra da fábrica. Novamente, os teores de CaO, MnO e P_2O_5 ficaram abaixo do limite de detecção para a maioria dos produtos investigados, com exceção da amostra Rejeito, a qual apresenta alguns teores de CaO acima de 0,10%.

Tabela 14 - Análise química por fração granulométrica da amostra Alimentação.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	2,7	96,3	0,60	0,06	<0,10	0,12	0,010	<0,10	2,7	1,8	...	1,2
-0,84 +0,60	6,3	99,0	0,17	<0,01	<0,10	<0,10	0,016	<0,10	6,4	1,2	...	4,4
-0,60 +0,42	18,6	99,0	0,11	<0,02	<0,10	<0,10	0,001	<0,10	18,8	2,3	...	0,8
-0,42+0,30	27,9	99,3	0,10	<0,03	<0,10	<0,10	0,002	<0,10	28,4	3,1	...	2,4
-0,30 +0,21	20,4	99,0	0,13	<0,04	<0,10	<0,10	0,006	<0,10	20,6	3,0	...	5,3
-0,21 +0,15	11,9	99,0	0,19	0,01	<0,10	<0,10	0,021	<0,10	12,1	2,5	...	10,9
-0,15 +0,074	8,2	97,6	0,61	0,05	<0,10	0,11	0,072	<0,10	8,2	5,7	...	25,9
-0,074	3,9	71,1	18,1	0,83	<0,10	2,00	0,285	<0,10	2,9	80,3	...	49,0
Total calculado	100,0	97,8	0,89	0,023	...	100,0	100,0	...	100,0
Total dosado		97,8	1,00	0,06	<0,10	<0,10	0,032	<0,10				

Tabela 15 - Análise química por fração granulométrica da amostra Produto Final.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	2,2	98,1	0,99	0,10	<0,10	<0,10	0,033	<0,10	2,2	17,4	...	6,5
-0,84 +0,60	6,2	99,3	0,12	0,01	<0,10	<0,10	0,003	<0,10	6,2	5,8	...	1,6
-0,60 +0,42	24,4	99,3	0,09	<0,01	<0,10	<0,10	0,001	<0,10	24,4	17,1	...	2,2
-0,42+0,30	29,1	99,5	0,08	<0,01	<0,10	<0,10	0,001	<0,10	29,2	18,2	...	2,6
-0,30 +0,21	22,9	99,5	0,07	<0,01	<0,10	<0,10	0,004	<0,10	22,9	12,5	...	8,1
-0,21 +0,15	10,7	99,0	0,13	0,01	<0,10	<0,10	0,028	<0,10	10,7	10,8	...	26,4
-0,15 +0,074	4,1	98,3	0,23	0,05	<0,10	<0,10	0,093	<0,10	4,1	7,4	...	34,0
-0,074	0,4	86,4	3,63	0,51	<0,10	0,40	0,560	<0,10	0,3	10,7	...	18,6
Total calculado	100,0	99,3	0,13	0,011	...	100,0	100,0	...	100,0
Total dosado		99,4	0,20	0,02	0,11	<0,10	0,020	<0,10				

Tabela 16 - Análise química por fração granulométrica da amostra Grossos.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	21,1	97,6	0,81	0,37	<0,10	0,11	0,049	<0,10	20,9	45,2	...	55,3
-0,84 +0,60	11,7	99,2	0,18	0,02	<0,10	<0,10	0,006	<0,10	11,8	5,6	...	3,8
-0,60 +0,42	20,7	98,9	0,11	<0,01	<0,10	<0,10	0,000	<0,10	20,8	6,0	...	0,0
-0,42+0,30	22,7	99,0	0,10	<0,01	<0,10	<0,10	0,001	<0,10	22,8	6,0	...	1,2
-0,30 +0,21	12,7	98,8	0,14	<0,01	<0,10	<0,10	0,011	<0,10	12,8	4,7	...	7,5
-0,21 +0,15	6,6	98,4	0,22	0,02	<0,10	<0,10	0,027	<0,10	6,6	3,8	...	9,5
-0,15 +0,074	3,6	97,3	0,58	0,08	<0,10	0,10	0,067	<0,10	3,5	5,5	...	12,8
-0,074	0,9	84,2	9,79	0,58	0,21	1,29	0,207	0,18	0,8	23,1	...	9,9
Total calculado	100,0	98,4	0,38	0,09	0,019	...	100,0	100,0	...	100,0
Total dosado		98,1	0,46	0,12	<0,10	<0,10	0,015	<0,10				

Tabela 17 - Análise química por fração granulométrica da amostra Rejeito.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)								Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,60	4,5	94,2	1,69	0,38	<0,10	<0,10	0,04	<0,10	<0,10	4,8	1,2	4,3	2,3
-0,60 +0,42	8,2	97,4	0,36	0,06	<0,10	<0,10	0,01	<0,10	<0,10	9,0	0,5	1,3	1,0
-0,42+0,30	11,1	96,8	0,51	0,07	<0,10	<0,10	0,01	<0,10	<0,10	12,0	0,9	2,1	1,6
-0,30 +0,21	17,7	97,8	0,89	0,08	<0,10	0,10	0,01	<0,10	<0,10	19,5	2,5	3,6	2,0
-0,21 +0,15	34,3	96,3	1,02	0,11	<0,10	0,20	0,03	<0,10	<0,10	37,1	5,4	9,2	12,9
-0,15 +0,074	15,7	75,6	17,3	0,71	0,45	1,92	0,27	0,20	0,10	13,3	42,3	28,3	47,8
-0,074	8,4	44,9	36,0	2,41	0,53	1,85	0,34	0,21	0,14	4,3	47,3	51,3	32,4
Total calculado	100,0	89,0	6,43	0,40			0,09	...		100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		91,3	5,64	0,44	<0,10	0,42	0,10	<0,10	<0,10				

Tabela 18 - Análise química por fração granulométrica da amostra Minas-Rio.

FRAÇÃO (mm)	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,84	38,0	97,2	0,10	0,07	<0,10	<0,10	0,02	<0,10	37,5	52,9	...	7,3
-0,84 +0,60	23,3	99,8	0,05	<0,01	<0,10	0,00	0,01	<0,10	23,7	16,2	...	2,6
-0,60 +0,42	22,3	99,1	0,03	<0,01	<0,10	0,00	0,04	<0,10	22,5	9,3	...	7,9
-0,42+0,30	10,4	98,5	0,05	0,06	<0,10	0,00	0,19	<0,10	10,5	7,3	...	19,6
-0,30 +0,21	3,7	95,7	0,04	0,20	<0,10	0,00	0,57	<0,10	3,6	2,0	...	21,3
-0,21 +0,15	1,3	97,4	0,08	0,51	<0,10	0,00	1,28	<0,10	1,3	1,5	...	16,9
-0,15 +0,074	0,7	93,2	0,20	0,94	<0,10	<0,10	2,51	<0,10	0,6	1,8	...	16,6
-0,074	0,4	88,4	1,61	1,07	<0,10	0,10	1,87	<0,10	0,4	9,0	...	7,7
Total calculado	100,0	98,2	0,07	0,10	...	100,0	100,0	...	100,0
Total dosado		98,0	0,03	0,06	<0,10	<0,10	0,10	<0,10				

O tratamento atual produz uma melhora real na qualidade do minério, mesmo que insuficiente à produção do SiC-Verde (de 1,0% para 0,20% Al₂O₃). Comparando os resultados obtidos para as amostras Alimentação e Produto Final, percebe-se que a lavagem que vem sendo aplicada sobre o minério reduz substancialmente os teores de ferro e alumínio em todas as faixas analisadas.

Os teores de Al₂O₃ e Fe₂O₃ nas amostras Produto Final e Grossos torna evidente a contaminação exercida pelo material mais grosso que 0,84 mm, fato já assinalado, relacionado à presença de agregados de quartzo cimentados por oxi-hidróxidos de alumínio e ferro.

6.4 SEPARAÇÕES MINERAIS

Conforme detalhado nos itens 4.6 e 4.7, os ensaios de separação mineral (líquido denso e *Frantz*) foram precedidos pela classificação granulométrica das amostras estudadas acima de 0,074 mm. Adicionalmente, as amostras submetidas à separação magnética em *Frantz* também foram previamente classificadas abaixo de 0,84 mm.

Adiante, são apresentadas em tópicos separados as discussões dos resultados obtidos para cada um dos ensaios de separações efetuados.

6.4.1 Separações por líquidos densos

As separações minerais por líquidos densos geraram três produtos por amostra estudada:

- +0,074 mm *flutuado* ($d < 2,95 \text{ g/cm}^3$)
- +0,074 mm *intermediário* ($2,95 < d < 3,30 \text{ g/cm}^3$)
- +0,074 mm *afundado* ($d > 3,30 \text{ g/cm}^3$)

Os resultados de balanço de massa e de análise química desses produtos são apresentados, a seguir, nas Tabelas 19 e 20, respectivamente para as amostras da mina e da unidade de beneficiamento.

Tabela 19 - Separações em líquidos densos das amostras da mina.

Amostra Produto	Massa (%)	Teores (% em massa)										Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	TiO ₂	ZrO ₂	OTR	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	
Sítio 01															
<i>Flutuado</i>	96,4	98,5	0,47	0,07	<0,10	<0,10	<0,10	0,01				97,4	33,2	35,7	24,0
<i>Intermediário</i>	0,02	32,9	23,4	31,8	<0,10	0,94	1,94	2,79	0,30	0,06		0,01	0,3	3,6	1,4
<i>Afundado</i>	0,04	13,3	15,3	22,9	<0,10	0,12	0,11	37,0	5,59	2,50		0,01	0,4	5,2	36,9
<i>-0,074mm</i>	3,6	69,9	25,1	2,70	0,52	1,82	<0,10	0,42				2,6	66,1	55,4	37,7
Total calculado	100,0	97,4	1,37	0,18	0,04				100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		97,7	1,37	0,15	0,14	0,11	<0,10	0,06							
Sítio 02															
<i>Flutuado</i>	96,1	98,7	0,24	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01				97,3	23,0	76,7	17,4
<i>Intermediário</i>	0,01	45,9	41,5	2,28	<0,10	0,49	0,77	5,21	0,78	0,36		0,01	0,5	4,0	1,9
<i>Afundado</i>	0,03	10,4	8,83	3,85	<0,10	<0,10	0,15	59,0	7,08	5,68		0,00	0,2	14,2	45,6
<i>-0,074 mm</i>	3,8	69,6	20,0	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,33				2,7	76,2	5,1	35,1
Total calculado	100,0	97,5	1,00	0,01	0,04				100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		98,4	0,90	0,01	<0,10	0,06	<0,10	0,02							
Sítio 03															
<i>Flutuado</i>	95,1	98,4	0,24	0,02	<0,10	<0,10	<0,10	0,01				96,3	23,4	16,0	27,2
<i>Intermediário</i>	0,02	56,6	23,3	13,2	<0,10	1,44	0,67	2,31	0,34	0,35		0,01	0,4	2,1	1,6
<i>Afundado</i>	0,03	7,34	5,68	28,2	<0,10	0,15	<0,10	46,1	5,13	3,60		0,00	0,2	8,9	60,5
<i>-0,074 mm</i>	4,9	72,5	15,2	1,42	<0,10	<0,10	<0,10	0,05				3,7	76,1	73,0	10,8
Total calculado	100,0	97,1	0,98	0,10	0,02				100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		98,4	1,06	0,06	<0,10	<0,10	<0,10	0,03							
Sítio 04															
<i>Flutuado</i>	94,3	98,2	0,33	0,02	<0,10	<0,10	<0,10	0,01				95,7	23,9	25,9	22,5
<i>Intermediário</i>	0,01	42,1	26,3	19,5	<0,10	1,73	0,84	4,88	0,50	1,48		0,00	0,2	3,0	1,4
<i>Afundado</i>	0,03	10,0	5,07	22,8	<0,10	0,23	0,11	47,3	5,94	4,42		0,00	0,1	10,5	40,3
<i>-0,074 mm</i>	5,7	73,5	17,4	0,66	0,54	2,52	<0,10	0,21				4,3	75,8	60,5	35,8
Total calculado	100,0	96,8	1,30	0,06	0,03				100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		95,1	1,33	0,12	<0,10	0,23	<0,10	0,02							
Sítio 05															
<i>Flutuado</i>	91,7	97,5	0,73	0,13	<0,10	<0,10	<0,10	0,02				93,7	38,9	34,1	22,4
<i>Intermediário</i>	0,05	33,8	20,0	39,3	<0,10	1,25	0,21	2,96	0,19	0,21		0,02	0,4	5,9	2,3
<i>Afundado</i>	0,07	16,2	16,1	29,1	<0,10	0,42	0,09	28,7	5,28	1,46		0,01	0,5	6,8	34,7
<i>-0,074 mm</i>	8,2	73,3	16,4	2,18	0,18	1,69	<0,10	0,30				6,3	60,2	53,2	40,7
Total calculado	100,0	95,4	2,04	0,34	0,06				100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		95,1	2,28	0,42	0,12	<0,10	<0,10	0,06							

Tabela 20 - Separações em líquidos densos dos materiais da unidade de beneficiamento.

Amostra Produto	Massa (%)	Teores (% em massa)									Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	TiO ₂	ZrO ₂	OTR	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
Alimentação														
<i>Flutuado</i>	96,0	98,1	0,32	0,02	<0,10	<0,10	<0,10	0,01			97,1	30,0	28,7	17,8
<i>Intermediário</i>	0,01	46,9	20,0	18,4	<0,10	2,60	0,10	7,22	0,98	0,43	...	0,2	2,8	1,9
<i>Afundado</i>	0,04	5,00	2,13	30,7	<0,10	0,17	<0,10	54,0	4,10	1,83	...	0,1	17,1	50,6
<i>-0,074mm</i>	4,0	71,1	18,1	0,83	<0,10	2,00	<0,10	0,29			2,9	69,7	51,5	29,7
Total calculado	100,0	97,0	1,02	0,06	0,04			100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		98,1	1,00	0,06	<0,10	<0,10	<0,10	0,03						
Grossos														
<i>Flutuado</i>	99,1	97,7	0,38	0,05	<0,10	<0,10	<0,10	0,01			99,2	79,5	65,4	41,2
<i>Intermediário</i>	0,02	41,8	26,7	26,7	<0,10	0,86	0,37	3,26	0,34	0,42	...	1,3	8,2	4,5
<i>Afundado</i>	0,03	13,5	12,0	46,3	<0,10	0,23	0,14	22,8	1,43	1,42	...	0,8	19,6	43,4
<i>-0,074 mm</i>	0,9	84,2	9,79	0,58	0,21	1,29	<0,10	0,21			0,8	18,4	6,8	10,9
Total calculado	100,0	97,6	0,47	0,08	0,02			100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		98,1	0,46	0,12	<0,10	<0,10	<0,10	0,02						
Produto Final														
<i>Flutuado</i>	99,6	98,1	0,15	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01			99,7	87,9	52,5	26,9
<i>Intermediário</i>	0,01	41,2	33,4	16,9	<0,10	0,90	0,75	3,80	0,60	0,58	...	2,0	6,8	1,7
<i>Afundado</i>	0,03	11,3	10,9	25,1	<0,10	0,11	0,10	42,7	3,68	2,96	...	2,1	32,8	61,9
<i>-0,074 mm</i>	0,4	86,4	3,63	0,51	<0,10	0,40	0,22	0,56			0,3	8,1	7,8	9,5
Total calculado	100,0	98,0	0,17	0,02	0,02			100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		99,4	0,20	0,02	0,11	<0,10	<0,10	0,02						

O maior valor obtido para a soma das porcentagens em massa dos produtos *+0,074 mm intermediário* e *+0,074 mm afundado* foi verificado para o material do Sítio 05, compreendendo apenas 0,12% da massa total da amostra. Para os demais materiais estudados esse valor não ultrapassa 0,05%.

A parcela de alumínio devida, exclusivamente, à presença de minerais pesados em relação ao conteúdo total de Al₂O₃ na amostra, é de apenas 0,3% no Sítio 04 e 0,7% no Sítio 01, alcançando cerca de 1% no Sítio 05. Em valores absolutos, a porcentagem de Al₂O₃ referente aos minerais pesados contidos na fração retida em 0,074 mm varia de 0,0015% (Sítio 04) a 0,006% (Sítio 01), alcançando, no máximo, o valor de 0,01% no Sítio 05.

De modo geral, os produtos *+0,074 mm flutuado*, apresentaram valores residuais de alumínio relativamente altos, uma vez que a média da distribuição de Al₂O₃ nas

amostras dos Sítios 01 ao 04 revela que 26% do alumínio está associado a este produto. O maior teor de Al_2O_3 dos produtos *+0,074 mm flutuado* foi verificado para a amostra do Sítio 05 (0,73 %), enquanto que os sítios 02 e 03 teor de 0,24% de Al_2O_3 , o qual ainda é mais elevado que o teor da amostra Produto Final (0,20% de Al_2O_3).

A distribuição do Al_2O_3 na amostra Produto Final revela que praticamente 88% do alumínio concentra-se no produto *+0,074 mm flutuado*, uma vez que o conteúdo de finos ($<0,074$ mm) é praticamente inexistente.

Os teores relativamente elevados de Al_2O_3 , aliados aos baixos teores de K_2O e Na_2O ($<0,10\%$) verificados para todos os produtos flutuados, sugerem a presença de outras fontes de Al_2O_3 contaminantes das amostras que não os minerais micáceos e, certamente, muito mais relevantes que os minerais pesados encontrados.

Análises químicas mais detalhadas dos produtos *+0,074 mm intermediário e +0,074 mm afundado*, a partir da determinação de um maior número de óxidos, revelam concentrações secundárias de óxidos de titânio e de zircônio e, subordinadamente, de Nb_2O_5 e óxidos de terras raras, tais como, Y_2O_3 , CeO_2 , ThO_2 , Sm_2O_3 , dentre outros.

6.4.2 Separações magnéticas em Frantz

A partir das separações magnéticas em *Frantz* foram originados dois produtos por amostra estudada:

- *-0,84+0,074 mm não magnético*
- *-0,84+0,074 mm magnético*

Os resultados obtidos são apresentados nas Tabelas 21 e 22, respectivamente, para as amostras da mina e da unidade de beneficiamento.

Tabela 21 - Separação magnética em *Frantz* das amostras da mina.

Amostra Produto	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	TiO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
Sítio 01												
+0,84 mm	3,1	95,0	0,97	0,99	<0,10	0,21	<0,10	0,03	3,1	2,1	14,9	2,1
Magnético	0,6	56,7	22,9	4,50	0,41	2,93	...	2,63	0,4	10,5	14,3	41,0
Não magnético	92,7	95,7	0,36	0,05	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	93,9	23,6	22,9	20,4
-0,074 mm	3,6	69,9	25,1	2,70	0,52	1,82	<0,10	0,42	2,7	63,8	47,9	36,5
Total calculado	100,0	94,5	1,41	0,20	0,04	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		97,7	1,37	0,15	0,14	0,11	<0,10	0,06				
Sítio 02												
+0,84 mm	1,1	96,5	0,79	<0,01	<0,10	0,10	<0,10	0,04	1,1	0,9	...	1,2
Magnético	0,2	76,3	18,3	1,61	...	1,27	...	9,58	0,1	3,1	33,2	45,1
Não magnético	94,9	98,1	0,19	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	96,0	18,3	62,1	18,2
-0,074 mm	3,8	69,6	20,0	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,33	2,7	77,7	4,7	35,5
Total calculado	100,0	97,0	0,98	0,01	0,04	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		98,4	0,90	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,03				
Sítio 03												
+0,84 mm	4,4	98,0	0,43	0,10	<0,10	0,13	<0,10	0,01	4,6	1,8	4,3	1,8
Magnético	0,5	63,4	18,8	3,57	0,28	3,07	...	4,41	0,3	9,2	17,6	73,3
Não magnético	90,2	96,4	0,20	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	91,4	17,4	10,5	16,9
-0,074 mm	4,9	72,5	15,2	1,42	<0,10	<0,10	<0,10	0,05	3,7	71,6	67,6	8,0
Total calculado	100,0	95,1	1,04	0,10	0,03	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		98,4	1,06	0,06	<0,10	<0,10	<0,10	0,03				
Sítio 04												
+0,84 mm	1,2	94,1	2,40	0,15	0,20	0,56	<0,10	0,09	1,3	2,2	3,0	3,1
Magnético	0,5	57,7	23,4	3,47	0,11	5,15	...	3,39	0,3	7,9	24,9	43,8
Não magnético	92,6	94,4	0,23	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	94,0	16,0	12,7	18,8
-0,074 mm	5,7	73,5	17,4	0,66	0,54	2,52	<0,10	0,21	4,5	73,9	59,4	34,3
Total calculado	100,0	93,0	1,33	0,06	0,03	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		95,1	1,33	0,12	<0,10	0,23	<0,10	0,02				
Sítio 05												
+0,84 mm	0,8	85,8	5,2	3,22	0,10	0,78	<0,10	0,21	0,7	1,9	7,6	2,5
Magnético	1,3	59,3	21,6	5,53	...	3,38	...	2,16	0,8	13,4	21,9	43,7
Não magnético	89,7	96,8	0,44	0,05	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	92,1	19,2	15,0	14,2
-0,074 mm	8,2	73,3	16,4	2,18	0,18	1,69	<0,10	0,30	6,4	65,5	55,5	39,6
Total calculado	100,0	94,3	2,06	0,32	0,06	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		95,1	2,28	0,42	0,12	<0,10	<0,10	0,06				

Tabela 22 - Separação magnética em *Frantz* das amostras da unidade de beneficiamento.

Amostra Produto	Massa (%)	Teores (% em massa)							Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	TiO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
Alimentação												
+0,84 mm	2,7	96,3	0,60	0,06	<0,10	0,12	<0,10	0,01	2,7	1,7	2,9	0,9
Magnético	0,3	64,2	16,2	4,45		2,78		4,48	0,2	5,0	23,3	43,1
Não magnético	93,1	98,6	0,19	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	94,3	18,5	15,9	19,6
-0,074 mm	3,9	71,1	18,1	0,83	<0,10	2,00	<0,10	0,29	2,9	74,8	57,9	36,4
Total calculado	100,0	97,4	0,95	0,06	0,03	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		97,8	1,00	0,06	<0,10	<0,10	<0,10	0,03				
Grossos												
+0,84 mm	21,1	97,6	0,81	0,37	<0,10	0,11	0,00	0,05	20,9	39,0	75,0	42,0
Magnético	0,3	65,1	18,6	4,50	0,16	3,27	0,20	2,48	0,2	12,7	12,9	30,0
Não magnético	77,7	98,8	0,16	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	78,1	28,4	7,2	20,5
-0,074 mm	0,9	84,2	9,79	0,58	0,21	1,29	<0,10	0,21	0,8	19,9	4,9	7,5
Total calculado	100,0	98,3	0,44	0,10	0,02	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		98,1	0,46	0,12	<0,10	<0,10	<0,10	0,02				
Produto Final												
+0,84 mm	2,2	98,1	0,29	0,10	<0,10	<0,10	<0,10	0,03	2,3	3,9	8,7	3,3
Magnético	0,3	71,6	14,1	4,24		2,60		4,76	0,2	24,6	50,7	62,8
Não magnético	97,1	97,2	0,11	0,01	<0,10	<0,10	<0,10	0,01	97,2	63,4	32,7	24,4
-0,074 mm	0,4	86,4	3,63	0,51	<0,10	0,40	0,22	0,56	0,3	8,1	7,8	9,5
Total calculado	100,0	97,1	0,17	0,02	0,02	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado		99,4	0,20	0,02	0,11	<0,10	<0,10	0,02				

A exemplo do observado nas separações por líquidos densos, os teores de Al₂O₃ junto aos produtos não magnéticos não sofreram a redução esperada. Nas amostras da mina, os teores dos produtos +0,84-0,074 mm não magnético (praticamente isento de minerais micáceos) variam de 0,19% a 0,44% de Al₂O₃, corroborando com a sugestão da presença de uma fonte adicional de alumínio no minério, além dos minerais micáceos ou pesados.

A parcela de alumínio junto aos produtos +0,84-0,074 mm não magnético para os sítios da mina, representam de 16% a 24% do total de Al₂O₃ contido nas amostras. Para o produto final esse valor aumenta para 63% do total da amostra. Se considerada, exclusivamente, a fração acima de 0,074 mm, estes valores oscilam entre 56% e 82% para as amostras da mina e representam 69% do alumínio do produto final.

Os produtos $+0,84-0,074$ mm magnético, são constituídos essencialmente por minerais micáceos e, subordinadamente, quartzo. Análises químicas demonstram elevados teores de Al_2O_3 (14% a 23%) e, secundariamente, de Fe_2O_3 (1,6% a 5,5%), K_2O (até 3,4%) e Na_2O (até 0,4%).

6.5 ANÁLISES MINERALÓGICAS

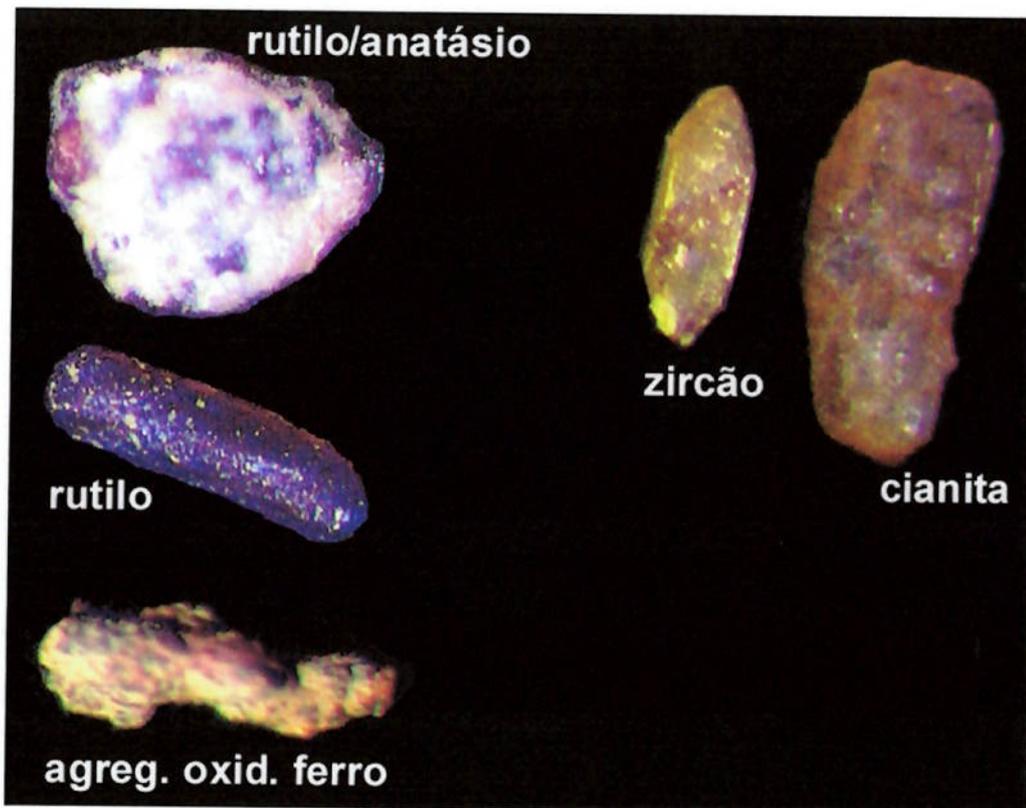
Os estudos mineralógicos que se seguem foram realizados, tanto para definir a assembléia de minerais pesados presentes, como para identificar outras eventuais fases portadoras de alumínio, conforme foi sugerido pelos resultados obtidos nos ensaios de separação mineral.

6.5.1 Minerais pesados

As análises mineralógicas dos minerais pesados presentes nas areias foram efetuadas a partir de alíquotas dos produtos $-0,074$ mm afundado dos Sítios 01 ao 05, mediante a combinação das técnicas de microscopia estereoscópica, difratometria de raios X e microscopia eletrônica de varredura, conforme os procedimentos apresentados nas seções 4.9, 4.10 e 4.11.

Os minerais identificados foram cianita, principal fase portadora de Al_2O_3 (dentre os pesados), hematita, magnetita, goethita, rutilo, anatásio, monazita, alumino-fosfatos e zircão. Os detalhes dos resultados obtidos por cada uma das técnicas citadas são apresentados na seqüência em que foram realizados.

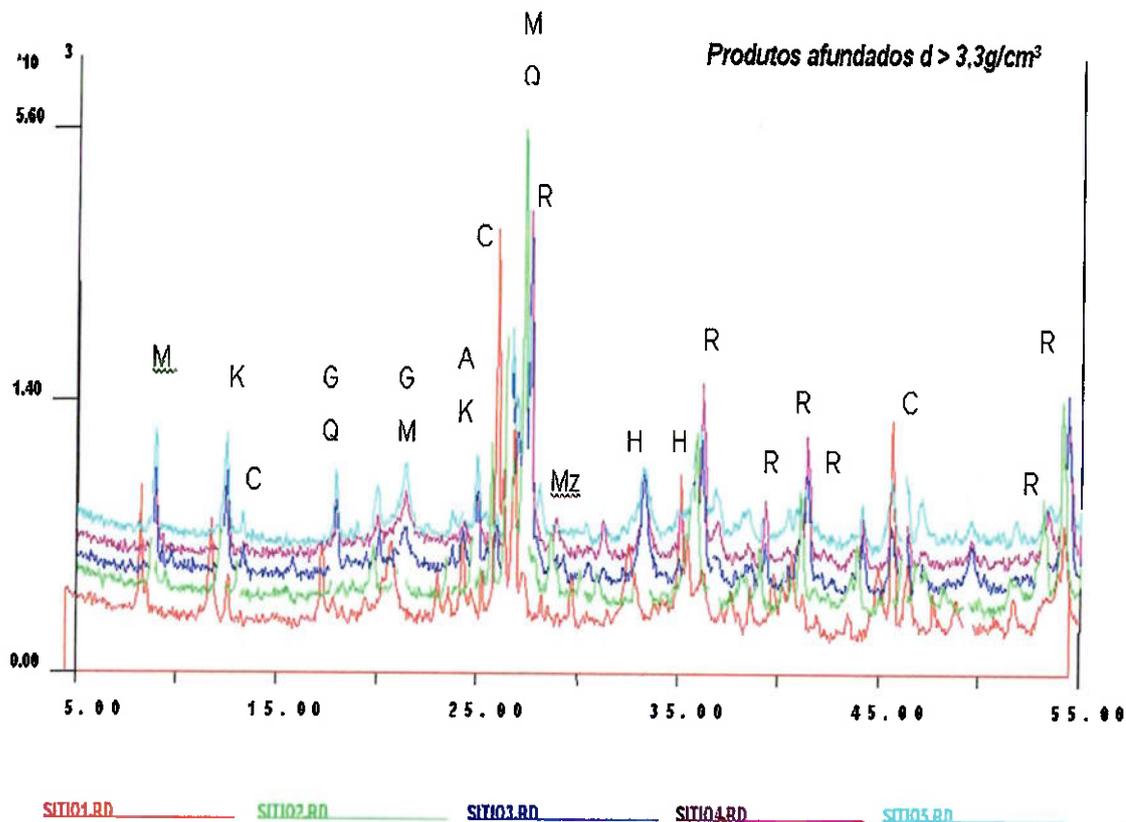
As análises ao microscópio estereoscópico envolveram a observação dos aspectos morfológicos (hábito e clivagem), bem como, do brilho e da coloração dos minerais. A realização desta análise permitiu identificar a presença de rutilo, anatásio, cianita, zircão e oxi-hidróxidos de ferro. A Fotomicrografia 1 apresenta um mosaico ilustrativo dos minerais citados.



Fotomicrografia 1 - Sítios diversos. Composição de imagens das principais fases de minerais pesados. (Sem escala por se tratar de uma composição de várias imagens)

A seguir, as análises por difratometria de raios X, não só, confirmaram a presença destes minerais, como também, revelou a presença de goethita, hematita (óxidos de ferro) e monazita, além de mica e caulinita.

Uma comparação entre os difratogramas dos cinco produtos *-0,074 mm afundado* das amostras da mina é apresentada na Figura 12, na qual estão assinalados os principais picos correlacionados às fases identificadas, indicando que a composição dos minerais pesados é praticamente a mesma para os Sítios 01 ao 05.

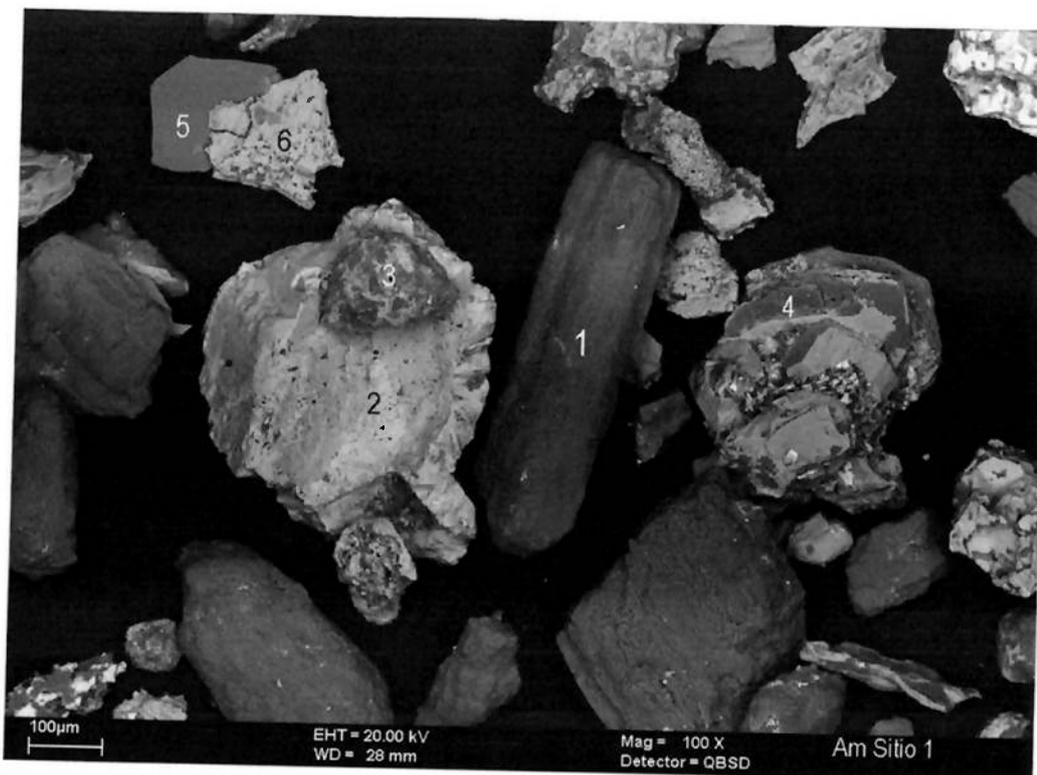


A – anatásio	H – hematita	M – mica	R – rutilo
C – cianita	K – caolinita	Mz – monazita	Z – zircão
G – goethita		Q – quartzo	

Figura 12 - Difrátogramas dos produtos $-0,074\text{ mm}$ afundado relativos às amostras dos Sítios 01 ao 05.

Por fim, a análise dos minerais pesados ao MEV possibilitou uma caracterização complementar das várias fases já citadas, além da identificação adicional de pseudomorfos de pirita e alumino-fosfatos (gorceixita/goyazita?).

As várias feições observadas são apresentadas nas Fotomicrografias 2 a 9 e respectivos espectros de EDS nas Figuras 13 e 14.



Fotomicrografia 2 – Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. Algumas das fases minerais identificadas: 1 – cianita; 2, 3 e 6 – agregados secundários com predominância de óxidos de ferro; 4 – alumino fosfato (Ca, Fe, Ba e ETR subordinados); 5 – mica

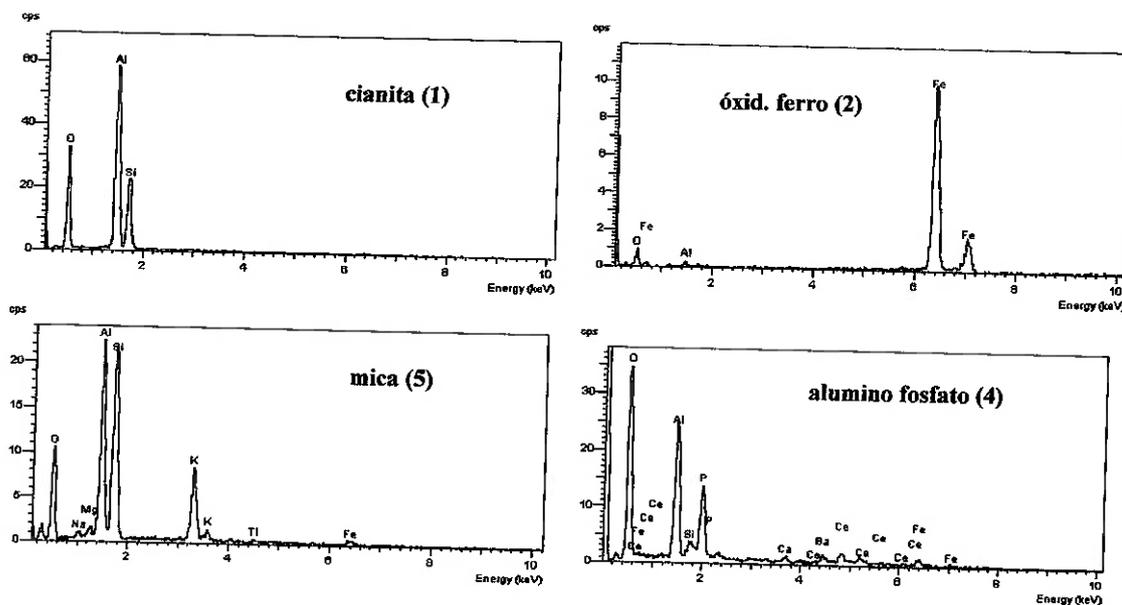
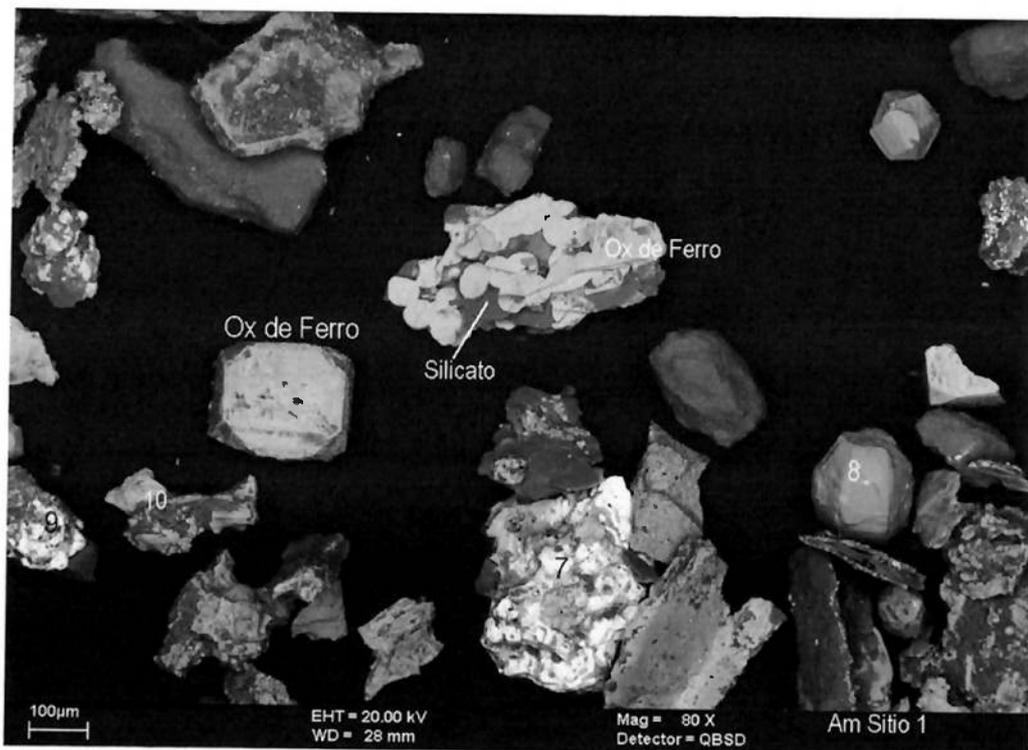


Figura 13 - Espectros de EDS referentes às fases minerais citadas na Fotomicrografia 2



Fotomicrografia 3 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. Algumas das fases minerais identificadas: 7 e 9 - fosfato de terras raras; 8 - rutilo; 9 - agregados secundários com predominância de óxidos de ferro (Al, Si, P, etc, subordinados) em associação com fosfato de terras raras (ETR).

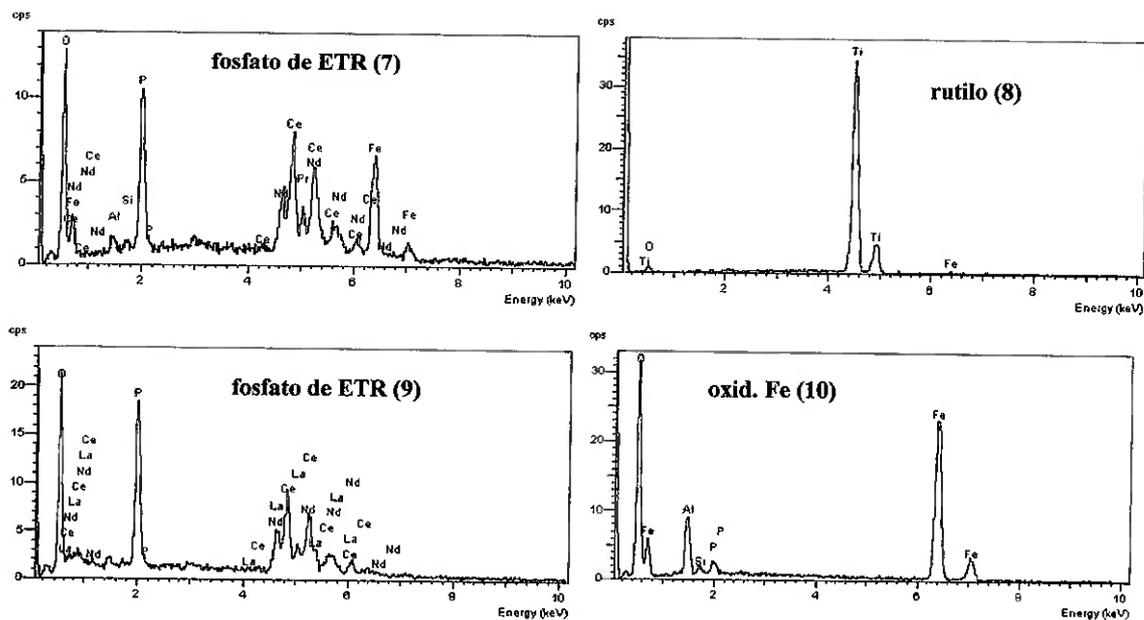
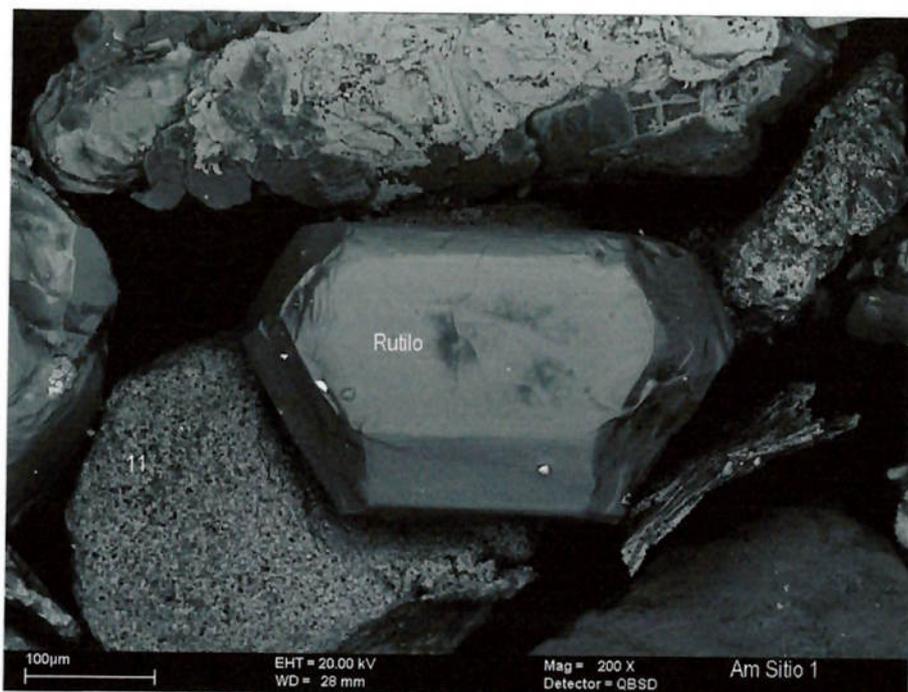
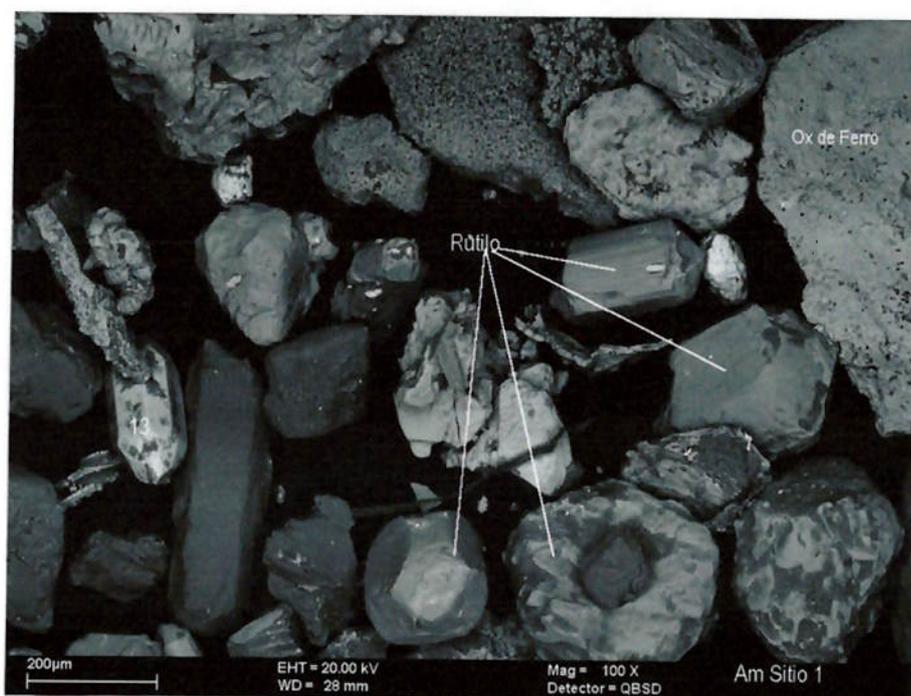


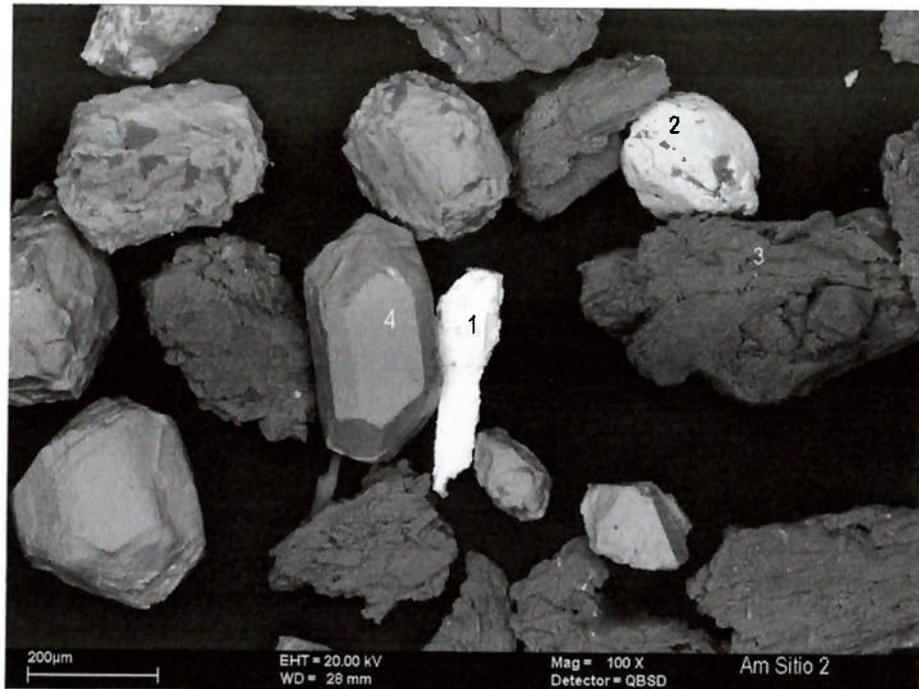
Figura 14 - Espectros de EDS referentes às fases minerais citadas na Fotomicrografia 3



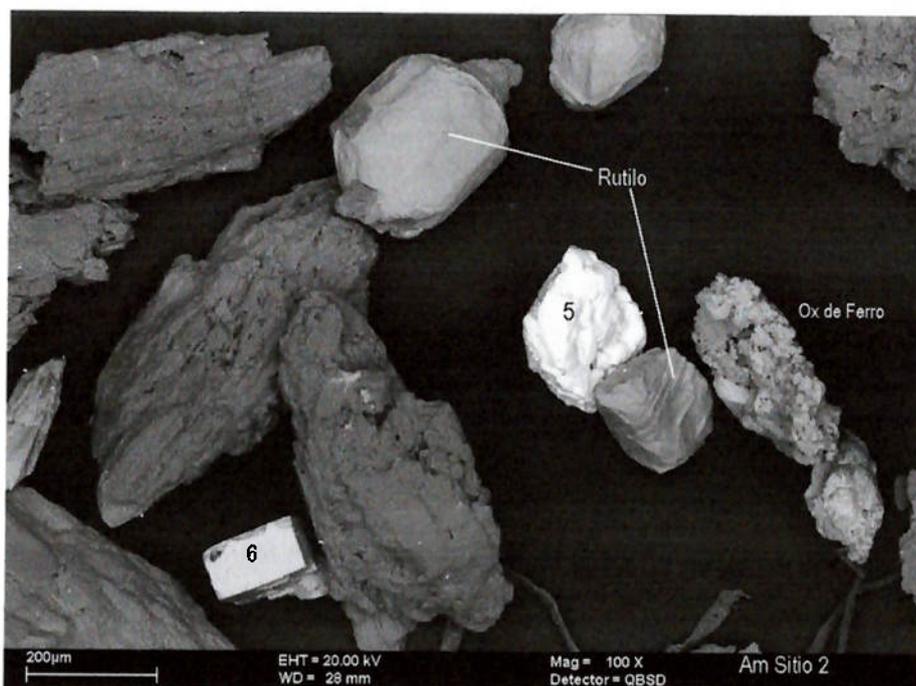
Fotomicrografia 4 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados. Agregado secundário poroso (11), com predominância de óxidos de Fe, Al e Si (P, Ti, etc, subordinados); grão de rutilo idiomórfico ao centro da imagem.



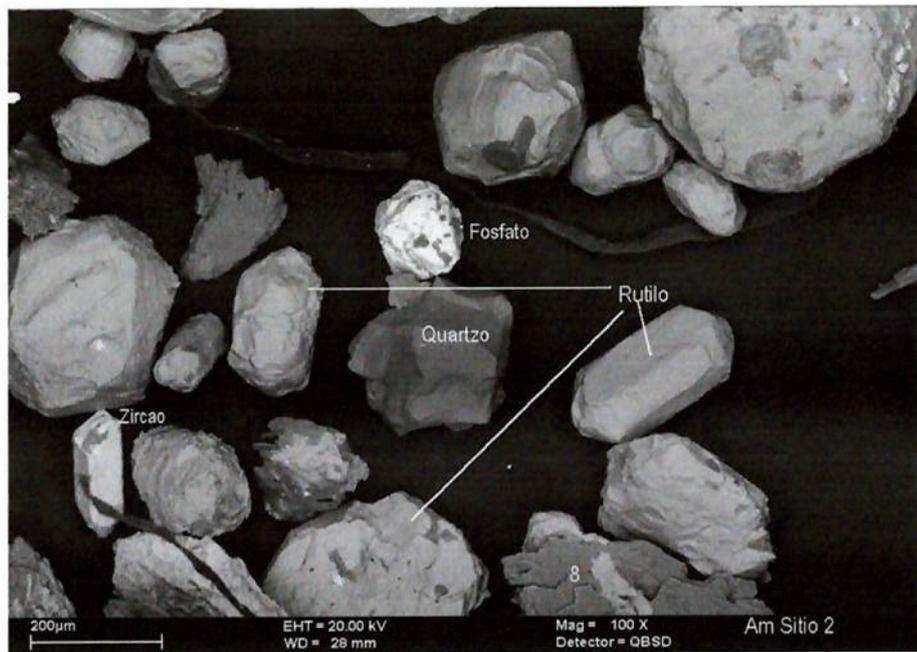
Fotomicrografia 5 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados. Zircão (13); grãos idiomórficos de rutilo e agregados secundários com predominância de óxidos de Fe, Al e Si (P, Ti, etc, subordinados)



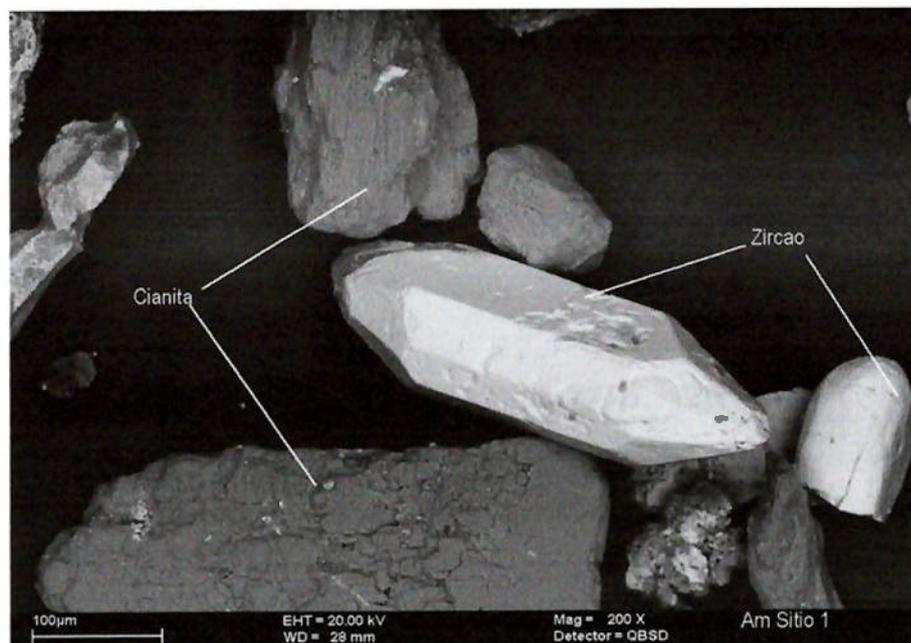
Fotomicrografia 6 - Sítio 02, imagem de elétrons retro-espalhados. Algumas das fases minerais identificadas: 1 - cassiterita; 2 - zircão; 3 - cianita; 4 - rutilo.



Fotomicrografia 7 - Sítio 2, imagem de elétrons retro-espalhados. Minerais identificados: 5 - monazita; 6 - pseudomorfo de pirita; rutilo e agregados secundários de óxidos de Fe (Al, Si P, Ti).



Fotomicrografia 8 - Sítio 02, imagem de elétrons retro-espalhados. Algumas das fases minerais identificadas: 8 - mica; grãos idiomórficos de rutilo e zircão, além de monazita e quartzo



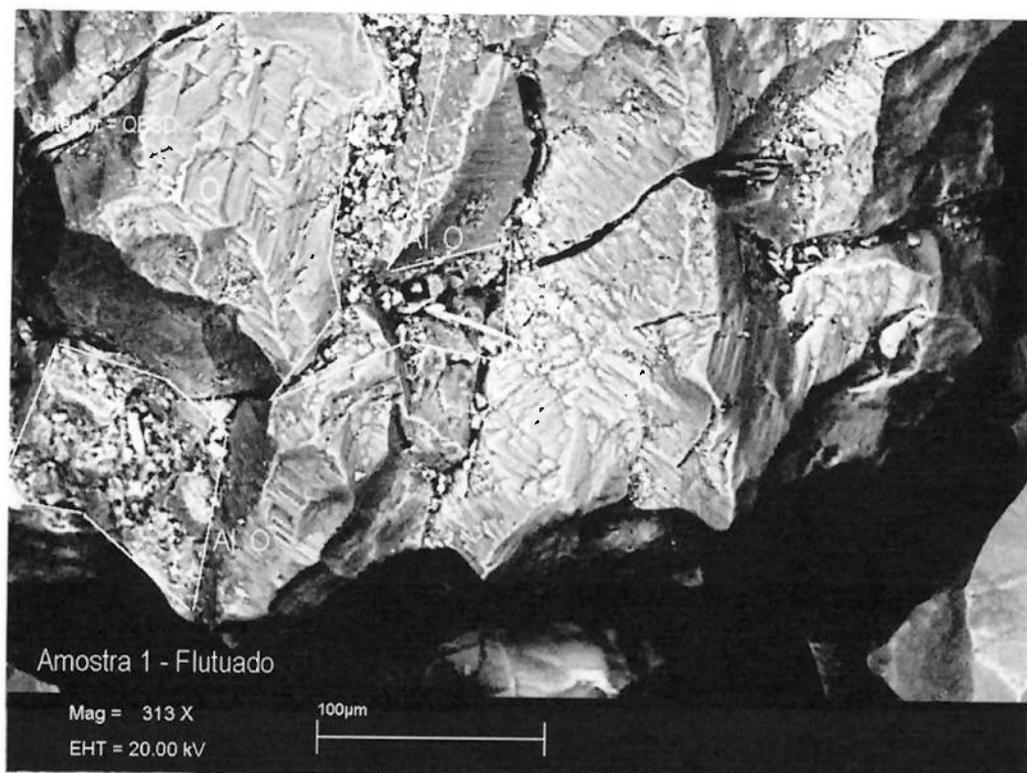
Fotomicrografia 9 - Sítio 01, imagem de elétrons retro-espalhados. Grãos de cianita e zircão idiomórfico

6.5.2 Superfície dos grãos de quartzo

A análise de outras eventuais fases portadoras de alumínio foi realizada a partir da observação sistemática dos produtos *+0,074 mm flutuado* das amostras da mina, com teores entre 0,24% (Sítio 02) e 0,73% (Sítio 05) de Al_2O_3 ao MEV com espectrômetro de fluorescência raios-X por dispersão de energia (EDS) acoplado.

Observações de imagens de elétrons retro-espalhados ao MEV, indicativas de variações de composição da amostra por contraste de número atômico, evidenciaram o recobrimento total ou parcial de uma parcela dos grãos de quartzo por um material de maior número atômico (Fotomicrografia 10), o qual em análise por EDS confirmou tratar-se de uma película constituída por Al e O (provavelmente gibbsita), conforme pode ser observado na Figura 15.

Imagens de elétrons secundários salientaram a morfologia das crostas aluminosas como pode ser verificado na Fotomicrografia 14.



Fotomicrografia 10 - Sitio 1, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. O material contornado compreende impregnações superficiais de Al e O (gibbsita ?) preenchendo microfraturas dos grãos de quartzo.

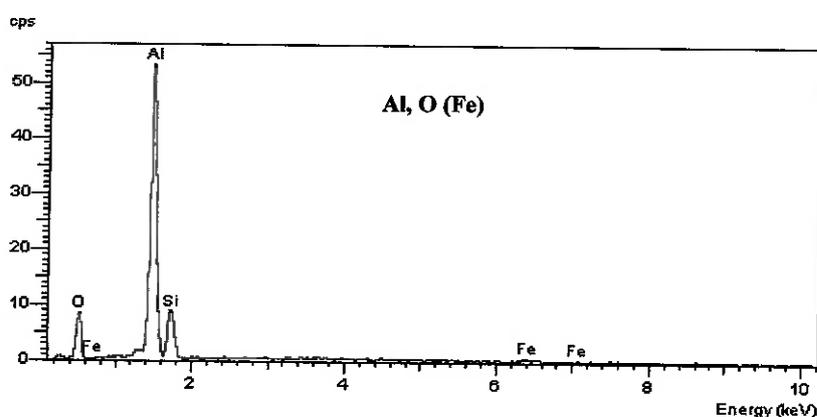
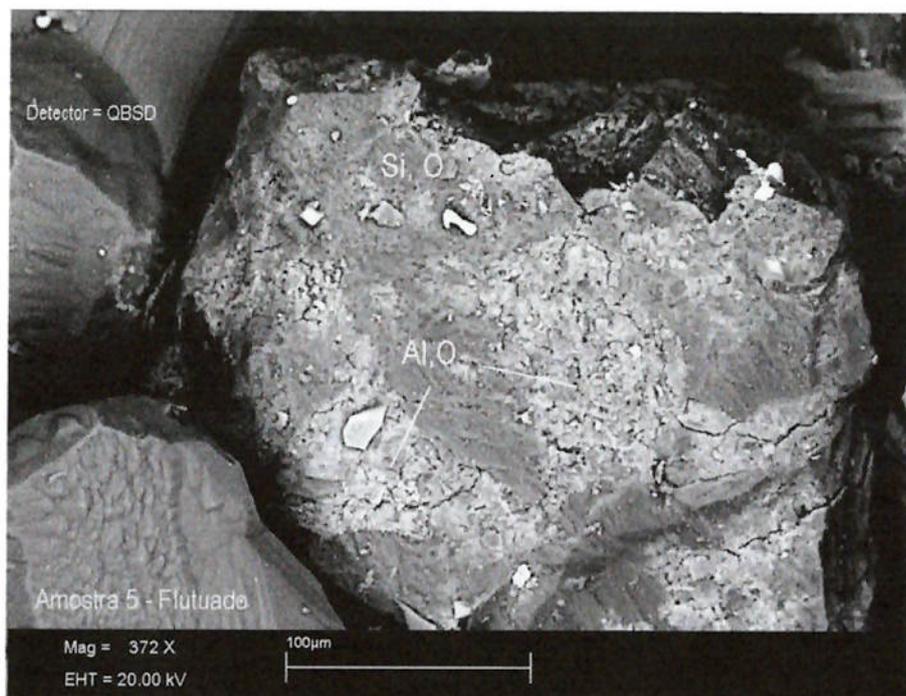
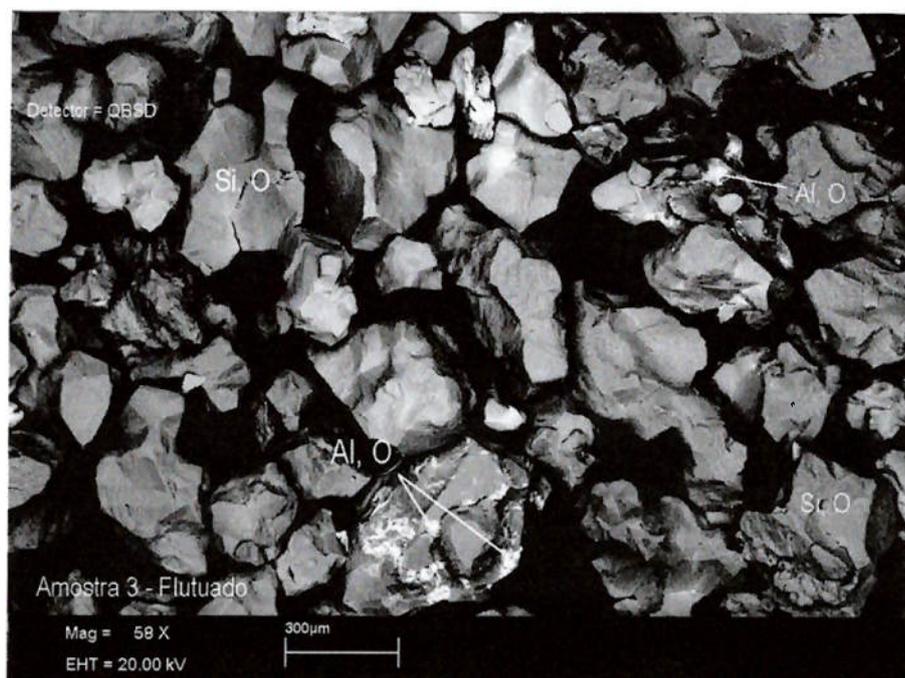


Figura 15 - Espectro de EDS referente a área assinalada na fotomicrografia acima (Si referente ao quartzo abaixo da película de recobrimento).

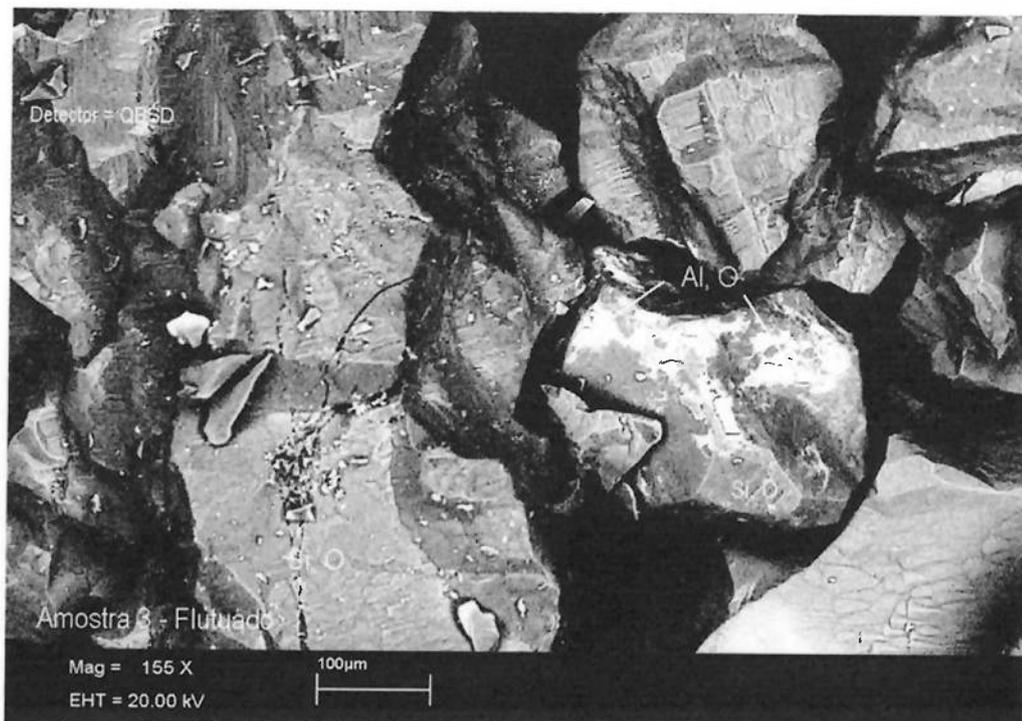
Feições semelhantes a estas foram observadas para todas as amostras estudadas, indicando que este recobrimento superficial corresponde a principal fonte de alumínio, tanto para o produto final do beneficiamento, como para os principais produtos obtidos a partir dos ensaios de separações minerais - flutuados e não magnéticos - (Fotomicrografias 11 a 14 e Figura 16).



Fotomicrografia 11 - Sítio 5, imagem de elétrons retro-espalhados. Grão de quartzo totalmente recoberto por Al e O (gibbsita ? e/ou caulinita ?).



Fotomicrografia 12 - Sítio 3, imagem de elétrons retro-espalhados. Películas de Al e O (gibbsita ?) recobrindo grãos de quartzo



Fotomicrografia 13 - Sítio 1, imagem de elétrons retro-espalhados ao MEV. Em tons mais claros, são verificadas impregnações superficiais de Al e O (gibbsita ?) sobre grãos de quartzo.

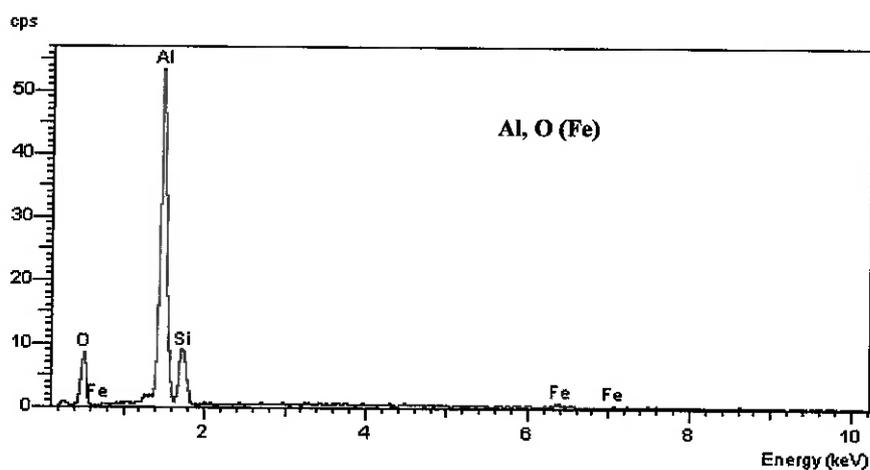
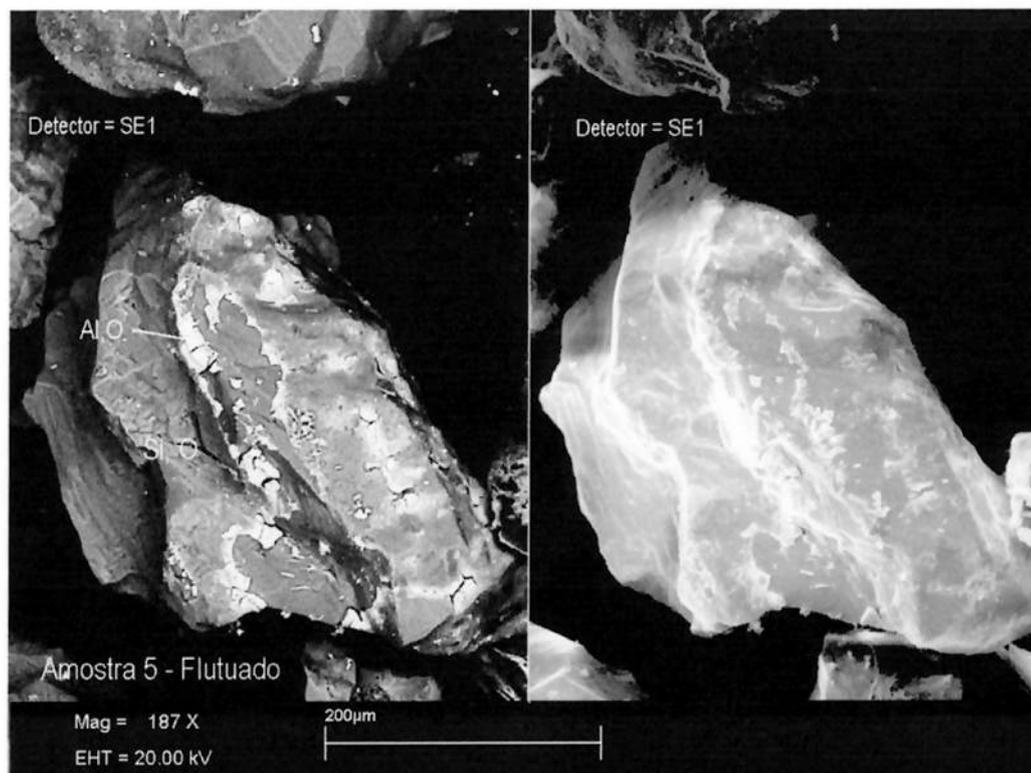


Figura 16 - Espectro de EDS referente a área esbranquiçada da fotomicrografia acima (Si referente ao quartzo abaixo da película de recobrimento).



Fotomicrografia 14 - Sítio 5, imagem de elétrons retro-espalhados à esquerda (composição) e de elétrons secundários à direita (morfologia). Películas de Al e O (gibbsita ?) recobrendo grão de quartzo.

6.6 ENSAIOS DE ATRICÃO

Uma vez identificada a presença de películas de recobrimento superficial nos grãos de quartzo como a principal fase portadora de alumínio, não só nos principais produtos dos ensaios de separações minerais, como também na amostra Produto Final, foi efetuada uma série de ensaios exploratórios de atrição com a finalidade de se avaliar as possibilidades de se minimizar os teores de alumínio.

Os procedimentos executados durante os ensaios e respectivas condições de trabalho são descritos no item 4.12. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 23.

Tabela 23 - Resultados dos ensaios de atrição

Amostra	Ensaio ¹²	Frações granulométricas (mm)			Teor por fração granulométrica (mm)								
		+1,68	-1,68+0,074	-0,074	Al ₂ O ₃ (% em massa)	Fe ₂ O ₃ (% em massa)	TiO ₂ (% em massa)	-1,68+0,074	-0,074	total	-1,68+0,074	-0,074	total
Sítio 01	A	0,1	94,5	5,4	0,19	23,0	1,41	0,014	2,72	0,16	0,005	0,38	0,03
	AS	0,4	94,7	4,9	0,15	25,8	1,42	0,009	3,25	0,17	0,007	0,41	0,03
	B	0,4	94,1	5,5	0,17	22,1	1,39	0,012	2,67	0,16	0,011	0,39	0,03
	BS	0,5	94,4	5,1	0,15	24,1	1,38	0,006	3,03	0,16	0,005	0,41	0,03
	C	0,3	94,5	5,2	0,15	23,5	1,37	0,011	2,97	0,17	0,005	0,40	0,03
CS	0,3	94,4	5,3	0,14	24,4	1,44	0,016	3,02	0,18	0,009	0,39	0,03	
Sítio 02	A	-	95,4	4,6	0,13	21,9	1,13	<0,001	0,28	0,01	0,012	0,31	0,03
	AS	-	96,3	3,7	0,14	31,8	1,31	<0,001	0,40	0,02	0,009	0,24	0,02
	B	-	96,9	3,1	0,15	30,0	1,09	<0,001	0,54	0,02	0,018	0,27	0,03
	BS	-	96,1	3,9	0,13	31,5	1,36	<0,001	0,39	0,02	0,012	0,23	0,02
	C	-	96,5	3,5	0,15	28,7	1,15	<0,001	0,56	0,02	0,016	0,31	0,03
CS	-	96,2	3,8	0,11	29,1	1,20	<0,001	0,36	0,01	0,010	0,24	0,02	
Sítio 03	A	0,5	94,6	4,9	0,20	23,9	1,36	0,005	1,39	0,07	0,019	0,29	0,03
	AS	0,3	95,7	4,0	0,20	31,3	1,45	0,009	1,61	0,07	0,018	0,25	0,03
	B	0,3	95,2	4,5	0,18	24,5	1,28	0,006	1,38	0,07	0,019	0,29	0,03
	BS	0,3	94,9	4,8	0,18	25,4	1,39	0,004	1,48	0,07	0,019	0,31	0,03
	C	0,5	95,1	4,4	0,16	26,3	1,32	0,007	1,53	0,07	0,012	0,30	0,02
CS	0,2	95,0	4,8	0,14	24,6	1,32	0,003	1,44	0,07	0,016	0,30	0,03	
Sítio 04	A	0,2	95,2	4,5	0,23	28,8	1,53	0,002	1,07	0,05	0,014	0,28	0,03
	AS	0,4	95,2	4,4	0,20	20,7	1,11	0,001	1,12	0,05	0,010	0,38	0,03
	B	0,2	94,9	4,9	0,17	21,6	1,21	<0,001	0,85	0,04	0,008	0,27	0,02
	BS	0,4	94,7	4,9	0,17	22,6	1,28	<0,001	0,92	0,05	0,011	0,27	0,02
	C	0,3	94,6	5,1	0,17	34,2	1,93	<0,001	0,77	0,04	0,010	0,22	0,02
CS	-	95,1	4,9	0,15	23,6	1,30	0,001	1,10	0,06	0,026	0,28	0,04	
Sítio 05	A	-	91,1	8,9	0,30	20,2	2,08	0,042	2,91	0,30	0,017	0,37	0,05
	AS	0,1	94,0	5,8	0,28	22,3	1,56	0,058	3,66	0,27	0,022	0,63	0,06
	B	-	92,6	7,4	0,26	23,3	1,97	0,066	3,29	0,31	0,021	0,41	0,05
	BS	0,8	92,0	7,1	0,25	21,6	1,79	0,042	2,92	0,25	0,020	0,40	0,05
	C	-	92,0	8,0	0,27	24,1	2,18	0,066	3,79	0,36	0,024	0,46	0,06
CS	0,1	91,5	8,3	0,23	20,9	1,95	0,063	3,02	0,31	0,021	0,38	0,05	
Alimentação	A	0,2	94,6	5,2	0,13	21,8	1,26	<0,001	0,95	0,05	0,008	0,29	0,02
	AS	0,2	94,7	5,1	0,12	21,1	1,19	<0,001	0,88	0,05	0,009	0,29	0,02
	B	0,2	94,8	5,0	0,14	21,2	1,20	<0,001	0,91	0,05	0,006	0,29	0,02
	BS	0,1	94,7	5,1	0,12	20,3	1,16	<0,001	0,85	0,04	0,008	0,30	0,02
	C	0,2	94,5	5,3	0,15	21,2	1,27	<0,001	0,93	0,05	0,007	0,29	0,02
CS	0,1	94,5	5,3	0,11	26,4	1,52	<0,001	0,94	0,05	0,008	0,26	0,02	

¹² As condições dos ensaios A, AS, B, BS, C e CS, são apresentadas no item 4.12.

Comparativamente, os ensaios em pH alcalino (AS, BS e CS) proporcionaram uma melhor limpeza da superfície dos grãos de quartzo em relação aos ensaios com os mesmos tempos de atrição em pH natural (respectivamente, A, B e C). Os melhores resultados foram obtidos para os ensaios do tipo CS, onde se combinou tempo de atrição de 12 minutos e adição de NaOH.

A atrição do material promoveu a redução efetiva dos teores de Al_2O_3 , embora nenhum dos produtos tenha atingido o teor de Al_2O_3 requerido (0,03%). O teor mínimo obtido foi 0,11% de Al_2O_3 para as amostras Sítio 02 (mina) e Alimentação (unidade de beneficiamento). Em relação ao ferro, para a grande maioria das amostras (exceto Sítio 05), a atrição seguida de classificação granulométrica acima de 0,074 mm foi suficiente para adequar o teor de Fe_2O_3 à especificação exigida (< 0,015%).

Com exceção da amostra do Sítio 05 (hoje considerada estéril), quase a totalidade (98%) dos demais produtos obtidos nas diferentes condições de ensaio, inclusive aqueles referentes à amostra Alimentação, apresentaram teores de alumínio inferiores ao da amostra Produto Final (0,20% de Al_2O_3). Conforme ilustrado na Tabela 24, os teores de alumínio nos produtos da atrição também foram inferiores àqueles obtidos nos produtos das separações minerais *+0,84-0,074 mm não magnético* (separação magnética em Frantz) e *+0,074 mm flutuado* (separação em líquidos densos).

Tabela 24 - Comparação entre os teores de Al_2O_3 verificados para as amostras tal qual tal qual ¹³e produtos obtidos nos ensaios de atrição e separações minerais

Amostra	Teor de Al_2O_3 (% em massa)				
	Tal qual	<i>+0,074 mm flutuado</i>	<i>+0,84-0,074 mm não magnético</i>	Atrição 6 min	Atrição 12 min
Sítio 01	1,37	0,47	0,36	0,15	0,14
Sítio 02	0,90	0,24	0,19	0,13	0,11
Sítio 03	1,06	0,24	0,20	0,18	0,14
Sítio 04	1,33	0,33	0,23	0,17	0,15
Sítio 05	2,28	0,73	0,44	0,25	0,23
Alimentação	1,00	0,32	0,19	0,12	0,11
Produto Final	0,20	0,15	0,11	--	--
Minas Rio	0,03	--	--	--	--

¹³ A denominação 'tal qual' é normalmente empregada para representar as amostras que não passaram por processos que possam ter mudado a sua composição química, ou seja, correspondem ao material tal qual ele foi coletado.

Os resultados indicam que, mediante a adequada atrição do minério, a lavra do quartzito de Itutinga pode ser flexibilizada sem a imposição de critérios de seleção de material (baseado atualmente em colorações distintas), ampliando consideravelmente as reservas aproveitáveis.

A coloração rosada, mais fortemente observada em alguns locais da mina, refere-se, essencialmente, à impregnação por gibbsita (?), a qual, como foi verificada, é passível de ser removida por meio de atrição. O Al_2O_3 remanescente na amostra está associado, principalmente, à presença de minerais micáceos e, bem secundariamente, a cianita.

6.6.1 Análise química por fração granulométrica da amostra Comp-CS

Complementarmente aos ensaios de atrição, foi efetuada análise química por fração granulométrica da composição dos produtos CS dos sítios 01 ao 04, identificada como Comp-CS. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 25.

Tabela 25 - Análise química por fração granulométrica da amostra Comp-CS.

Fração (mm)	(% Massa)	Teores (% em massa)				Distribuição (%)			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂
+0,420	16,2	99,8	0,19	0,006	0,004	16,1	23,5	...	4,7
-0,420 +0,297	32,9	99,9	0,07	<0,001	0,006	32,9	17,6	...	14,4
-0,297 +0,210	28,7	99,9	0,08	<0,001	0,007	28,7	17,5	...	14,6
-0,210 +0,150	12,2	99,9	0,12	<0,001	0,023	12,2	11,2	...	20,4
-0,150 +0,074	10,1	99,5	0,39	0,027	0,062	10,1	30,2	...	45,8
Total calculado	100,0	99,8	0,13	...	0,014	100,0	100,0	...	100,0

Por meio dos resultados apresentados, verifica-se que o alumínio permanece concentrando-se nas frações extremas, com teores de Al_2O_3 iguais a 0,19% para o material mais grosso que 0,42 mm e 0,39% para a fração mais fina que 0,15 mm. A distribuição do alumínio também demonstra a maior contaminação por este elemento devida a estas frações.

A simples remoção da fração -0,15 +0,074 mm permite abaixar o teor médio da amostra Comp-CS de 0,13% para 0,10% de Al_2O_3 , aliado a uma recuperação em massa de 90% sobre o produto da atrição.

6.7 ENSAIOS COMPLEMENTARES

- Elutriação: o produto sedimentado, representante do material quartzoso purificado, apresentou teor de 0,09% de Al_2O_3 aliado a uma recuperação em massa de 83% sobre o produto de atrição. (75% em massa em relação a amostra tal qual).
- Separação eletrostática: o ensaio em separador de alta tensão mostrou significativa segregação em função da granulação do material. O produto não condutor, teoricamente isento de minerais micáceos, apresentou teor de 0,08% de Al_2O_3 , aliado recuperação em massa superior à 93% sobre o produto de atrição (cerca de 84% em massa em relação a amostra tal qual). Alternativa de utilização de separador de placas, de forma a evitar a segregação granulométrica, provavelmente deve gerar produtos com teores de Al_2O_3 ainda menores, aliados a uma maior recuperação em massa.

7 CONCLUSÕES

Os estudos realizados indicaram que o quartzito de Itutinga não apresenta restrições quanto a sua distribuição granulométrica para utilização na produção de SiC. As várias amostras estudadas, representativas dos diferentes tipos de materiais encontrados na mina, após a devida remoção dos finos apresentam distribuições muito semelhantes e em acordo com as especificações exigidas.

Todas as amostras da mina mostram praticamente a mesma composição mineralógica, bem como, um comportamento muito similar em relação às distribuições dos principais elementos deletérios, Al e Fe, na granulometria. Nas frações acima de 0,84 mm há uma pequena, porém significativa concentração destes elementos, enquanto que nas frações mais finas, abaixo de 0,150 mm, ocorre um enriquecimento bem mais expressivo, associado a presença de argilas aluminosas e oxi-hdróxidos de ferro.

Para o material com granulação superior a 0,074 mm, os teores de Fe_2O_3 se enquadram nas especificações requeridas, o que não ocorre em relação ao Al_2O_3 , particularmente, para a fabricação de SiC-verde ($< 0,03\% Al_2O_3$). As principais fontes portadoras de Al_2O_3 estão associadas aos minerais micáceos, bem como, à presença de impregnações por hidróxidos de alumínio na superfície dos grãos de quartzo e, bem secundariamente, à cianita e alumino-fosfatos (minerais pesados). Aglomerados endurecidos formados por partículas de quartzo cimentadas por óxidos e hidróxidos ferro-aluminosos constituem a principal fonte de elementos deletérios no material acima de 0,84 mm.

A Tabela 22, abaixo, apresenta um resumo com os teores de alumínio verificados nos principais produtos obtidos no presente estudo e uma estimativa da distribuição do Al_2O_3 dentre as principais fases minerais portadoras de alumínio.

Tabela 26 - Teores de Al_2O_3 nos produtos obtidos e a estimativa da distribuição do alumínio.

		Sítio 01	Sítio 02	Sítio 03	Sítio 04	Sítio 05	Alimentação	Produto Final
Teor de Al_2O_3 (% em massa)	<i>Tal qual</i>	1,37	0,90	1,06	1,33	2,28	1,00	0,20
	<i>+0,074mm flutuado</i>	0,47	0,24	0,24	0,33	0,73	0,32	0,15
	<i>+0,074mm não magnético</i>	0,36	0,19	0,20	0,23	0,44	0,19	0,11
Distribuição de Al_2O_3 (%)	<i>Minerais pesados</i>	1	1	< 1	< 1	3	< 1	2
	<i>Minerais micáceos</i>	49	34	50	50	52	45	48
	<i>Impregnações superficiais</i>	50	65	50	50	45	55	50

A remoção de minerais pesados, através de separação por líquidos densos, permitiu uma expressiva redução dos conteúdos de TiO_2 de forma que os teores deste óxido se situem abaixo de 0,001%; para o Fe_2O_3 obtém-se teores da ordem de 0,02% a 0,07%. No entanto, a remoção de cianita e alumino-fosfatos proporciona uma inexpressiva redução no teor de Al_2O_3 , inferior a 0,005% em termos absolutos, visto que, a maior parcela do alumínio encontra-se associada às impregnações superficiais e aos minerais micáceos.

A separação das micas por meio dos métodos de separação mineral (líquidos densos e separador magnético tipo *Frantz*), não reduziu suficientemente o teor de Al_2O_3 das amostras estudadas, seja pela ineficiência da separação (propriedades físicas semelhantes a do quartzo), como também pela presença de impregnações superficiais.

A atrição do material mostrou-se bastante eficiente para remover as impregnações superficiais dos grãos de quartzo, particularmente, em condição de pH alcalino. Os teores de Al_2O_3 para material atricionado, com granulacão acima de 0,074 mm, situam-se entre 0,11% e 0,15%. Considerando-se, exclusivamente a fração acima de 0,15 mm, o teor Al_2O_3 diminui para 0,10%, em média, para uma recuperação global de 85% em massa. Supõe-se que, além da limpeza da superfície dos grãos de quartzo, esse procedimento também possa promover a cominuição seletiva de uma parcela das partículas micáceas, tornando-as passíveis de serem removidas junto com a fração fina. Paralelamente, a atrição do material também promove a redução dos teores de Fe_2O_3 a valores bem inferiores aos das especificações requeridas.

Estes resultados mostram que o critério de blendagem atual, baseado na coloração do quartzito (fator relacionado aos óxidos e hidróxidos de Fe e Al), pode ser desconsiderado desde que o minério seja submetido à operação de atrição na etapa de beneficiamento mineral. Adicionalmente, em função dos teores de Al_2O_3 obtidos para os produtos atricionados, os materiais do Sítio 04 (minério marginal) e Sítio 05 (estéril) podem passar a ser classificados como minério. Desta forma, a lavra do quartzito pode ser flexibilizada, ampliando-se substancialmente as reservas atuais e valorizando-se significativamente os recursos minerais existentes.

Estudos exploratórios de elutriação e de separação eletrostática da amostra Comp-CS (composta a partir dos produtos atricionados dos Sítios 01 ao 04) permitiram alcançar

teores de 0,09% e 0,08% de Al_2O_3 , com recuperações globais de 75% e 84% em massa, respectivamente.

Com o objetivo de se adequar o teor de alumínio da areia beneficiada à especificação exigida à fabricação de SiC-verde (<0,03% de Al_2O_3), em complementação à atrição, devem ser cogitadas em estudos futuros as alternativas de elutriação, separação eletrostática e, particularmente, flotação, visando minimizar o conteúdo de minerais micáceos remanescentes.

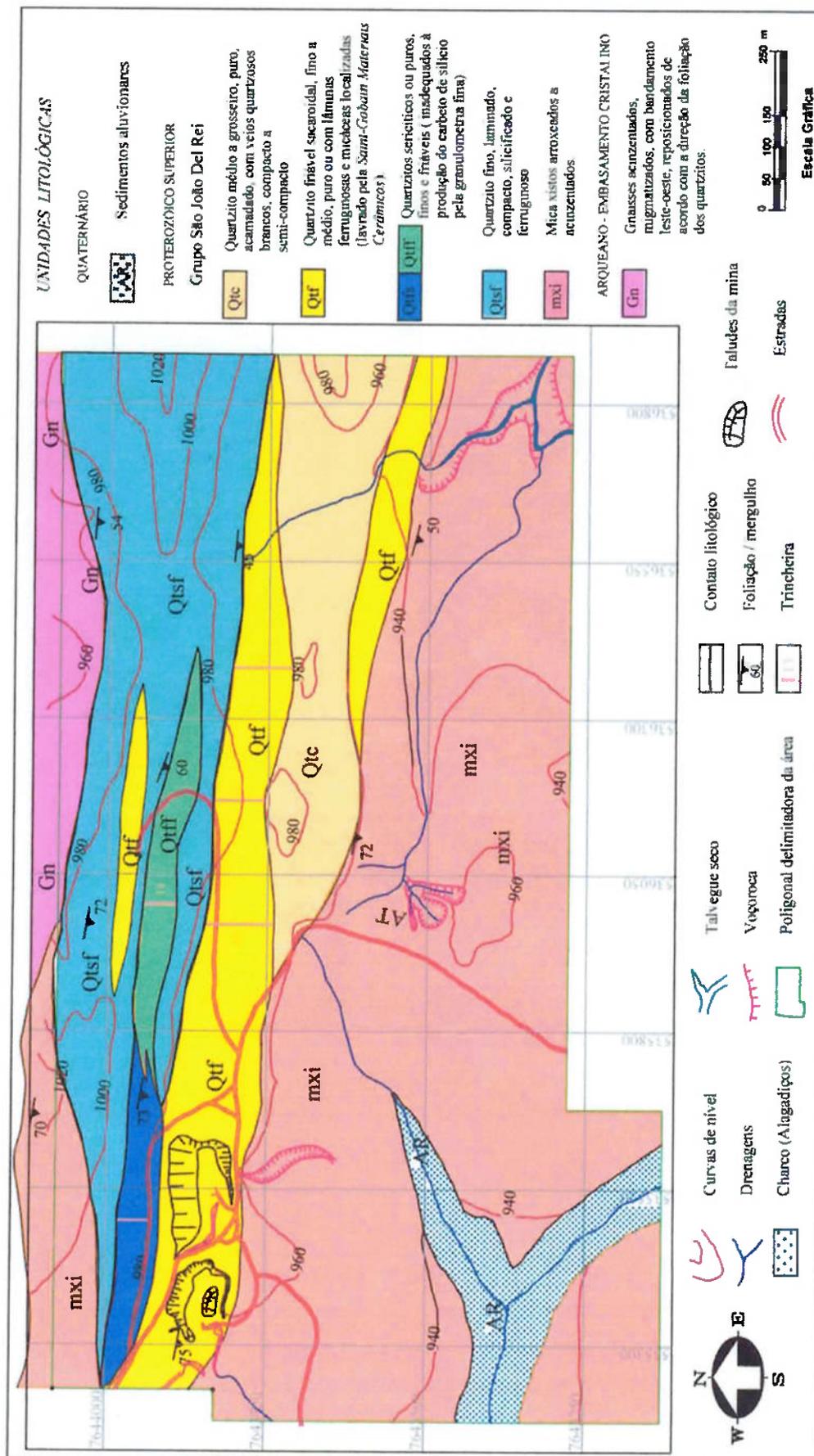
Adicionalmente, face à variabilidade das características do minério e diante da grande reserva medida de quartzito friável (19 milhões de toneladas*) e do pequeno consumo de areia beneficiada (125.000 t/ano, onde apenas 16,5% destina-se à produção de SiC-verde*), a alternativa de lavra seletiva e posterior processamento mineral, também deve ser cogitada.

Sugere-se, também, que estudos de pesquisa e avaliação geológica, com posterior caracterização tecnológica do material, sejam estendidos à área do decreto de lavra ainda inexplorada (mencionada na seção 5.1), frente a possibilidade de ampliação ainda maior das reservas atuais.

* Dados autorizados e fornecidos pela *Saint-Gobain Materiais Cerâmicos Ltda.*

8 ANEXOS

8.1 – MAPA GEOLÓGICO DA MINA PONTE ALTA



9 LISTA DE REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Agregados – Amostragem - NBR NM 26**. Rio de Janeiro, 2001a.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Agregados – Redução da amostra de campo para ensaios de laboratório - NBR NM 27**. Rio de Janeiro, 2001b.
- ABOUZEID, A.Z.M. **Mineral processing laboratory manual**. Clausthal-Zellerfeld: Trans Tech Publications, 1990. 181 p.
- ALLEN, T. J. **Particle size measurement**. 5 ed. London: Chapman and Hall, 1997. v.1.
- BARTH, H.G. **Modern methods of particle size analysis**. New York, John Wiley, 1984. 309 p.
- BIRKS, L. S. **X-ray spectrochemical analysis**. 2. ed. New York: Interscience, 1969.
- BORN, H.; KAHN, H. Caracterização geológica e mineralógica voltada ao aproveitamento de jazimentos fosfáticos. In: ENCONTRO NACIONAL DE ROCHA FOSFÁTICA, 5., São Paulo, 1990. /Anais./ São Paulo: Ibrafos, 1990. p. 213-233.
- CHAVES, A. P. Usos industriais de areias e cascalhos. **Revista Minérios e Metais**, São Paulo, v. 1, n. 2, p. 42-48, 1971.
- CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. 2. ed. Reading: Addison-Wesley, 1978. 555 p.
- EBERT, H. Pesquisas geológicas na parte sudeste do Estado de Minas Gerais. **Relatório Anual do Diretor. Divisão de Geologia e Mineralogia**, Rio de Janeiro, p. 62-81, 1956.
- EBERT, H. Ocorrência da fácies granulítica no sul de Minas Gerais e em áreas adjacentes, em dependência da estrutura orogênica: hipótese sobre sua origem. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, Rio de Janeiro, v. 40, p. 215-229, 1968. Suplemento.

EBERT, H. **Aspectos principais da geologia da região de São João Del Rei, Estado de Minas Gerais & os Paraibides entre São João Del Rei (Minas Gerais) e Itapira (São Paulo) e a bifurcação entre Paraibides e Araxaides (*in memoriam*)**. São Paulo: SBG-SP, 1984. 114 p. (Publicação, n. 112)

EWING, G. W. **Métodos instrumentais de análise química**. São Paulo: Edgard Blücher, 1972. v. 1.

FERREIRA, G.C. **Estudo dos mercados produtor e consumidor de areia industrial no estado de São Paulo**. 1995. 142 p. Tese (Doutorado) - Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Universidade Estadual de Rio Claro. Rio Claro, 1995.

FRONZAGLIA, G. C. **Análises quantitativas por difração de raios-x em engenharia mineral: aplicação dos métodos de Rietveld e do padrão interno**. 1999. 152p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 1999.

GAUDIN, A. M. **Principles of mineral dressing**. New York: McGraw-Hill, 1971. 555 p.

GOLDSTEIN, J. I. et al. **Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis – A text for biologist, material scientists and geologists**. 2. ed. New York: Plenum Press, 1994. 785 p.

GOMES, C. B. **Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia**. São Paulo: Edgar Blücher, 1984. 218 p.

GOES, M. A. C.; POSSA, M. V.; LUZ, A. B. **Amostragem de minérios**. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1991. 48 p. (Série Tecnologia Mineral, n. 49).

GY, P. M. **Sampling of particulate materials**. 2. ed. Amsterdam: Elsevier, 1982. 431 p. (Developments in Geomathematics, v. 4).

HEILBRON, M. C. P. L. **Evolução metamórfico-estrutural da área entre Itutinga e Madre de Deus de Minas, MG**. 1984. 151 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 1984.

HENLEY, K. J. **Ore-dressing mineralogy – a review of techniques, applications and recent developments**. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED

- MINERALOGY, 1., 1983. **ICAM'81: Proceedings.** Johannesburg: Geological Society of South Africa, 1981. p. 175-200. (Special Publication of Geological Society of South Africa, n.7)
- HUTCHISON, C. S. **Laboratory handbook of petrographic techniques.** New York: John Wiley, 1974. 527 p.
- JACQUIN, J.; GATEAU, C.; REMOND, G. Développements de la minéralogie appliquée au traitement des minerais. *Industrie Minérale*, Paris, v. 66, n. 4, p. 172-188, 1984.
- JENKINS, R.; SNYDER, R. L. **Introduction to x-ray powder diffractometry.** [s.L.] : John Wiley, 1996. 403 p. (Series of Monographs on Analytical Chemistry and its applications, v. 138).
- JENKINS, R.. **X-ray fluorescence spectrometry.** New York: John Wiley, 1988. 175 p. (Series of Monographs on Analytical Chemistry and its applications, v. 99).
- JENKINS, R.; VRIES, J. L. **Practical x-ray spectrometry.** 2. ed. New York: Springer-Verlag, 1969.
- JONES, M. P. **Applied mineralogy – a quantitative approach.** Oxford: Graham & Trotman, 1987. 259 p.
- KLEIN, C.; HURLBUT JUNIOR, C. S. **Manual of mineralogy.** New York: John Wiley, 1993. 681 p.
- KLUG, H. P. ; ALEXANDER, L.E. **X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials.** 2.ed. [s.L.]: John Wiley, 1974. 996 p.
- KUMAR, P.V.; GUPTA, G.S. Study of silicon carbide formation in the Acheson process. *Steel Research*, Dusseldorf, v. 73, n. 2, p. 31-38, 2002.
- LEFOND, S. J. **Industrial minerals and rocks.** New York: SME, 1983. v. 1.
- LUZ, A. B.; POSSA, M. V.; ALMEIDA, S. L. 2. ed. **Tratamento de minérios.** Rio de Janeiro: CETEM/CNPq, 1998. 676 p.
- FÁBRICA DE AÇO PAULISTA. **Manual de britagem.** 5. ed. São Paulo: FAÇO, 1994.

- MATHERON, G. **Les variables regionalisées et leur estimation**. Paris: Masson & C^{ie}, 1965. 554 p.
- PARFENOFF, A.; POMEROL, C.; TOURENQ, J. **Les minéraux en grains – méthodes d’ étude et determination**. Paris: Masson & Cie, 1970. 578 p.
- PETRUK, W. **Applied mineralogy in the mining industry**. Amsterdam: Elsevier, 2000. 268 p.
- PHILIPS ANALYTICAL. **X-ray diffraction course – PC-APD**. [s.L.: s.ed.], 1997. v. 1. /apostila/.
- RATTI, G. **Análise química na engenharia mineral**. 1994. 83 p. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 1994.
- RATTI, G. Fluorescência de raios X. In: CURSO DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X, 3., São Paulo: EPUSP, 2001. /Curso de Extensão Universitária. Apostila/.
- RAWLE, A. **The basic principles of particle size analysis**. [s. L.]: Malvern Instruments Ltd, 1993. / Malvern Special Publication /
- REED, S. J. B. **Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology**. Cambridge: University Press, 1996. 201 p.
- RIBEIRO, A. et al. Evolução das bacias proterozóicas e termo-tectonismo brasileiro na margem sul do Cráton do São Francisco. **Revista Brasileira de Geociências**, São Paulo, v. 25, n. 4, p. 235-248, 1998.
- RIBEIRO, L. F. S.; FIUMARI, S. L. Relatório de avaliação de reservas para quartzito, município de Itutinga, M.G. Belo Horizonte: GEOMIL SERVIÇOS DE MINERAÇÃO LTDA, 1999. 22 p. (Relatório Interno).
- RUSSELL, J. B. **Química geral**. São Paulo: McGraw-Hill, 1982. 897 p.
- SANT'AGOSTINO, L. M.; KAHN, H. **Metodologia para caracterização tecnológica de matérias primas minerais**. São Paulo: Departamento de Engenharia de Minas da EPUSP, 1997. 29 p. (Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, n. 069)
- SCHOBENHAUS, C. et al. **Geologia do Brasil: texto explicativo do mapa geológico do Brasil e da área oceânica adjacente incluindo depósitos minerais**, escala 1:2.500.000. Brasília: DNPM, 1984. 501 p.

SERRA, J. **Echantillonnage et estimation locale des phenomenes de transition miniers**. 1967. Tese (Doutorado) – Universite de Nancy, Faculte des Sciences. Nancy, 1967.

SILICON carbide. **Industrial Minerals**, London, n. 384, p. 23, Sept. 1999.

SILVEIRA, B.V. et al. Caracterização tipológica de minérios: uma abordagem geometalúrgica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO, 3.; CONGRESSO LATINO AMERICANO DE MINERIA, 2., São Paulo, 1989. **Coletânea de trabalhos técnicos**. Lima, OLAMI; Belo Horizonte, IBRAM, 1989. v. 1, p. 16-27.

SNYDER, R. L.; BISH, D. L. Quantitative analysis. In: BISH, D. L.; POST, J. E. (Ed.). **Modern powder diffraction**. Washington: Mineralogical Society of America, 1989. 369 p. (Reviews in Mineralogy, v.20).

TANDEL, R. Y. **Caracterização do arenito pirambóia da fazenda São João em Analândia, S.P., e sua utilização industrial**. 1993. 102 p. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo. São Paulo, 1993.

VALENTE, J. Amostragem para análise de elementos com “baixos reores”. In: SIMPOSIO EPUSP DE CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA NA ENGENHARIA E INDÚSTRIA MINERAL, São Paulo, SP, 1990. **Anais**. São Paulo:EPUSP, 1990. p.101-123.

VALENTE, J. M. G. P. **Geomatémática: lições de geoestatística**. 2. ed. Ouro Preto: Fundação Gorceix, 1989. v. 8.

VALERIANO, C. M. **Geologia estrutural e estratigrafia do Grupo São João Del Rei na região de São João Del Rei, MG**. 1984. 98 p. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 1984.

VRIES, J. L. ; VREBOS, B.A.R. XRF quantification of infinitely thick samples. In: VANGRIEKEN, R. E.; MARKOWICZ, A. A. **Handbook of x-ray spectrometry**. New York: Marcel Dekker, 1993. Cap. 5, p. 295-338.

ZUSSMAN, J. **Physical methods in determinative mineralogy**. Oxford: Academic Press, 1967. 514 p.

APÊNDICE I – Comparação entre os diferentes sistemas de medida de tamanho de partículas. (Modificado de Fábrica... 1994)

SI (mm)	ASTM/ASA/USS	TYLER/MESH	ABNT – EB - R
101,6	4"	-	-
88,9	3 ½"	-	-
76,2	3"	-	76
63,5	2 ½"	-	-
50,8	2"	-	50
44,4	1 ¾"	-	-
38,1	1 ½"	-	38
31,7	1 ¼"	-	-
25,4	1"	-	25
19,1	¾"	-	19
15,9	5/8"	-	-
12,7	½"	-	-
9,52	3/8"	-	9,5
7,93	5/16"	-	-
6,35	¼"	-	-
5,66	3,5	3,5	-
4,76	4	4	4,8
4,00	5	5	-
3,36	6	6	-
2,83	7	7	-
2,38	8	8	2,4
2,00	10	9	2
1,68	12	10	-
1,41	14	12	-
1,19	16	14	1,2
1,00	18	16	-
0,84	20	20	-
0,71	25	24	-
0,59	30	28	0,6
0,5	35	32	-
0,42	40	35	0,42
0,35	45	42	-
0,297	50	48	0,3
0,250	60	60	-
0,210	70	65	-
0,177	80	80	-
0,149	100	100	0,15
0,125	120	115	-
0,105	140	150	-
0,088	170	170	-
0,074	200	200	0,075
0,062	230	250	-
0,053	270	270	-
0,044	325	325	-
0,37	400	400	-

APÊNDICE II – Peso específico dos minerais mais comuns. (Modificado de Klein & Hurlbut, 1993)

Mineral	Peso Específico (g/cm³)	Mineral	Peso Específico (g/cm³)
Grafita	2,23	Flogopita	2,86
Apatita	3,15 – 3,20	Paládio	11,9
Diamante	3,51	Bornita	5,06 – 5,08
Quartzo	2,65	Molibdenita	4,62 – 4,73
Topázio	3,4 – 3,6	Malaquita	3,9 – 4,03
Aragonita	2,95	Granada	3,5 – 4,3
Calcita	2,71	Azurita	3,77
Galena	7,4 – 7,6	Diopsídio	3,2
Coríndon	4,02	Actinolita	3,1 – 3,3
Fluorita	3,18	Olivina	3,27 – 4,37
Cassiterita	6,8 – 7,1	Monazita	4,6 – 5,4
Zircão	4,68	Hornblenda	3,0 – 3,4
Pirita	5,02	Goetita	4,37
Irídio	22,7	Epidoto	3,35 – 3,45
Calcopirita	4,1 – 4,3	Pirolusita	4,75
Espinélio	3,5 – 4,1	Biotita	2,8 – 3,2
Berilo	2,65 – 2,8	Almandina	4,32
Dolomita	2,85	Aegirina	3,5
Muscovita	2,76 – 2,88	Ilmenita	4,7
Turmalina	3,0 – 3,25	Hematita	5,26
Platina	14 - 19	Pirrotita	4,58 – 4,65
Rutilo	4,18 – 4,25	Magnetita	5,18

**APÊNDICE III – Susceptibilidade magnética dos minerais mais comuns.
(Modificado de Parfenoff, Pomerol & Tourenq, 1970)**

Mineral	Susceptibilidade Magnética Específica (X 10⁻⁶ C. G. S. E. M.)	Mineral	Susceptibilidade Magnética Específica (X 10⁻⁶ C. G. S. E. M.)
Grafita	- 6,2	Paládio	5,43
Apatita	-2,64	Bornita	8,0 a 14,0
Diamante	-0,49	Molibdenita	8,5
Quartzo	-0,46	Malaquita	8,5 a 15,0
Topázio	-0,42	Granada	10 a 22
Aragonita	-0,41	Azurita	10,5 a 19
Calcita	-0,38	Diopsídio	15 a 25
Galena	-0,38	Actinolita	15 a 25
Coríndon	-0,34	Olivina	15 a 35
Fluorita	-0,28	Monazita	18,9
Cassiterita	-0,008	Hornblenda	19 a 23
Zircão	0,13	Goetita	21 a 25
Pirita	0,21	Epidoto	23,9
Írídio	0,22	Pirolusita	25 a 32
Calcopirita	0,4 a 0,7	Biotita	28 a 45
Espinélio	0,62	Almandina	51 a 120
Berilo	0,68	Wolfrânio Ferrífero	66 a 95
Dolomita	0,92	Aegirina	85
Muscovita	1,0 a 4,0	Ilmenita	113 a 271
Turmalina	1,0 a 9,0	Hematita	172 a 290
Platina	1,02	Pirrotita	1500 a 6100
Rutilo	2,0 a 15,0	Ferroplatina	2000 a 7000
Flogopita	5,0 a 8,0	Magnetita	20000 a 80000