

**Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP**

**Departamento de Engenharia de Minas**



ISSN 0104-0553

BT/PMI/069

---

**Metodologia para Caracterização  
Tecnológica de Matérias Primas  
Minerais**

---

**Lília Mascarenhas Sant'Agostino  
Henrique Kahn**

**Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP  
Departamento de Engenharia de Minas**

**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo  
Departamento de Engenharia de Minas**

**Diretor: Prof. Dr. Célio Taniguchi  
Vice-Diretor: Prof. Dr. Eduardo Camilher Damasceno**

**Chefe do Departamento: Prof. Dr. Lineu Azuaga Ayres da Silva  
Suplente do Chefe do Departamento: Prof. Dr. Eldon Azevedo Masini**

**Conselho Editorial**

**Prof. Dr. Wildor Theodoro Hennies  
Prof. Dr. Antonio Stellin Júnior  
Prof. Dr. Arthur Pinto Chaves  
Prof. Dr. Laurindo de Salles Leal Filho  
Prof. Dr. Sérgio Médici de Eston**

**Coordenador Técnico**

**Prof. Dr. Lineu Azuaga Ayres da Silva**

**Esta é uma publicação da Escola Politécnica da USP/Departamento de Engenharia de Minas, fruto de pesquisas realizadas por docentes e pesquisadores desta Universidade**

**Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP**  
**Departamento de Engenharia de Minas**

ISSN 0104-0553

**BT/PMI/069**

---

**Metodologia para Caracterização  
Tecnológica de Matérias Primas  
Minerais**

---

**Lília Mascarenhas Sant'Agostino  
Henrique Kahn**

**São Paulo - 1997**

O presente trabalho é uma versão abreviada da tese de doutorado apresentada por Lília Mascarenhas Sant'Agostino, sob a orientação do Prof. Dr. Henrique Kahn - "Caracterização Tecnológica de um Depósito Mineral - um Estudo de Caso: o Nióbio de Catalão I, Goiás", com defesa realizada em 31/10/1996.

A íntegra da tese encontra-se à disposição dos interessados com o autor e na Biblioteca do Departamento de Engenharia de Minas da Escola Politécnica da USP.

Sant'Agostino, Lília Mascarenhas

Metodologia para caracterização tecnológica de matérias primas minerais / L.M. Sant'Agostino, H. Kahn. -- São Paulo : EPUSP, 1997.

29 p. -- (Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia de Minas, BT/PMI/069)

1. Minérios - Caracterização tecnológica I.  
Kahn, Henrique II. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas III. Título IV. Série

ISSN: 0104-0553

CDU 622.7

**LÍLIA MASCARENHAS SANT'AGOSTINO**

**HENRIQUE KAHN**

**METODOLOGIA PARA CARACTERIZAÇÃO  
TECNOLÓGICA  
DE MATÉRIAS PRIMAS MINERAIS**

Texto extraído de tese apresentada à  
Escola Politécnica de São Paulo, para  
obtenção do Título de Doutor em  
Engenharia Mineral.

Departamento de Engenharia de Minas da EPUSP

1996

## RESUMO

Este trabalho apresenta a caracterização tecnológica no que tange ao estudo das características de matérias primas minerais, voltada para os aspectos que interferem no seu beneficiamento. Trata do segmento da mineralogia aplicada à tecnologia mineral.

Este artigo aborda a temática de caracterização tecnológica de matérias primas minerais, se propondo a uma discussão das conceituações relativas ao assunto.

Neste documento encontra-se compilado o conhecimento adquirido pelos autores no estudo dos mais diversos materiais, em apoio às etapas de prospecção, pesquisa e exploração mineral, procurando-se, aqui, consolidar metodologias e procedimentos otimizados pela vivência prática.

O trabalho inicia-se com a conceituação do tema. Após a parte conceitual, é feito um amplo apanhado da caracterização no que se refere à forma de realização.

É finalidade precípua do artigo discutir a metodologia sobre a caracterização tecnológica de minérios, voltada para procedimentos laboratoriais, bem como critérios para organização e escolha dos mesmos, com discussão sobre a sua abrangência e aplicabilidade. Não se propõe, porém, a detalhar nenhuma das ferramentas e técnicas usadas para os estudos das características de matérias primas minerais, principalmente àquelas aplicadas a segmentos de especializações, cuidando tão somente de indicar bibliografias atualizadas.

## ABSTRACT

This paper presents a contribution to the subject of ore technological characterization regarding the ore characteristics determination, as a tool for beneficiation alternatives definition and optimization. It is referred as an applied mineralogy for ore dressing.

A general methodological approach of laboratory procedures and analytical techniques is done, as a result of practical experience acquired in the study of several ores types, supporting different phases of mining development.

The main points discussed are related with a concise review of laboratory methodologies and analytical techniques, mainly concerned with the criteria for their selection, without detailing them, for what some specialized bibliography is indicated.

## 1. INTRODUÇÃO

Este artigo trata da temática de caracterização tecnológica de matérias primas minerais, se propondo à uma discussão de conceituações relativas ao assunto.

**Caracterização tecnológica de matérias primas minerais** é uma expressão aplicada com o sentido amplo do estudo de minérios, minérios potenciais e materiais geológicos, para os quais se vislumbra desenvolvimento de mina.

O conhecimento das propriedades da matéria prima torna-se essencial quando há a intenção de seu aproveitamento econômico, em apoio às etapas de prospecção, pesquisa e exploração mineral.

Os procedimentos laboratoriais, bem como os critérios para organização e escolha dos mesmos, são semelhantes para todas as etapas, e dependem fundamentalmente do bem mineral em questão.

## 2. CONCEITUAÇÃO DE CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

A expressão caracterização tecnológica, de um modo geral, pressupõe um estudo dos recursos minerais, tendo em vista as tecnologias usuais de seu processamento.

Para minérios as aplicações tecnológicas se vinculam ao seu aproveitamento, e se reportam a dois segmentos tecnológicos distintos: um deles se refere às técnicas de exploração mineira ou lavra, e o outro se reporta às técnicas de beneficiamento / processamento ou de adequação para a indústria de transformação.

O primeiro segmento é fundamental para obtenção de qualquer recurso mineral, o segundo é importante em grande parte dos bens minerais, e imprescindível para significativa parcela deles.

A caracterização tecnológica com vistas às atividades de lavra, desmonte e manuseio do material desmontado, trata essencialmente do levantamento de parâmetros geomecânicos / geotécnicos, campo de estudo da geotecnia ou geologia de engenharia.

A caracterização tecnológica para fins do beneficiamento, se volta à avaliação dos parâmetros básicos do corpo mineralizado, relacionados às alternativas tecnológicas de tratamento de minérios. Assim, envolve o conhecimento de matérias primas minerais nos aspectos relativos aos seus componentes minerais, desde que o beneficiamento tem por objeto a separação de seus constituintes.

Internacionalmente, a caracterização de minérios voltada para o processo recebe denominações como "ore-dressing mineralogy", "process mineralogy", "metallurgical mineralogy", "technological mineralogy" e "mineralurgie", constituindo-se em uma especialização da mineralogia aplicada.

O termo caracterização tecnológica de minérios tem sido aplicado no Brasil para denominar o estudo da matéria prima mineral para fins de beneficiamento, abrangendo tanto o estudo das características da matéria prima, como o levantamento de índices tecnológicos.

O levantamento de índices tecnológicos, a partir de simulações apoiadas em parâmetros do minério ou por determinações específicas, trata-se de segmento da caracterização estreitamente vinculado ao desenvolvimento de processo e, muitas vezes, funde-se com o mesmo.

O estudo das características da matéria prima mineral de relevância para o beneficiamento, constitui-se na temática deste artigo.

### 3. METODOLOGIA

A caracterização tecnológica é realizada através de uma série de ensaios e análises laboratoriais, segundo seqüência de procedimentos e critérios planejada fundamentalmente em função do bem mineral em estudo.

O primeiro passo é o levantamento de informações sobre o bem mineral em questão, e sobre o beneficiamento aplicado em operações mineiras existentes para minérios e jazidas similares.

Os dados sobre o bem mineral são orientativos quanto a sua aplicação e as indústrias de transformação que o utilizam como matéria prima, o que conduz à reunião de especificações de concentrados aplicadas por estas indústrias, bem como da flexibilidade e variações das mesmas, indicando faixas de teores desejadas e os elementos deletérios.

A partir das informações sobre minérios similares, obtidas em literatura e/ou operações mineiras, esboça-se um roteiro de procedimento. Para melhor ajuste deste roteiro, é imprescindível uma avaliação visual, à vista desarmada, em lupa ou em microscópio estereoscópico, de parâmetros da(s) amostra(s), o que se constitui na análise textural

O conjunto de operações realizadas em laboratório, pode ser genericamente agrupado em operações de preparação da amostra, envolvendo redução e classificação granulométrica, e operações de separação mineral, efetuadas para concentrar espécies minerais com vistas ao detalhamento de suas propriedades. Ressalta-se que os próprios resultados obtidos nos ensaios de laboratório fornecem uma parcela dos parâmetros da matéria prima mineral que interferem no seu comportamento no beneficiamento.

O desempenho destas operações é básico para os estudos, e elas são controladas / reguladas por mecanismos sistemáticos de checagem da eficiência operacional.

Os ensaios de laboratório são acompanhados por pesagem dos produtos obtidos, para determinação do balanço de massa, e análises químicas, para o balanço metalúrgico. O balanço de massas fornece indicação da partição, e as análises químicas da composição da matéria prima mineral nos vários produtos de ensaios, ambos utilizados, também, para controle da qualidade operacional.

Na aferição da qualidade da operação recorrem-se aos balanços de massa, por comparação de peso alimentado no ensaio e a somatória dos pesos dos produtos, considerando-se como aceitáveis variações relativas inferiores a 5%, idealmente 2%.

No desenvolvimento dos ensaios, procede-se sistematicamente à aferição da qualidade do conjunto manuseio de amostras / análise química, através da comparação de teores dosados e calculados por meio de balanço metalúrgico, normalmente aplicando-se como critério de aceitação o limite máximo de variação, entre valores dosado e calculado, de 10 % relativos.

As dosagens a serem realizadas para acompanhamento dos estudos, devem ser selecionadas em função das informações sobre minérios similares, tomando-se a precaução de efetuar análise completa da amostra inicial (tal qual).

Idealmente, este acompanhamento é feito em número de elementos que cubra os elementos maiores constituintes, e os menores relacionados com o(s) mineral(s) útil(eis), incluindo-se os deletérios para especificações comerciais. Entretanto, face ao elevado número de amostras geradas nos ensaios de caracterização, procura-se sempre reduzir criteriosamente as dosagens, de forma a obter as informações necessárias, minimizando custo e tempo dos estudos.

Particular atenção precisa ser dada aos resultados de análises químicas, pois os produtos gerados em ensaios de caracterização tipicamente mostram teores e assembléias minerais bastante distintos, constituindo-se em problemática peculiar para determinações químicas<sup>1</sup>. Muito freqüentemente são detectados desvios analíticos, pela aferição constante feita durante a caracterização, os quais precisam ser dirimidos junto ao laboratório químico. Ressalta-se que as questões analíticas detectadas na caracterização são, em realidade, antecipação do que ocorrerá no beneficiamento.

A eficiência das operações, principalmente de separações minerais, é aferida ao longo de sua realização por observações em microscópios estereoscópico e óptico de polarização, prática que permite ajuste / otimização das condições operacionais. A *posteriori* esta eficiência é verificada através do balanço metalúrgico.

Análises mineralógicas são realizadas, então, nos produtos das separações minerais, para determinação das características mineralógicas da matéria prima mineral, as quais vão compor o conjunto de parâmetros que determinam seu comportamento no beneficiamento.

#### **4 - PARÂMETROS DA MATÉRIA PRIMA MINERAL**

Os parâmetros da matéria prima mineral que interferem no seu beneficiamento, podem ser indicados de forma genérica, com base naqueles que tem se mostrado importantes para um grande número de casos<sup>2,3,4</sup>. Entretanto, cumpre salientar que as generalizações no tema caracterização tecnológica de matérias primas minerais, são válidas como guias orientativos, as quais tomam por base exemplos de materiais razoavelmente complexos, existindo várias situações mais simples, em que não há sentido o esmiuçar das propriedades.

O primeiro aspecto a verificar é o comportamento na preparação, obtido pela distribuição em massa na classificação granulométrica, avaliando-se o balanço de frações grossas e finas de acordo com conceitos de beneficiamento.

O comportamento na granulometria será decorrente das seguintes características: textura e estrutura, que definem as dimensões e forma de associação dos grãos minerais; estado de alteração dos minerais, decorrente de processos hidrotermais / metassomáticos e/ou supérgenos, e dureza dos minerais componentes.

Um dos parâmetros fundamentais é a distribuição do elemento de interesse na granulometria, dado obtido apenas pelos ensaios de preparação da amostra e análises químicas. Para materiais em que a totalidade do elemento de interesse esteja contida em apenas uma fase mineral, este parâmetro reflete o comportamento do mineral útil na

granulometria, sendo que são bastante comuns casos em que existem duas ou mais fases que contêm o elemento de interesse (por exemplo minérios de titânio, de fosfato).

As fases portadoras do elemento de interesse, na maioria das vezes, têm comportamento diferente nos processos de beneficiamento, ocorrendo freqüentes situações onde uma das fases não responde favoravelmente a eles, e constitui-se, portanto, em mineral de ganga. É, então, importante determinar os minerais portadores do elemento de interesse, a sua partição nas várias fases, e a distribuição destas fases na granulometria, fatores dependentes dos processos geológicos formadores da matéria prima mineral.

Tais dados são produzidos no decorrer dos estudos, conjugando-se os resultados de ensaios de laboratório, análises químicas e mineralógicas, o mesmo ocorrendo com todos os demais parâmetros, sejam eles relativos à mineralogia ou outros.

Os parâmetros relevantes para beneficiamento, que se referem às fases minerais portadoras do elemento de interesse, resumem-se aos seguintes aspectos:

- identidade da(s) fase(s) e sua composição química;
- formas de associações minerais / inclusões;
- impregnação / recobrimento superficial por variedades neoformadas;
- estado de alteração;
- grau de liberação.

Identificado(s) o(s) mineral(is), obtém-se da literatura suas propriedades físicas e a sua composição química teórica, bem como as possíveis substituições por elementos menores constituintes. Muitas vezes torna-se necessária a determinação da composição química da(s) fase(s), através de recursos indiretos baseados em análises químicas de concentrados obtidos em laboratório, ou diretamente por microanálise, principalmente no caso destes elementos serem críticos nas especificações de concentrados.

Além das propriedades do mineral útil, são importantes os dados sobre a ganga, no que se refere à identificação das espécies minerais, conseqüentemente é necessária a obtenção de suas propriedades físicas e químicas, e quantificação ou determinação das proporções minerais. O estudo dos minerais de ganga deve atentar para possíveis subprodutos, detalhando o comportamento de espécies de interesse econômico, tratando-as como mineral útil, com vistas a fornecer subsídios para seu eventual aproveitamento.

As determinações minerais são realizadas através das técnicas de identificação, e a quantificação mineral, que invariavelmente possui caráter estimativo, é feita pela conjugação de identificações com os dados de ensaios de separação mineral e de análises químicas nos produtos destes ensaios.

Não é situação incomum, entretanto, o defrontar com materiais para os quais tais recursos não são suficientes para caracterizar / quantificar os minerais de interesse econômico e/ou a ganga associada. Recorrem-se, então, a técnicas específicas para quantificações mineralógicas.

### 4.3.1 - Formas de Intercrescimento e Liberação

As formas de associações entre as diferentes fases portadoras do elemento de interesse tornam-se importantes sempre que elas apresentarem comportamento diferencial no beneficiamento, e tornam-se críticas quando uma delas é mineral de ganga.

As associações do mineral útil com os de ganga são aspectos que interferem diretamente com a granulometria de liberação, determinando as condições para individualizar partículas monominerálicas.

Feições de exsoluções e inclusões no mineral útil, normalmente de dimensões micrométricas, podem conduzir a liberação em granulometria compatível com tais dimensões, quando são constituídas por elementos indesejáveis nas especificações comerciais. Se, entretanto, forem compostas por espécies que não prejudiquem a qualidade do concentrado comercial, sua presença nos grãos de mineral útil é irrelevante e não interfere na liberação.

Aspecto peculiarmente importante para mineralizações de algum modo vinculadas a processo de alteração supérgena, é a presença de impregnação / recobrimento superficial por variedades neoformadas (óxi-hidróxidos de ferro, argilo-minerais, ou outros), geralmente em películas que recobrem parcial a totalmente as partículas minerais.

Tais partículas, ainda que monominerálicas, têm propriedades de superfície, e por vezes de susceptibilidade magnética, diferentes das apresentadas por partículas límpidas, respondendo de forma distinta ao processo de beneficiamento que se apoie em tais propriedades. Portanto, embora de proporções reduzidas na partícula mineral, trazem sérias implicações no comportamento no processo.

De forma similar, os aspectos de alteração do mineral útil podem modificar substancialmente as características das partículas, interferindo no seu comportamento no beneficiamento, e devem ser considerados no conceito de liberação da matéria prima mineral.

Finalmente, como um dos objetivos prescípios dos estudos de caracterização, obtém-se o grau de liberação do mineral útil, determinando a granulometria onde ocorre a sua individualização em partículas monominerálicas para efeitos do beneficiamento e/ou especificações da matéria prima mineral.

A liberação é dependente dos processos de mineralização determinantes das dimensões de cristalização dos minerais, e obtém-se interessante parâmetro de balizamento na análise da distribuição do tamanho de grãos para 90 a 95% de todas as rochas e minerais de minério, que mostra frequência máxima entre 0,005 e 5 mm<sup>3</sup>.

O grau de liberação, que na sua conceituação tradicional representa a quantidade percentual do mineral útil que está contido em partículas livres em relação ao total, em realidade mostra-se um conceito inadequado ou insuficiente, à medida que a definição de partículas livres, ou monominerálicas, torna-se relativa por feições de inclusões, recobrimentos ou alteração. É imprescindível um equacionamento cuidadoso destes aspectos, para que o dado de liberação obtido na caracterização seja efetivamente um

parâmetro correlacionável com o comportamento da matéria prima mineral no beneficiamento para ele preconizado<sup>2.5.6.7</sup>.

## 5 - PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO

A preparação das amostras em laboratório deve seguir procedimentos compatíveis com o beneficiamento mineral, os quais de alguma forma reproduzam, ou simulem, características físicas e de distribuição de partículas minerais esperadas no processamento da matéria prima mineral.

Tal preparação é aplicada como recurso auxiliar para a caracterização, tanto no que se refere a fornecer parâmetros para futura definição de fluxograma de beneficiamento, como para permitir melhor equacionamento dos estudos das características intrínsecas do material.

Ressalta-se ser prática interessante a realização de procedimentos laboratoriais padronizados sempre que o objetivo for a comparação do comportamento entre várias amostras, provenientes de uma mesma jazida ou não.

O roteiro de procedimento experimental para caracterização de amostras possui uma estruturação básica, indicada na figura 1, que é adaptada e detalhada em função do bem mineral e tipo de matéria prima mineral.

### 5.1 - Técnicas de Preparação de Amostras

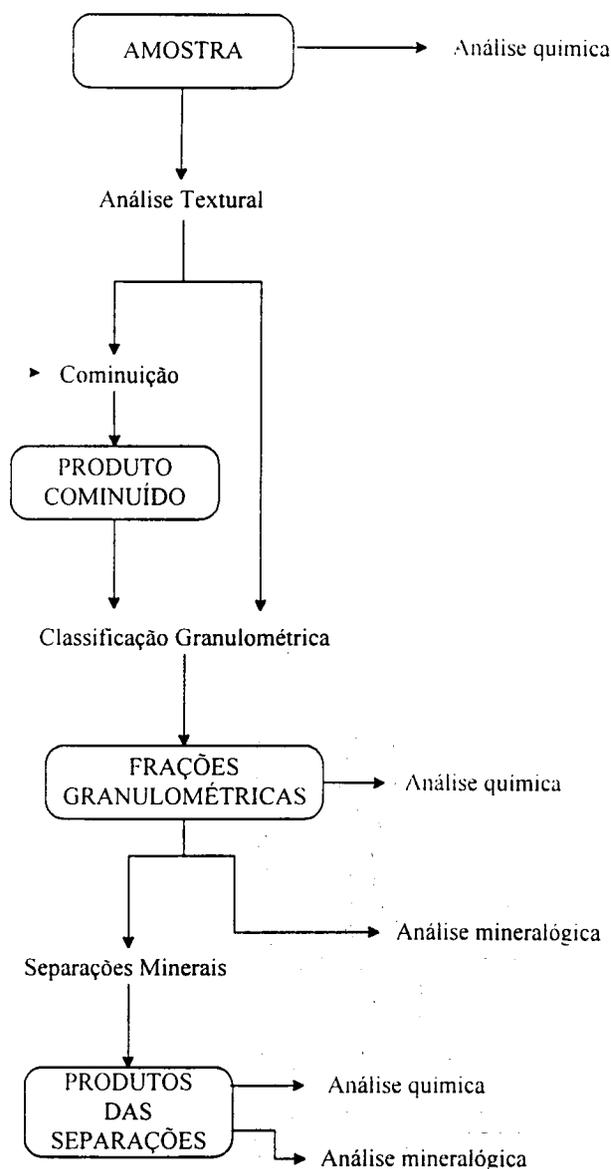
A primeira atividade se refere à redução da granulometria do material, a qual se faz indispensável, sempre que este se encontrar em dimensões maiores que as desejadas.

A granulometria a ser adotada para os estudos é balizada pela granulação dos minerais componentes, e pelas especificações granulométricas do produto (concentrado) mineral desejado, ou do processo de beneficiamento a ser aplicado.

A granulometria dos minerais é obtida por uma análise de textura do material, efetuada por observações macroscópicas acuradas, por vezes com aplicação de microscópio estereoscópico, realizada previamente.

Algumas considerações gerais sobre especificações granulométricas de produto (concentrado) mineral podem ser traçadas:

- Granulometrias grossas, de dimensões da ordem de 2,5 a 10 mm, referem-se a matérias primas para a indústria siderúrgica, tanto minérios metálicos como insumos;
- Processos metalúrgicos pressupõem granulometrias finas, da ordem de milímetros, por vezes com reduzida proporção de finos, abaixo de 0,074 mm;
- Matérias primas para a indústria química costumam ter granulometrias finas a ultrafinas, de dimensões inferiores a 0,150 mm;
- Cargas minerais pressupõem dimensões ultrafinas, inferiores a 0,037 mm.



**FIGURA 1**  
**ROTEIRO BÁSICO DE PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**  
**PARA CARACTERIZAÇÃO DE MINÉRIOS**

Por outro lado, deve ser considerada a faixa ótima de aplicação da maioria dos processos de separação física de partículas, que é entre 5 e 0,010 mm à luz da tecnologia atualmente disponível, com diferentes operações unitárias de concentração mais adequadas para as diversas faixas, como indicado na figura 2.

Materiais que ocorrem naturalmente desagregados muitas vezes não necessitam de redução granulométrica, ou requerem-na apenas para a parcela de fragmentos mais grossos. Neste último caso, frequentemente, faz-se uma classificação granulométrica separando os grossos e os finos naturais, que tendem a apresentar características

diferentes implicando em comportamento distinto no beneficiamento. Estuda-se, então, a amostra em duas porções separadas: os grossos moídos e os finos naturais.

O conjunto de procedimentos para redução de tamanho dos fragmentos, genericamente denominados de cominuição, envolvem as operações de britagem e moagem, sendo que os tipos de equipamentos normalmente utilizados estão indicados na tabela 1.

A forma de cominuição pode ser variada, procurando-se adotar procedimentos que evitem a geração excessiva de finos, e que, ao mesmo tempo, possam gerar um produto cuja distribuição granulométrica seja, de alguma forma, correlacionável com o que se espera obter numa operação em escala industrial. Neste sentido, é prática comum conjugá-la com peneiramento na granulometria máxima desejada, em circuito fechado, com retorno à cominuição apenas do material grosso, retido na peneira.

A cominuição normalmente passa por uma etapa de britagem que reduz o material a dimensões da ordem de 6,3 a 25,4 mm, faixa de granulometria mais usual na escala de caracterização. Granulometrias mais finas são obtidas por operação de moagem, iniciando-se por operação a seco em moinho de rolos, que pode reduzir as dimensões das partículas até abaixo de 0,84 mm, e posterior moagem em moinhos de jarros ou similares.

A moagem feita em moinhos de jarros, é uma operação a úmido, com preenchimento de carga de meios moedores (bolas ou barras), de água e de material adaptado a partir de índices de operações industriais, podendo ser realizada em batelada ou simulada, em procedimento que visa simular uma operação contínua.

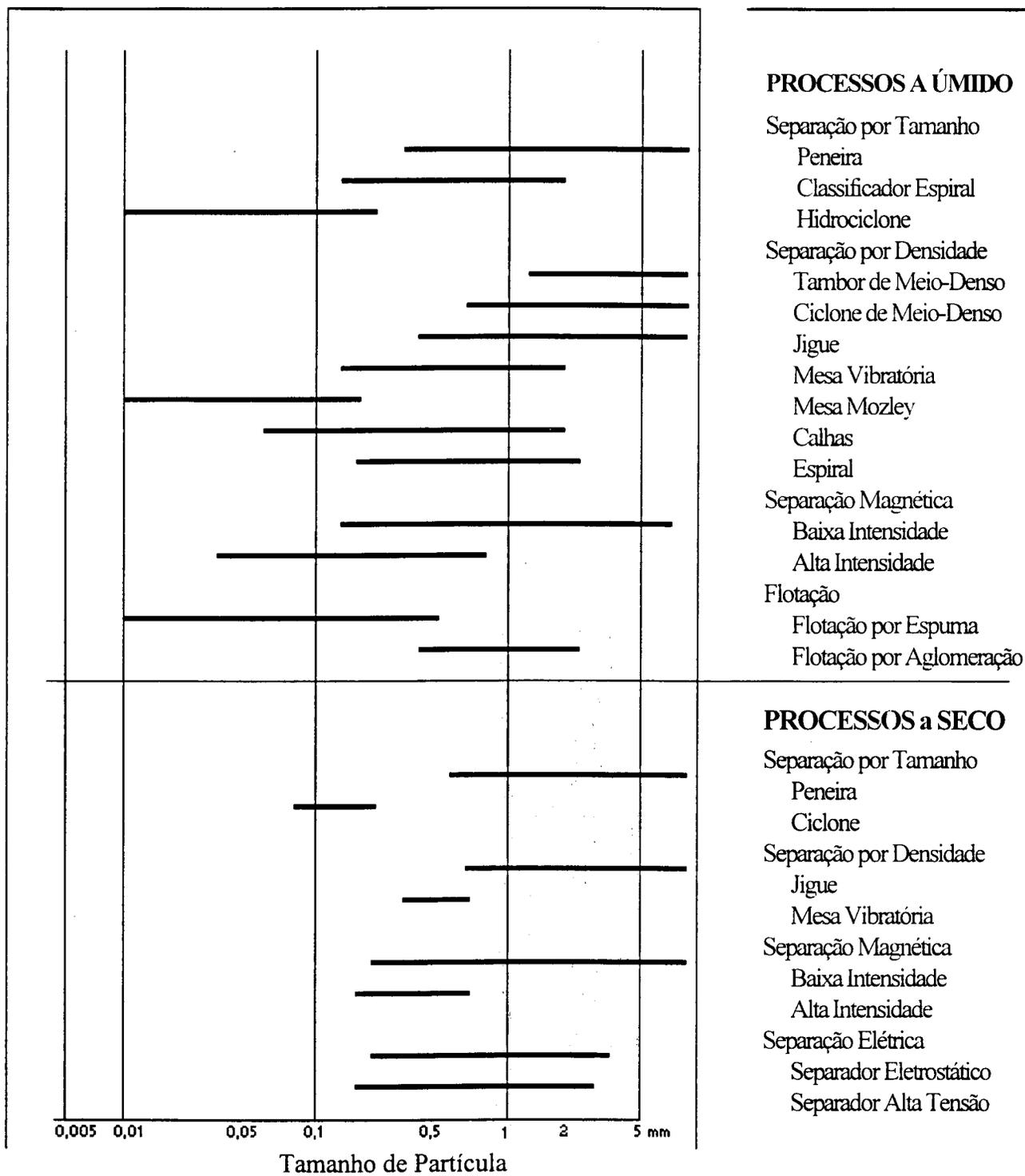
Existem, na literatura especializada, descrições de procedimentos para simulação de moagem em escala de laboratório, que fornecem interessantes guias para preparação de amostras para caracterização. Ressalta-se que o fundamental é que possibilitem a obtenção de uma distribuição granulométrica correlacionável com o produto industrial <sup>2,7,8,9,10</sup>.

A atividade seguinte, invariavelmente aplicada nos estudos de caracterização de matérias primas minerais, é a classificação granulométrica.

Em materiais naturalmente desagregados ou em produtos de cominuição, a verificação da distribuição do tamanho das partículas com a partição do elemento útil nesta distribuição, é parâmetro fundamental na caracterização. Além da obtenção dos parâmetros, a classificação granulométrica tem por objetivo individualizar frações para posteriores análises e separações minerais.

O peneiramento, manual ou mecanizado, em procedimentos a seco ou a úmido, é o recurso básico utilizado, tratando-se de operação fartamente descrita e discutida na literatura especializada, tanto dos segmentos de beneficiamento mineral, como de mineralogia, sedimentologia e outros.

Em alguns casos, para auxílio na remoção de películas / agregados argilosos, aplica-se ultra-som ou atrição, porém os dois procedimentos podem interferir significativamente na distribuição granulométrica original da amostra por quebra de partículas. Sua utilização deve ser criteriosa e apenas em casos específicos, não generalizada.



**FIGURA 2**  
**GRANULOMETRIA DE APLICABILIDADE DOS PROCESSOS DE BENEFICIAMENTO 1,5**

Os equipamentos de ultra-som, de uso em laboratório, possuem cubas de tamanho variado, e permitem o desprendimento de películas por vibração ultra-sônica das partículas imersas em meio líquido. A atrição normalmente é realizada em células próprias, equipamentos usuais para ensaios de beneficiamento em escala de bancada (vide tabela 4), que promovem choque / atrito das partículas entre si.

**TABELA 1**  
**Metodologias Aplicadas na Preparação de Amostras para Caracterização**

Atividade	Metodologia / Tipo de Equipamentos
Cominuição / britagem	britador de mandíbulas
	moinho de martelos
Cominuição / moagem	moinho de rolos
	moinho de jarros (bolas e/ou barras)
Classificação granulométrica	peneiramento / infrapeneiramento
	classificação em microciclones / cicloclassificador
	sedimentação / sedimentação por centrífuga

A classificação por peneiramento abrange granulometrias finas até 0,037 mm, sendo atualmente também disponíveis telas metálicas de peneiras com dimensões de até 0,005 mm<sup>11,12,13,14,15</sup>, em faixas de granulação tradicionalmente denominadas de infrapeneiramento. Entretanto, a operação de classificação nas granulometrias de infrapeneiramento é extremamente morosa, fato que somado à fragilidade das telas e alto custo das mesmas, faz com que seja recurso de uso limitado e para casos especiais.

Para classificações em granulometrias inferiores a 0,074 mm recorre-se, usualmente, a técnicas de separação por ciclonagem, que se apoiam na lei de Stokes com efeito de centrifugação.

O cicloclassificador<sup>16</sup> é um dos recursos usados, o qual propicia classificação em seis faixas de tamanho, cujos limites de granulação são variáveis em função da densidade das partículas componentes da matéria prima mineral, sendo o corte inferior da ordem de 0,013 a 0,020 mm.

Trata-se de uma técnica de operação relativamente rápida, porém limitada por requerer massas inferiores a 50 g de material, sendo inadequada quando o interesse reside nos ultrafinos (<0,013 mm), pois uma parcela destes é perdida no ensaio.

Alternativamente, e como melhor técnica para processar massas da ordem de centenas de gramas a quilos de material, a ciclonagem pode ser realizada em microciclones de laboratório (25 ou 12,5 mm de diâmetro)<sup>17,18</sup>. Para melhor eficiência da separação, a operação deve ser realizada em circuito fechado com retorno do produto grosso, promovendo lavagem intensa dos grãos minerais.

Como técnica tradicional e válida, quando não se dispõe de recursos laboratoriais alternativos, cita-se o ensaio de sedimentação em proveta, cujo procedimento operacional tem sido objeto de publicações técnicas nas áreas de beneficiamento mineral, engenharia hidráulica, saneamento, sedimentologia, engenharia civil, dentre outras<sup>11,12,13,15,19</sup>. A morosidade deste ensaio, particularmente nas frações mais finas (<0,002 mm), inviabiliza sua utilização rotineira.

As técnicas de análise granulométrica, atualmente com ampla gama de alternativas de métodos<sup>13,14,15,19,20</sup>, indicadas na tabela 2, fornecem a distribuição granulométrica de partículas, e constituem-se em recurso de importância na caracterização de matérias primas minerais.

TABELA 2

## Principais Métodos de Determinação do Tamanho de Partículas Aplicados no Setor Mineral

TÉCNICAS	MÉTODO	Tamanho (micrômetros)	Equipamentos Disponíveis
Classificação	Peneiramento	37 a 4.000	peneiras, vibradores
	Infrapeneiramento	5 a 37	peneiras
Processos Dinâmicos	Ciclonagem	2 a 50	microciclone
	Elutriação a úmido	13 a 100	cicloclassificador
	Por gravidade	1 a 100	pipeta de Andreasen
	Por centrifugação a úmido	0.01 a 100	
	Por centrifugação a seco		classificador pneumático
Varredura de Campo	Microscopia óptica	0,5 a 20.000	
	Microscopia eletrônica de varredura	0,05 a 500	
Varredura de Fluxo	Espalhamento de luz	0,1 a 1.000	analísadores por difração laser
		0,1 a 100	Sedigraph

Ressalta-se que apenas as técnicas de classificação granulométrica possibilitam a geração de frações de partículas para estudos de liberação e determinação de composição mineral.

## 5.2 - Técnicas de Separações Mineraiis

Na seqüência, via de regra, realizam-se ensaios de separação, cujo objetivo é concentrar espécies minerais, baseados em uma ou mais propriedades que as diferenciem, isolando os minerais de ganga do mineral útil, para detalhar a investigação de suas características.

Nestes ensaios atinge-se maior eficiência operacional, ou maior pureza de produtos, quanto mais estreita a faixa de dimensões de partículas nas frações: entretanto o fracionamento granulométrico excessivo nem sempre acrescenta informações relevantes e, por multiplicar tempo e custos dos estudos, deve ser aplicado com critério, apoiado por observações em microscópio estereoscópico.

Vários são os recursos de separações em escala de caracterização, conforme indicado na tabela 3, e os recursos / equipamentos de beneficiamento em escala de laboratório utilizados para a caracterização, como indicado na tabela 4.

A escolha do método, ou conjugação deles, é baseada nas propriedades das espécies minerais componentes do material em estudo, e a seleção do tipo de recursos / equipamentos, dependente de disponibilidade e facilidade operacional.

**TABELA 3**  
**Metodologias Aplicadas para Separações Minerais na Escala de Caracterização**

Tipo de Separação	Recurso Laboratorial / Equipamentos (referências bibliográficas)
Separações por densidade	líquidos densos / suspensões densas <sup>2,5,21,22,23,24,25,26</sup> separadores magneto-densitários <sup>5,27,28,29</sup> mesa Mozley <sup>30</sup> batéia ( manual ou mecanizada)
Separações magnéticas	ímã permanente (ímã de mão) <sup>5,21,22,23, 24, 26</sup> separadores magnéticos Frantz <sup>2,21,22,31,32,33,34</sup> tubo Davis
Recursos Especiais	determinação de potencial zeta/ponto de carga zero <sup>2</sup> microflotação (tubo de Hallimond)

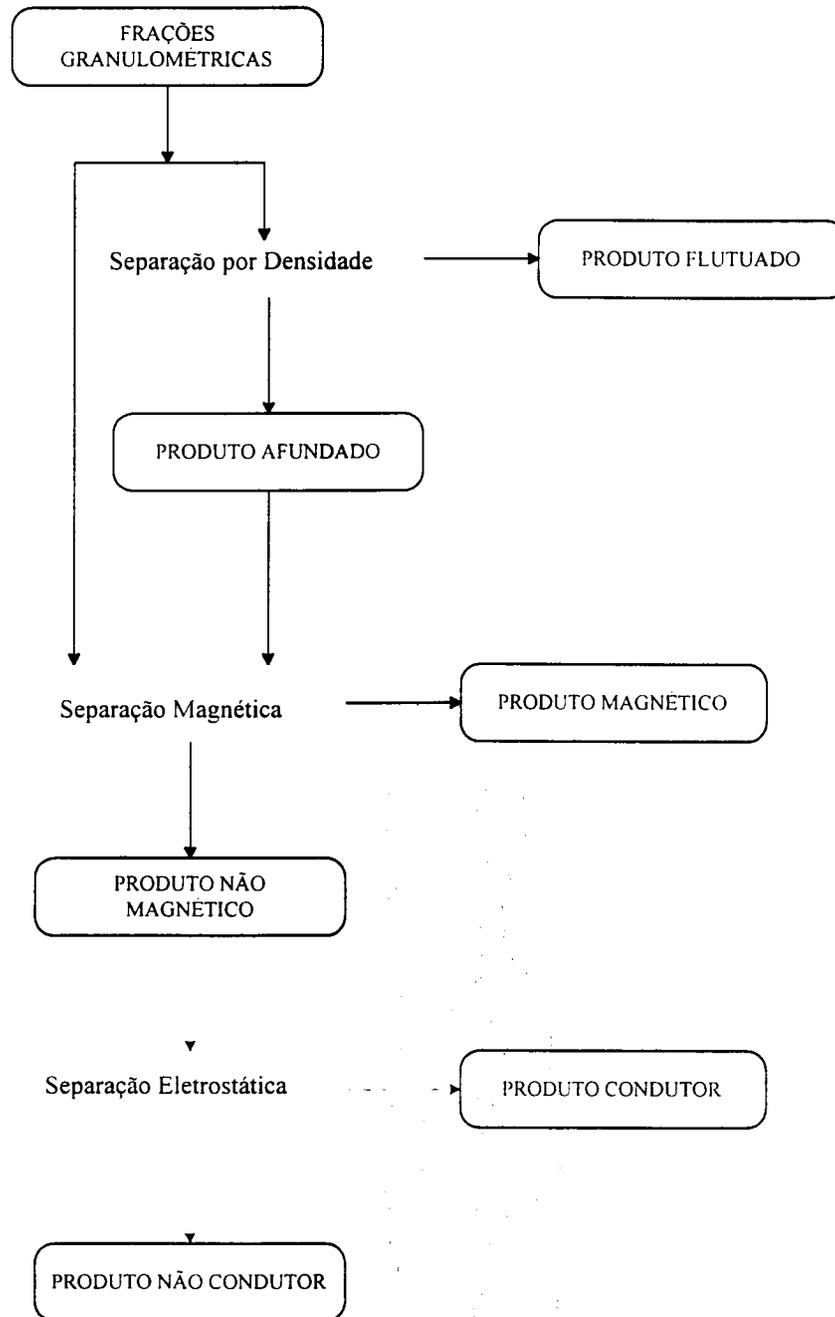
Uma organização genérica seqüencial de técnicas de separação, consistindo em procedimento usual básico (vide figura 3), consta de: separação por densidade, separação magnética no produto composto por minerais pesados, e, em casos específicos, separação eletrostática no produto não magnético.

O critério principal é a seleção de metodologias / equipamentos que possibilitem a realização de separações essencialmente devidas às propriedades dos grãos minerais, com interferência operacional minimizada, conceituando-se como *separação ideal* aquela que se reporta exclusivamente às propriedades físicas das partículas.

Tem-se como meta a obtenção de parâmetros que se refiram às características da matéria prima mineral o mais independentemente possível do desempenho operacional dos ensaios. Neste sentido as técnicas laboratoriais de caracterização desenvolveram-se na adaptação / implementação de métodos de mineralogia e de beneficiamento em escala de laboratório, escolhendo dentre estes últimos aqueles que possam atender, por operações cuidadosas, o critério de separações ideais.

A maioria dos equipamentos de beneficiamento em escala de laboratório, dificilmente consegue promover separações minerais eficientes em operação individualizada e descontínua, tipicamente requerem otimização das condições de ensaio para cada material processado, em operações mais contínuas. Trata-se de situação poucas vezes real nos estudos de caracterização, até pela disponibilidade de massas de material, devendo sua aplicação ser criteriosa.

Ressaltz-se que, os parâmetros obtidos através de ensaios de caracterização não se constituem em parâmetros de engenharia ou aqueles a serem diretamente aplicados como índices de beneficiamento, por estarem afeitos às propriedades do material, e se referirem, portanto, a separações ideais. Parâmetros de beneficiamento se reportam à interação dos parâmetros da matéria prima mineral com o desempenho operacional dos processo / equipamento, em alguns casos significando valores inferiores, e em outros superiores pelo efeito de recirculação de produtos intermediários.



**FIGURA 3**  
**ROTEIRO BÁSICO DE APLICAÇÃO DAS SEPARAÇÕES MINERAIS**

Os processos de concentração no beneficiamento mineral dependem das propriedades da matéria prima mineral, ou mais precisamente das características das partículas que a compõem, tais como tamanho das partículas, propriedades físicas dos minerais (peso específico, susceptibilidade magnética, etc..) e liberação. Qualquer processo / equipamento de beneficiamento permite separação / concentração das partículas que atendam a uma determinada, e típica, faixa de variação da(s) propriedade(s) em foco.

**TABELA 4**  
**Recursos e Ensaio de Tratamento Mineral em Escala de Bancada de Apoio à Caracterização**

Metodologia de Concentração / Tratamento	Tipo de Equipamento ( escala de laboratório)
Atrição	célula de atrição
Separação por densidade	mesa vibratória
Separação magnética	polia magnética (imã permanente) separador de rolos induzidos <sup>5</sup> separador de imã de terras raras separadores de matrizes (WHIMS, HGMS) <sup>35,36</sup>
Separação eletrostática	separador de rolos separador de placas - placa/tela <sup>5</sup>
Flotação	células mecânicas de bancada coluna de flotação

Considerando a conjugação destes dois fatores, existirá no minério um conjunto de partículas cujas propriedades físicas permitem a sua separação. Tal população de partículas mostra uma distribuição de frequência da(s) propriedade(s) em foco que pode ser traduzida por uma curva de frequência, que se constitui na *curva de separabilidade* <sup>12</sup>, a qual habilita à previsão do comportamento do material na separação.

Ressalta-se que a curva de separabilidade indica a separação ideal, ou o máximo de separação que pode ser alcançado no minério em função de suas propriedades físicas, significando meta a ser buscada no processo. A caracterização tecnológica deve procurar obter o levantamento das curvas de separabilidade, fornecendo os parâmetros da matéria prima mineral que, em complemento a dados de eficiência de separação e da equação que a rege, possibilitem simulações matemáticas da separação a ser obtida no processo em escala industrial.

### 5.2.1 - Técnicas de Separação por Densidade

O conjunto de operações mais freqüentemente aplicado se refere a separações em função da diferença de densidade dos minerais, destacando-se entre elas as separações em meio-denso, as quais se apoiam na capacidade ou não de sedimentação das partículas quando imersas em líquido de uma dada densidade.

Separações utilizando líquidos orgânicos densos constituem-se em técnica tradicional de mineralogia e sedimentologia, sendo que os líquidos conhecidos cobrem faixa de densidade desde 1,6 até 4,3 g/cm<sup>3</sup>. Densidades maiores podem ser alcançadas com suspensões densas, compostas de materiais densos micronizados, as quais, entretanto, apresentam problemas de estabilidade e têm uso menos difundido. Esta é uma técnica que permite realizar separação ideal, a qual se reporta quase exclusivamente às propriedades das partículas minerais.

A operação de separação é feita em baldes para partículas grossas com dimensões superiores a 10 mm, em bequers para partículas de dimensões até 0,8 mm, funis de separação para partículas de até 0,1 mm, ou em centrífuga, para partículas de até 0,01 mm, sendo que para granulometrias de dimensões menores a eficiência da operação é muito baixa. Os limites granulométricos mencionados têm caráter indicativo.

Como recurso alternativo de separações por densidade citam-se separadores magneto-densitários, dos quais existe um único equipamento comercializado, Magstream, o qual conjugando forças geradas em fluido paramagnético sob a ação de um campo magnético, com forças gravitacionais ou centrífugas, logra estabelecer gradiente de densidades que habilita a separações em densidades de 1,5 a 20 g/cm<sup>3</sup>.

Embora seja uma proposta interessante como metodologia, seu uso requer cuidados operacionais pela sensibilidade das condições de operação, com eficiência de separação bem inferior à obtida com os líquidos orgânicos, sendo sua aplicação indicada em complementação a estes para faixas de densidades mais elevadas.

Deve ser feita referência aos procedimentos de bateamento manual, muito difundido em operações de campo em apoio à prospecção e pesquisa mineral, que é também adotado em alguns laboratórios, por batéias manuais ou mecânicas. A metodologia se apoia na velocidade diferencial impressa aos minerais num fluxo em meio aquoso, sendo um procedimento rudimentar, que promove perda de finos, e pouco recomendado pela baixa reprodutibilidade dos resultados. Entretanto, sua aplicação no caso de materiais naturalmente desagregados permanece devido à praticidade e baixo custo, tomando-se o cuidado de padronizar os procedimentos.

A mesa Mozley (modelo C-900), equipamento que promove separações em meio aquoso através de movimentos de oscilações, construído de forma a reproduzir os movimentos de bateamento, é a alternativa mais interessante para separações em densidades superiores aos líquidos densos, ou mesmo em substituição a estes em alguns casos específicos. É um equipamento onde pode-se obter resultados mais reprodutíveis que o bateamento, mas requer cuidados operacionais com acurado controle visual da qualidade dos produtos.

Em alguns segmentos tem-se utilizado mesas vibratórias para preparação de amostras de caracterização, metodologia que, operando em ensaios descontínuos, apresenta elevada imperfeição operacional, motivo pelo qual na maioria dos casos fornece produtos mistos, não adequados para os estudos. Sua utilização é recomendada apenas para operações de desbaste visando redução de massa, com aprimoramento *a posteriori* por outro método, no caso de elevado conteúdo de minerais leves.

### 5.2.2 - Técnicas de Separação Magnética

Outro conjunto de operações de uso freqüente são as separações baseadas na diferença de susceptibilidade magnética dos minerais, e se apoiam no seu comportamento quando submetidos à ação de um campo magnético externo, sendo que os recursos existentes de equipamentos estão também indicados na tabela 3.

Separações magnéticas costumam ser realizadas nos concentrados de minerais pesados, desde que os minerais ferromagnéticos apresentam elevada densidade. Também têm intensa aplicação na caracterização de películas / impregnações por óxidos de ferro em minerais de densidades baixas.

O procedimento mais difundido é a separação magnética a imã permanente, sendo realizado em escala de caracterização normalmente por imã de mão em operação criteriosa, que evita arraste mecânico de grãos de minerais de menor susceptibilidade magnética. Tal procedimento costuma apresentar excelente eficiência, face ao forte magnetismo dos minerais concentráveis nesta intensidade de campo, essencialmente aqueles do grupo das magnetitas (espínelios ferrosos) e alguns do grupo da pirrotita.

Outro recurso para separação magnética de baixa intensidade é por operação a úmido em polia magnética, escala de laboratório, operação que pode ser razoavelmente reprodutível e eficiente nos ensaios descontínuos, em alguns casos adequando-se para os estudos de parâmetros da matéria prima mineral.

Para separações magnéticas ideais, ou com desempenho operacional otimizado, recorre-se aos separadores Frantz, de uso tradicional em mineralogia. Tais separadores operam a seco, submetendo um fluxo de partículas a um campo magnético com intensidade variável e ajustável pelo operador, gerado através de uma bobina elétrica, que promove caminhamento diferencial das partículas magnéticas, e logra separar minerais de relativamente baixa susceptibilidade magnética específica. Existem dois modelos básicos deste equipamento, com princípios operacionais algo distintos, ambos aplicáveis em caracterização: o tipo isodinâmico, mais antigo e de uso consagrado, e o tipo de barreiras.

O Separador Isodinâmico Frantz mantém a força magnética sobre as partículas constante ao longo de toda a zona de separação, conseguindo separar minerais com susceptibilidade magnética específica de  $0,2 \times 10^{-6}$  a aproximadamente  $600 \times 10^{-6}$ , tanto diamagnéticos como paramagnéticos. É um equipamento ideal para se trabalhar com granulometrias entre 0,6 e 0,04 mm, e, ao lado de sua elevada eficiência de separação mostra baixa taxa de alimentação, sendo mais indicado para pequenas massas de amostras (menor 50 g).

O Frantz de barreiras mostra desenho do equipamento e características de operação similares ao isodinâmico, possuindo arranjo diferente para geração do campo magnético, o qual possibilita a criação de gradiente mais elevado de forças magnéticas, melhorando a eficiência da separação. Na prática, isto possibilita separações em faixa de susceptibilidades um pouco mais ampla (materiais diamagnéticos), habilitando ainda o equipamento a maior capacidade de alimentação, com desempenho similar, e operações com limites de granulometrias de 2 a 0,01 mm.

Separadores magnéticos de rolos induzidos a seco, em escala de bancada, constituem-se em boa alternativa para separações magnéticas até alta intensidade de campo. A separação é realizada pelo desvio do percurso de partículas com maior susceptibilidade magnética, em campo magnético gerado por uma bobina. Embora a separação dependa mais das condições operacionais, consegue-se estabelecer procedimentos / condições que a tornam função basicamente das diferenças de susceptibilidade magnética dos minerais. São disponíveis equipamentos para realização de ensaios com massas pequenas de amostras.

Os separadores magnéticos que utilizam matrizes de operação (WHIMS, HGMS), promovem separação a partir da captura de espécies minerais magnéticas em malha de fios ou matriz imantada, a partir de um fluxo de partículas suspensas em meio aquoso.

Nesta categoria de equipamentos, o desempenho da operação é controlado por meio da regulação do fluxo de alimentação (velocidade e densidade de sólidos na suspensão) e da intensidade do campo magnético, sendo críticos os fenômenos de interação das forças magnéticas estáticas entre o elemento da matriz e das partículas, bem como entre as partículas. Tais aspectos tornam a separação significativamente dependente de condições operacionais, e das granulometria / assembléia mineral da alimentação, motivos pelos quais sua aplicação na caracterização é pouco difundida, sendo utilizado principalmente para finos e ultrafinos (abaixo de 0,1 mm).

O tubo Davis também se baseia na captura de espécies minerais magnéticas a partir de um fluxo de partículas normalmente suspensas em meio aquoso, quando este é submetido a um campo magnético. Neste caso, não existem matrizes, e as partículas são capturadas ao longo do tubo disposto entre os pólos, arranjo que, na prática, logra separação de espécies de susceptibilidade magnética maior por gerar forças magnéticas menores (ferromagnéticos e mais fortemente paramagnéticos).

### **5.2.3 - Técnicas Diversas de Separação Mineral**

Para matérias primas minerais com assembléias de minerais de alta densidade e não magnéticos, podem se tornar importantes recursos de separações eletrostáticas, as quais baseiam-se nas diferenças de condutividade elétrica das espécies minerais. Baseiam-se em promover, através do fluxo do material seco em atmosfera carregada de íons (obtida por eletrodos submetidos a altas tensões), desenvolvimento de cargas na superfície das partículas, as quais após contato com uma superfície metálica têm caminamento diferencial: as partículas condutoras descarregam e acompanham o fluxo da alimentação, as não condutoras tendem a permanecer aderidas à superfície metálica.

Os equipamentos existentes, vide tabela 4, são para ensaios de beneficiamento em escala de laboratório, e sua capacidade de alimentação é de dezenas de quilos/hora, extrapolando a escala de caracterização. Além disto, sua operação depende de muitas variáveis tanto do equipamento, como de condições de temperatura e umidade do material de alimentação e do ambiente. Como recurso de caracterização podem ser aplicados em casos muito específicos, nos quais esta se funde com o desenvolvimento de processo.

A caracterização das propriedades físico-químicas superficiais das partículas, com vistas à separações minerais seletivas nelas baseadas, visa fornecer subsídios a processos de beneficiamento por flotação. Trata-se de uma temática complexa pelos vários fatores envolvidos neste tipo de processo, que associa as características do mineral útil e da assembléia mineral, com diversos tipos de reagentes e a ação deles na superfície dos grãos, sendo sensível às condições do meio aquoso em que se processa a separação.

Citam-se a determinação do potencial zeta e a microflotação em tubo de Hallimond, como recursos de caracterização utilizados com o objetivo de obter parâmetros de flotação. Nenhuma das duas técnicas, porém, tem se mostrado adequada para caracterizar o comportamento de minerais. A prática adotada tem sido complementar os estudos com a realização de ensaios padronizados, em escala de laboratório (0,25 a 2 kg de amostra), a partir de informações obtidas em literatura e/ou experiência no beneficiamento de minérios similares, que permitam, de alguma forma, vislumbrar o comportamento do material frente a este processo.

Outros recursos para a caracterização de matérias primas minerais de aplicação muito específica não foram aqui referidos, pois extrapolam os objetivos da compilação de procedimentos e técnicas mais usuais e de ampla aplicação no setor mineral. Da mesma forma, não foram incluídos testes tecnológicos específicos, tais como testes cerâmicos.

## **6 -ANÁLISES MINERALÓGICAS**

Na caracterização tecnológica de matérias primas minerais, análises mineralógicas constituem-se em recurso essencial na identificação dos constituintes e determinação de suas propriedades.

São de importância similar as técnicas / recursos de análises que possibilitam a quantificação das espécies minerais, viabilizando a determinação da composição mineral, ainda que estimativa, e do grau de liberação do mineral útil.

### **6.1 - Identificações de Espécies Minerais**

As técnicas que acessam a observação e a identificação das espécies minerais são fundamentais na determinação dos parâmetros da matéria prima mineral, sejam eles mineralógicos ou não. As mais usuais, aplicadas à caracterização, estão sumarizadas na tabela 5.

A utilização delas pressupõe certo recurso laboratorial e alguma experiência no assunto, sendo que as mais sofisticadas, normalmente são mais dispendiosas e exigem operação por um especialista.

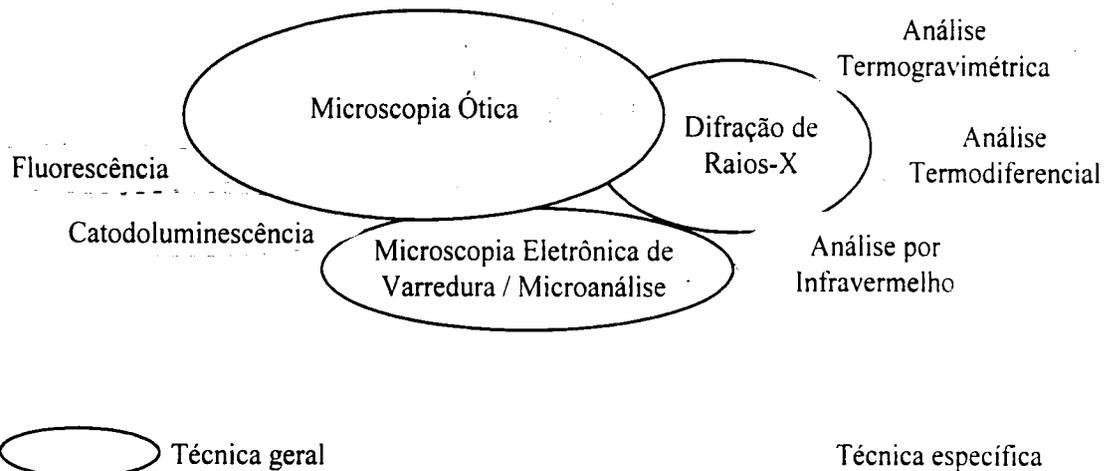
Serão aqui discutidas as técnicas tradicionais mais comuns na caracterização de matérias primas minerais. Ressalta-se existirem, atualmente, inúmeras outras utilizadas em estudos de Ciência e Engenharia de Materiais, as quais mostram-se adequadas para alguns segmentos específicos de matérias primas minerais.

Na identificação dos minerais componentes de uma assembléia, deve-se ter presente que, na maioria dos casos, não é suficiente uma única técnica de análise, fazendo-se necessária a conjugação de duas ou mais.

**TABELA 5**  
**Técnicas de Mineralogia de Uso mais Difundido na Caracterização de Minérios**

Técnica		Propriedades
Microscopia Óptica <sup>2.3.4.5.37.38</sup>	microscópios estereoscópicos	forma. cor. alterações. propriedades ópticas. associações. liberação
Difração de Raios-X <sup>5.39.40.41.42.43</sup>	método do pó câmara de monocristal	estrutura cristalina
Microscopia Eletrônica de Varredura <sup>44.45.46</sup>	microscópio eletrônico de varredura	forma. associações. liberação
Sistemas de Microanálise <sup>46.47.48</sup>	dispersão de energia (EDS) dispersão de comprimento de onda (WDS)	composição química
Recursos Diversos	Análise Termodiferencial <sup>49</sup> Análise Termogravimétrica <sup>50</sup> Análise por Infravermelho <sup>51.52</sup>	transformações de fases composição química
Luminescência	Catodoluminescência <sup>53</sup> Fluorescência <sup>54</sup>	excitação por elementos ativadores

A figura 4 traz um croqui ilustrativo da conjugação usual de técnicas de caracterização tecnológica, classificadas em técnicas de aplicação mais genérica e as de uso específico para determinadas espécies minerais ou para dirimir dúvidas. Tal quadro pode modificar-se completamente no estudo sistemático e rotineiro de matérias primas minerais conhecidas, onde houve pré-seleção de técnicas mais adequadas de investigação.



**FIGURA 4**  
**CONJUGAÇÃO USUAL DE TÉCNICAS DE MINERALOGIA APLICADAS À CARACTERIZAÇÃO**

A identificação é preferencialmente realizada em produtos das separações minerais, que além de fornecerem algumas propriedades físicas dos minerais, também promovem concentrações das espécies, reduzindo o número de minerais na assembléia das amostras analisadas, o que facilita a sua determinação em qualquer das técnicas descritas na seqüência.

### 6.1.1 - Técnicas de Microscopia Óptica

A microscopia óptica é o recurso mais básico e tradicional, tanto utilizando microscópios estereoscópicos como petrográficos. Destaca-se que a mineralogia de apoio à caracterização é essencialmente relacionada com partículas minerais, monominerálicas ou não, sendo menos freqüente a análise em fragmentos de rocha.

Microscópios estereoscópicos, ou lupas binoculares, constituem-se em recursos imprescindíveis na caracterização, desde as primeiras observações das propriedades do material prévias aos estudos, para orientação do planejamento dos mesmos, até o acompanhamento dos ensaios de separações minerais, para afinamento das condições operacionais, bem como na própria identificação mineral.

Equipamentos padrão têm recursos de luz incidente e possibilitam obter os seguintes dados sobre as partículas ou grãos minerais: formas / hábitos, características de superfície, cor e associações minerais; sendo que os mais completos dispõem também de recursos para luz transmitida e sistemas de polarização de luz, possibilitando a determinação de propriedades ópticas. As observações são feitas sem quaisquer montagens dos grãos, e a faixa de aumento típica é de 10 até 500 vezes.

Os microscópios petrográficos, com recursos de observação em luz transmitida e/ou refletida, têm capacidade típica de aumento 30 a 1.000, podendo atingir até 2.000 vezes. São utilizados para as identificações mais detalhadas, em produtos finais das separações, e exigem montagem do material.

Para observações em luz transmitida, próprias para minerais transparentes ou translúcidos, vários procedimentos de montagens são usadas, conforme o tipo e granulometria do material; são elas:

- não fixas, diretamente em lâminas de vidro cobertas por lamínulas, por imersão a óleo ou bálsamo - ideal para grãos límpidos e granulometrias finas (0,3 a 0,01 mm);
- fixas, diretamente em lâminas de vidro cobertas por lamínulas, por imersão a bálsamo cozido ou resina - quando é necessário o arquivamento das montagens;
- seções delgadas através de montagem prévia dos grãos em resina, corte da amostra resinada em fatia, colagem em lâmina de vidro e desbaste até atingir espessura de lâminas petrográficas (0,03 mm), recobrimento com lamínula - próprias para grãos com recobrimento / impregnação superficial e granulometrias grossas (3,5 a 0,3 mm);

- seções delgadas / polidas obtidas pelo polimento das seções descritas acima (sem recobrimento com lamínula) <sup>55</sup>.

Observações em luz refletida, recurso adequado para minerais opacos, exigem confecção de seções polidas, feitas a partir do corte e polimento de montagens dos grãos em resina, sendo que opcionalmente pode-se usar seções delgadas / polidas <sup>56</sup>. Acessórios de medida de refletividade e o microdurímetro Vickers, ambos de aplicação mais difundida em metalografia, constituem-se em recursos complementares na identificação de minerais opacos, através da determinação de refletância e de microdureza dos grãos <sup>5,23</sup>.

### 6.1.2 - Técnicas Diversas de Identificação Mineral

A difração de raios-X, metodologia que permite a determinação das fases a partir de espectro gerado por sua estrutura cristalina, é ferramenta extremamente útil na identificação de espécies minerais. Na caracterização é comumente aplicada em duas modalidades básicas: método do pó e câmaras de monocristal.

O método do pó é adequado para determinação de maiores constituintes da assembléia mineral, sendo tanto mais conclusivo na identificação quanto menor o número de espécies presentes. Misturas complexas, com muitos minerais e/ou séries isomorfas e/ou grupos com estrutura cristalina similar, são de difícil identificação. As amostras são pulverizadas (abaixo de 0,037 mm) e prensadas em porta amostras apropriados para cada equipamento.

As câmaras de monocristal, muito utilizadas para análise de grãos individuais, tanto na sua identificação como na determinação de parâmetros de cela unitária, atualmente podem ser parcialmente substituídas pelo método do pó, com configuração de equipamento / intensidade de raios-X e montagens da amostra adequados. Sua principal aplicação atualmente reside na determinação de parâmetros cristalográficos.

A microscopia eletrônica de varredura produz a imagem resultante da interação de um feixe de elétrons com a amostra, permitindo aumentos de 30 a 100.000 vezes. Em sua configuração padrão é apropriada para análise de formas de partículas.

Para análise em microscopia eletrônica de varredura, as amostras precisam ser recobertas por uma película (filme) condutora, podendo ser observadas diretamente na forma de grãos ou partículas coladas a um suporte, ou montagens em lâminas delgadas sem lamínula ou seções polidas, como supra indicadas para a microscopia óptica.

O microscópio eletrônico de varredura, quando conjugado com detetores de elétrons retroespalhados, permite a distinção entre espécies minerais pela diferença de número atômico médio dos elementos constituintes, através de tons de cinza.

A identificação das espécies minerais é auxiliada pela determinação da sua composição química, o que pode ser obtido por sistemas de microanálise, que habilitam à análise de elementos em áreas pequenas, de até 0,001 mm (análises pontuais). A metodologia de análise aplicada é a espectrometria por fluorescência de raios-X, utilizando detetor de dispersão de energia (EDS), ou de dispersão de comprimento de onda (WDS), ambos adequados para análises qualitativas de elementos, e para as

quantitativas diferindo em resolução / sensibilidade: a primeira com capacidade para determinações de teores de 0,1 a 100%, e a segunda desde teores da ordem de dezenas a centenas de partes por milhão ( $> 0,01 \%$ ).

Os sistemas de microanálise são acopláveis ao microscópio eletrônico de varredura, ou montados em equipamentos específicos de microsonda. Para as microanálises, especialmente nas determinações quantitativas, é imprescindível que a superfície do material esteja bem polida, para obtenção de precisão e exatidão analíticas.

Dentre os inúmeros outros recursos de análise de fases atualmente disponíveis, são mencionados abaixo alguns de aplicação mais extensiva para os estudos de caracterização, como indicado na tabela 5.

A análise termodiferencial permite a verificação do comportamento de minerais sob condições de aquecimento e atmosfera controladas, permitindo a identificação de espécies por comparação do espectro de temperaturas em que são observadas transformações de fase, com os padrões obtidos para substâncias puras. Muitas vezes complementa-se este recurso com difração de raios-X, na identificação das fases de transformação geradas na análise. A técnica exige quantidades de alguns microgramas de material, pulverizado.

Análises termogravimétricas, aplicadas em conjugação com a termodiferencial ou isoladamente, permitem detectar variações de peso sob condições de aquecimento e atmosfera controladas, as quais são relacionadas com transformações minerais a partir de comparação com padrões de banco de dados estabelecido para substâncias puras.

Finalmente, citam-se as técnicas de luminescência, também de aplicação muito específica e restrita. Destaca-se a catodoluminescência, recurso acoplável à microscopia, seja ela óptica ou eletrônica de varredura, que possibilita a diferenciação de fases devido à excitação de elementos ativadores associados à fase mineral em quantidades da ordem de ppb ou ppm, e se referem a heranças ou assinaturas dos processos mineralizadores ou de formação dos minerais.

Incluem-se aqui os recursos de reconhecimento de espécies pelo fenômeno de fluorescência, propriedade tipicamente apresentada por alguns minerais quando por observação, macroscópica ou microscópica, sob iluminação por lâmpada de ultravioleta (onda longa ou curta).

## **6.2 - Quantificações de Espécies Minerais**

Os métodos diretos aplicados para quantificação mineralógica e determinação do grau de liberação, reportam-se, essencialmente, à contagem de grãos, objeto da aplicação da estereologia em mineralogia<sup>57</sup>, seja sob microscopia óptica, ou sob microscopia eletrônica de varredura, não importando quais os recursos auxiliares para identificação utilizados.

Esta metodologia é apoiada em avaliações visuais, tradicionalmente conhecida pela sua morosidade, imprecisão e baixa reprodutibilidade<sup>58,59,60</sup>, sendo extremamente dependente do operador, e inevitável em muitos casos.

Na prática, procura-se contornar as dificuldades / efeitos desta metodologia, promovendo-se quantificações estimativas em produtos obtidos nos ensaios de separação mineral, os quais são compostos por número reduzido de espécies. Os desvios inerentes ao método de contagem de grãos, tornam-se minimizados, e a própria operação é mais rápida devido ao menor número de espécies. O controle por análises químicas auxilia no balizamento das contagens efetuadas.

São também disponíveis metodologias para quantificações minerais por sistemas de análise de imagens<sup>61,62</sup>, onde a avaliação das proporções pode ser automatizada, com a diferenciação das espécies minerais feita por propriedades de cor. O emprego destes programas permite notável redução do tempo necessário para a obtenção das informações quantitativas, bem como sensível aprimoramento na qualidade e confiabilidade dos resultados obtidos.

A metodologia pressupõe a geração de uma imagem em microscopia, e envio para um sistema que possui recursos para processar esta imagem, onde são ressaltadas nuances de variações de cor entre as espécies minerais. Através de operações entre imagens binárias, é feita a quantificação automatizada na imagem transformada, inclusive com determinação das percentagens minerais em grãos mistos, nas suas várias categorias de proporções de misturas, num refinamento do processo de avaliação visual das tradicionais contagens por um operador.

A adaptação de rotinas dos programas de análise de imagens, visando sua aplicação para um dada matéria prima mineral e/ou assembléia mineral, a partir da imagem gerada por um determinado microscópio, constitui-se em um trabalho de programação dirigido e especializado. Tal desenvolvimento normalmente só se justifica para determinações em número extensivo de amostras, seja no estudo de uma jazida, ou no acompanhamento de uma operação de lavra / beneficiamento industrial.

Questões mais simples, como determinação de forma de partículas, de distribuições granulométricas, ou mesmo quantificações em assembléias de poucas fases minerais, bem diferenciadas no sistema microscópico de geração da imagem, são mais adequadas para processamento via analisadores de imagem.

Outra técnica de quantificação ainda em desenvolvimento, de uso mais restrito por ser sujeita a várias fontes de interferências, é a análise quantitativa por difração de raios-X, que vem ganhando impulso em situações específicas. As interferências se prendem a aspectos de granulometria do material, cristalinidade e coeficiente de absorção dos minerais, e superposição de espectros das fases, fatores que se tornam críticos para muitas matérias primas minerais, inviabilizando a aplicação da técnica. Vários são os procedimentos aplicáveis; a maioria deles se apoia nas metodologias tradicionais de análise instrumental, que pressupõe o levantamento de curvas de calibração a partir de materiais com proporções minerais conhecidas.

Deve-se, ainda, fazer referência às análises quantitativas por difratometria de raios-X, conjugadas com programas de computação que se baseiam no método de Rietveld<sup>63,64</sup>. O método pressupõe uma assembléia mineral conhecida, e por simulações do difratograma com diferentes proporções relativas das espécies, faz ajuste com o espectro real da amostra. Atualmente sua aplicação é rara, tratando-se mais de metodologia a ser investigada, e, novamente, é mais indicada para assembléias compostas por reduzido número de minerais.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 RATTI, G. Análises químicas na engenharia mineral. São Paulo, 1994, 83ps..Tese (Doutorado), Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- 2 HENLEY, K.J. Ore-dressing mineralogy: a review of techniques, applications and recent developments. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 1. Johannesburg, 1981. ICAM'81: proceedings, Johannesburg, Geological Society of South Africa, 1983. p.175-200. (Special Publication, 7)
- 3 AMSTUTZ, G.C. Mineralogy and petrology applied to exploration. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 1, Johannesburg, 1981. ICAM'81: proceedings, Johannesburg, Geological Society of South Africa, 1983. p.1-4. (Special Publication,7)
- 4 SCHAPIRO, N.; MALLIO, W.J.; PARK, W.C. Process mineralogy in ore deposits development. In: SYMPOSIUM ON PROCESS MINERALOGY, Chicago, 1981. in Process Mineralogy : proceedings. New York. Metallurgical Society of AIME. 1981. p.25-30.
- 5 JONES, M.P. Applied mineralogy: a quantitative approach. London, Graham and Trotman, 1987.
- 6 CÁNEPA, C.; BERNUY, O. Mineral beneficiation and ore microscopy: some relevant methodological aspects. In: SYMPOSIUM ON PROCESS MINERALOGY, Chicago, 1981. Process Mineralogy: proceedings, New York, Metallurgical Society of AIME. 198. p.191-9.
- 7 FERRARA, G.; PRETI, U.; MELOY, T.P. Inclusion shape, mineral texture and liberation. International Journal of Mineral Processing, v.27, p.295-308, 1989.
- 8 ARMSTRONG, D.G. Open and closed circuit grinding on a laboratory scale. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 5, London, 1960. Proceedings, London, Institution of Mining and Metallurgy, 1960. p.67-78.
- 9 COLEMAN, R.L. Metallurgical testing procedures. In: MULAR, A.L.; BHAPPU, R.B. eds. Mineral Processing Plant Design, Society of Mining Engineers of AIME. 1980. Cap.9, p.144-82.
- 10 FINCH, J.A.; KITCHING, R.; ROBERTSON, K.S. Laboratory simulation of a closed circuit grind for heterogeneous Ore. C.I.M. Bull., vol.72, p.198-200, 1979.
- 11 INSTITUTO TECNOLÓGICO DE PERNAMBUCO Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia: in memorian Professor Paulo Abib Andery, Recife, ITEP, 1980.
- 12 KELLY, E.G.; SPOTTISWOOD, D.J. Introduction to Mineral Processing. John Wiley, 1982.
- 13 ALLEN, T. Particle Size Measurement. 4<sup>th</sup> ed London, Chapman and Hall, 1990. (Powder Technology Series).
- 14 BARTH, H.G.; SUN, S.T. Particle size analysis. Analytical Chemistry, v.57, p.151-75R, 1985.
- 15 BARTH, H.G.; SUN, S.T.; NICKOL, R.M. Particle size analysis. Analytical Chemistry, v.59, p.142-62R, 1987.
- 16 CIMAQ S.A. INDÚSTRIA E COMÉRCIO. Cicloclassificador: manual de operação. s.l.,1990.

- 17 RAFFINOT, P. Le microciclone de laboratoire. Revue de l'Industrie Minérale, Section C, v.34, n.602, p.1016-1023, 1953.
- 18 ALFANO, G.; CARBINI, P. ; DEL FÀ, C. I; MASSACCI, P. Contributo alla conoscenza, progettazione e impiego del microciclone classificatore. L'Industria Mineraria, v.19, p.495-502, set., 1968.
- 19 RAWLE, A. The basic principles of particle size analysis. Malvern Instruments Ltd. 1993 / Malvern Special Publication /.
- 20 KAYE, B.H. Direct characterization of fine particles. New York, John Wiley, 1981. (Chemical analysis: a series of monographs on Analytical Chemistry and its Applications, 61 ).
- 21 PARFENOFF, A.; POMEROL, C. et TOURENG, J. Les mineraux en grain. Paris. Masson, 1970.
- 22 ZUSSMAN, J. Physical methods in determinative mineralogy. Academic Press. London. 1977.
- 23 HUTCHISON, C.H. Laboratory handbook of petrographic techniques. New York. John Wiley, 1974.
- 24 CHEN, T.T.; DUTRIZAC, J.E. Practical mineralogical techniques of hidrometallurgical products. In: SYMPOSIUM ON PROCESS MINERALOGY 9, Las Vegas. 1989. Process Mineralogy IX: proceedings, Warrendale. TMS, 1990. p.289-309.
- 25 BROWNING, J.S. Heavy liquids and procedures for laboratory separation of minerals. Washington, U.S. Department of Interior, Bureau of Mines, 1961 (U.S.B.M. Information Circular 8007).
- 26 MARSHALL, J.E.F. Laboratory techniques used in the separation of minerals in tetrabromoethane. s.l., s.ed., 1961.
- 27 MASINI, E.A.; SANT'AGOSTINO, L.M. ; KAHN, H. Separação de minerais via método magneto-densitário. In: CONGRESSO ÍTALO-BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE MINAS, 2, São Paulo, 1993. Anais. Departamento de Engenharia de Minas da EPUSP / Dipartimento di Ingegneria Mineraria. Università di Cagliari. 1993. v.2, p.809-241.
- 28 ANDRES, U.T. Magnetohydrodynamic and magnetohydrostatic separation : A new prospect for mineral separation in the magnetic field. Minerals Science Engineering, vol.7, p.99-107, 1975.
- 29 LOMBAARD, T.; HIEMSTRA, S.A. Development of an apparatus for the magnetohydrostatic separation of minerals. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 1, 1981. Proceedings. Johannesburg, Geological Society of South Africa, 1983. p.485-9 (Geological Society of South Africa Special Publication.7).
- 30 RICHARD MOZLEY LTD. Mozley: operating manual for laboratory separator. s.l., 1984.
- 31 MCANDREW, J. Calibration of a Frantz isodynamic separator and its application to mineral separation. Proceedings. The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, n.181, p.58-73, 1957.

- 32 ZIMMELS, Y.; LIN, I.J. Advances in magnetic separation techniques for mineralogical studies. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 1, 1981. Proceedings: Johannesburg, Geological Society of South Africa, 1983. p.491-8. (Geological Society of South Africa Special Publication, 7).
- 33 DELBONI JR., H. Metodologia para a determinação de parâmetros magnéticos dos minerais. In: ENCONTRO DO HEMISFÉRIO SUL SOBRE TECNOLOGIA MINERAL, 3 / ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIO E HIDROMETALURGIA, 15, São Lourenço, 1992. Tecnologia Mineral I: Anais. Belo Horizonte, ABTM, 1992. vol.1, p. A, p.47-61.
- 34 NESSET, J.E.; FINCH, J.A. Determination of magnetic parameters for field-dependent susceptibility minerals by Frantz isodynamic separator. Transactions of the Institute of Mining and Metallurgy. Section C, v.89, C161-166, Dec. 1980.
- 35 SVOBODA, J.; ROOS, V.E. Particle capture in the matrix of a magnetic separator. International Journal of Mineral Processing, 27, p.75-94, 1989.
- 36 FINCH, J.A.; LEROUX, M. Selecting test conditions for high gradient magnetic separation. International Journal of Mineral Processing, v. 9. p.329-341, 1982.
- 37 ISOITKO, V.M. Statistical methods in technological mineralogy. In: SYMPOSIUM ON PROCESS MINERALOGY 9, Las Vegas, 1989. Process Mineralogy IX: proceedings. Warrendale, TMS, 1990. p.201-204.
- 38 BLAZY, P. et BODU, R. La minéralurgie, aujourd'hui et demain , 2<sup>e</sup> partie. Industrie Minérale / Mines et Carrières, p.357-363, juin, 1986.
- 39 FREVEL, L.K. Quantitative matching of powder diffraction Patterns. Advances in X-ray Analysis, v.20, p.15-25, 1977.
- 40 HOOTEN, D.H.; GIORGETTA, N.E. Quantitative X-ray analysis by a direct calculation method. X-ray Spectrometry, v.6, p.2-5, 1977.
- 41 CULLITY, B.D. Elements of X-ray diffraction. 2<sup>o</sup> edition Reading, Addison-Wesley 1978 , (Addison-Wesley Series in Metallurgy and Materials).
- 42 VILLIERS, J.P.R. Applications of X-ray diffraction analysis in the exploration, mining and processing of materials. In: BUTLER, L.R.P., ED. Analytical chemistry in the exploration, mining and processing of materials. Oxford, Blackwell, 1986. p.243-54.
- 43 BISH, D.L. et al. Modern powder diffraction. Reviews in mine and others: modern powder diffraction. Reviews in Mineralogy, v.20, 1989.
- 44 LYMAN, C.E. Scanning electron microscopy, X-ray microanalysis and analytical electron microscopy: a laboratory Workbook. New York, Plenum, 1990.
- 45 GOLDSTEIN, J.L et al. Scanning electron microscopy and X-ray analysis, 2<sup>a</sup> ed., New York, Plenum, 1992.
- 46 REED, S.J.B. Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology. Cambridge University Press, 1996.
- 47 WILLIS, J.P. Applications of X-ray fluorescence spectrometry and the electron microprobe in the exploration, mining and processing of materials. Geochemistry Department, University of Cape Town, RSA, p.45-56, 1986.
- 48 CHAUVIN, W.J. Quantitative energy dispersive X-ray microanalysis. In: Short course in applications of electron microscopy in the earth sciences. s.l. Mineralogical Association of Canada, 1985. p.189-213.

- 49 MACKENZIE, R.C. Differential thermal analysis. London, Academic Press. 1972. 2v.
- 50 BISH, D.L.; DUFFY, C.J. Thermogravimetric analysis of minerals. In: STUCKI, J.W.; BISH, D.L., eds. Thermal Analysis in Clay Science. Boulder. The Clay Minerals Society, 1990. P.95-157. (CMS Workshops Lectures, 3).
- 51 ADAMS, M.D. Quantitative mineralogical analysis using Fourier-transform infrared spectrophotometry. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 3. Pretoria, 1991. Papers. s.l., s.n., 1991. v.1, Paper 1.
- 52 MCMILLAN, P.F.; HOFMEISTER, A.M. Infrared and Raman spectroscopy. In: Reviews in Mineralogy, v.18, p.99-150, 1988.
- 53 MARIANO, A.N. Cathodoluminescence emission spectra of rare earth element activators in minerals. Reviews in Mineralogy, v.21, p.339-348, 1989.
- 54 WAYCHUNAS, G.A. Luminescence, X-ray emission and new spectroscopies. Reviews in Mineralogy, v.18, 1988.
- 55 HEALD-WETLAUTER, P.; FOLEY, N.K.; HAYBA, D.O. Applications of doubly polished sections to the study of ore deposits. In: SYMPOSIUM ON PROCESS MINERALOGY 2, 1982. / Proceedings / s.l., s. de., 1982. p.451-468.
- 56 HAGNI, R.D. The application of darkfield reflected-light microscopy in the study of polished and thin sections. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 3. Pretoria, 1991. Papers. s.l., s.n., 1991. v.1, Paper 22.
- 57 KING, R.P. Stereological methods for the prediction and measurement of mineral liberation. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 1, 1981, Proceedings: Johannesburg, Geological Society of South Africa, 1983. p.443-7. (Geological Society of South Africa Special Publication, 7).
- 58 NEILSON, M.J.; BROCKMAN, G.F. The error associated with point counter. American Mineralogist, v.62, p.1238-44, 1977.
- 59 FRANGIPANE, M.; SCHIMD, R. Point-count and its errors: a review. Schweizerische Mineralogische Petrographische Mitteilungen, v.54, p.19-31, 1974.
- 60 PETRUK, W. Measurements of mineral liberation in connection with mineral beneficiation. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON PROCESS MINERALOGY, 9, Las Vegas, 1989. Process Mineralogy IX: proceedings. Warrendale. TMS. 1990. p.31-6.
- 61 KING, R.P. Quantitative characterization of mineralogical texture by image analysis. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 3. Pretoria, 1991. Papers. s.l., s.n., 1991. v.1, Paper 28.
- 62 LLOYD, G.E. Review of instrumentation, techniques and applications of SEM in mineralogy. In: Short course in applications of electron microscopy in the earth sciences, s.l. Mineralogical Association of Canada, 1985. p.151-188.
- 63 SAKTHIVEL, A.; YOUNG, R.A. User's guide to programs DBWS-9006 and DBWS-9006PC for Rietveld analysis of X-ray and neutron powder diffraction patterns. Atlanta, Georgia Institute of Technology, 1992.
- 64 YOUNG, R.A. Using the Rietveld method at RSS-92. 1992. (CPB Publication 129).