

4 Materiais e Métodos

As principais etapas envolvidas nos trabalhos de caracterização do minério da Rio Paracatu são descritas detalhadamente nas seções que se seguem, de acordo com o fluxograma descrito na Figura 12.

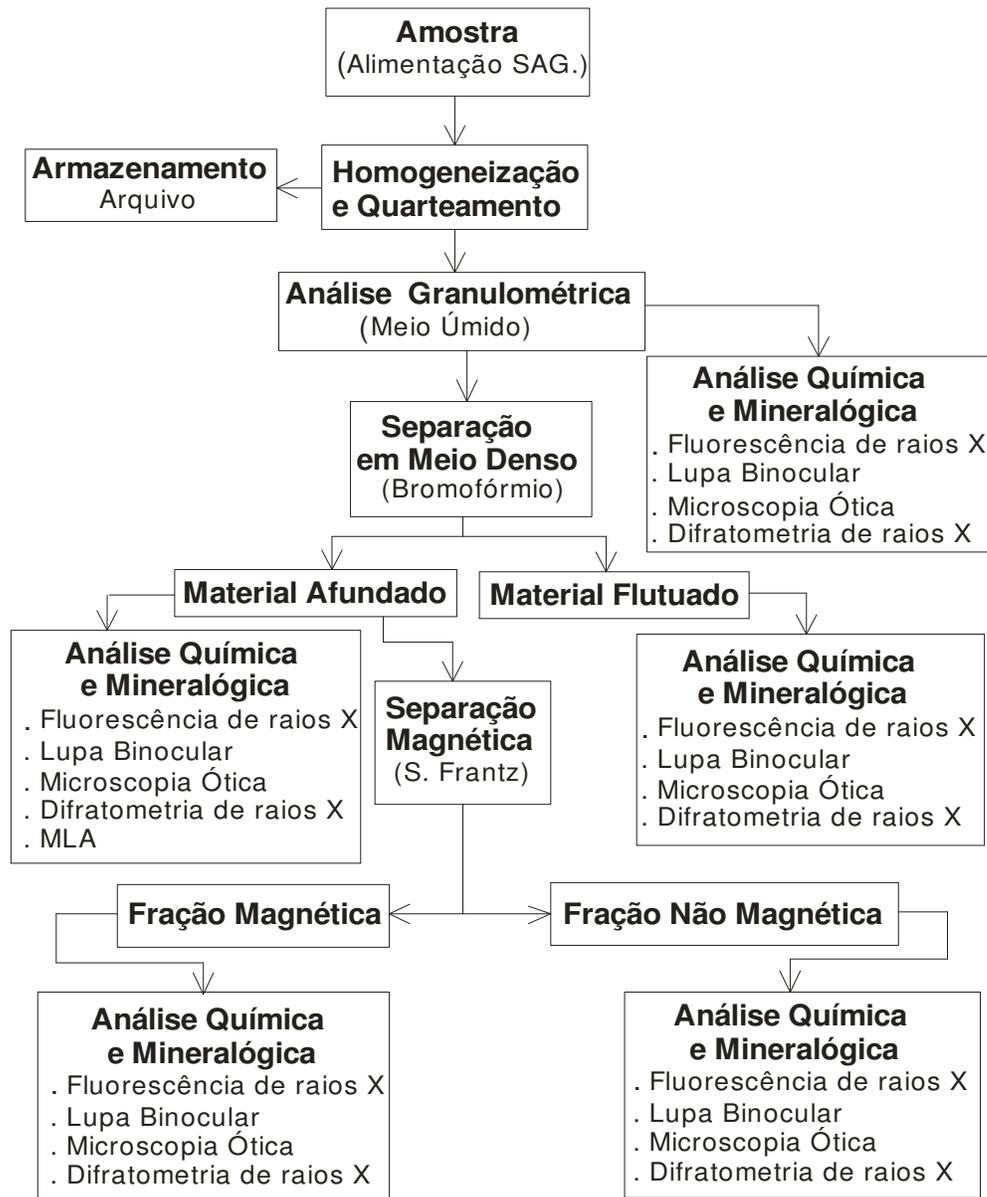


Figura 12 – Fluxograma utilizado na caracterização mineralógica do minério da RPM.

4.1. Amostragem e Preparação

Foram coletados 200 kg de minério aurífero na alimentação do moinho semi-autógeno SAG da empresa Rio Paracatu Mineração.

Os trabalhos foram realizados nas instalações da usina-piloto do CETEM, de acordo com o fluxograma da Figura 13. Inicialmente foi realizada a homogeneização e o quarteamento da amostra, em uma pilha prismática de homogeneização para a coleta de dez amostras de 20 kg. Na etapa seguinte com uma amostra de 20 kg, foi feita uma nova pilha de homogeneização para a coleta de amostras de 1 kg, em seguida foi realizada a análise granulométrica a úmido.

Devido ao fato de que o material não tinha uma granulometria ótima para realizar os estudos de liberação (muito material grosso acima de $450\mu\text{m}$), foi necessário realizar uma etapa de britagem. Para este fim se utilizou uma alíquota de 40 kg e a britagem foi realizada em um britador de mandíbulas. A amostra britada foi homogeneizada e quarteada em uma pilha para a obtenção de 40 amostras de 1 kg, para posteriormente se realizar uma nova análise granulométrica.

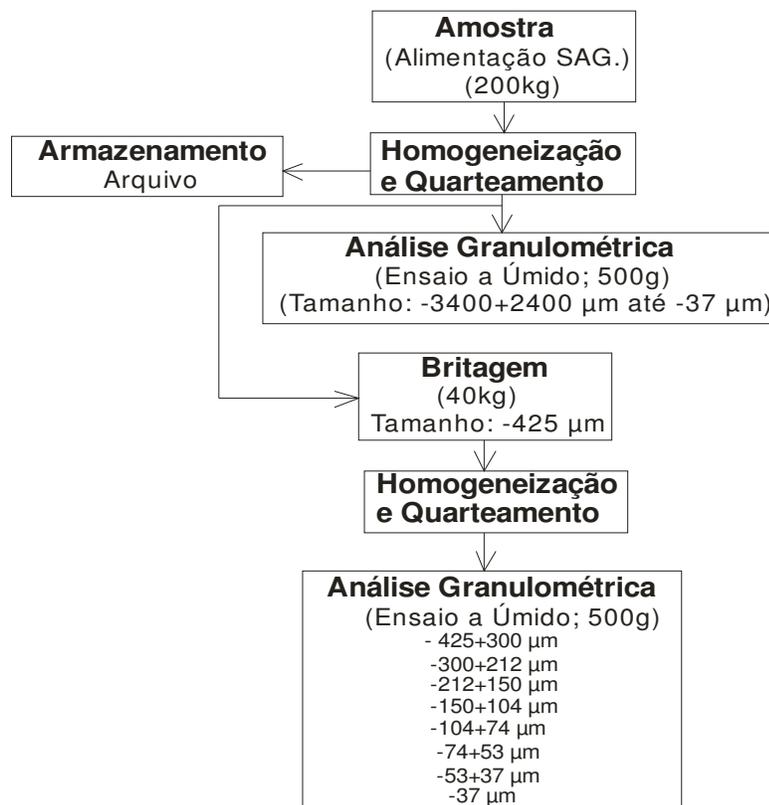


Figura 13 – Fluxograma detalhado utilizado na preparação da amostra.

4.2. Análise granulométrica

Os ensaios de peneiramento foram realizados com amostras de 0,5kg segundo o método a úmido, com preparação de uma polpa com porcentagem de sólidos na faixa de 40% a 50%. Utilizou-se um peneirador vibratório (Figura 14), equipado com sete peneiras de aberturas de 300; 212; 150; 104; 74; 53 e 37 μ m.

O ensaio foi realizado com agitação de 1.200 rpm, com um tempo de aproximadamente 15 minutos. Posteriormente foram removidas todas as frações retidas nas peneiras e, em bandejas, as mesmas foram secas em estufa (aproximadamente 150°C) para logo serem pesadas.



Figura 14 – Peneiramento a úmido. (A) Peneiramento de finos, (B) Série de peneira Tyler.

4.3. Separação em meio denso

A separação em meio denso foi realizado para as seguintes frações granulométricas: -300+212; -212+150; -150+104; -104+74; -74+53 e -53+37 μ m. Não foram separadas frações abaixo de 37 μ m (material fino). Para o ensaio foi utilizado um funil de separação (Figura 15), onde o líquido de separação utilizada foi o bromofórmio (CHBr₃), cuja densidade de 2,89 permite uma boa separação pela fácil manipulação. A fração de densidade maior do que o bromofórmio se depositou no fundo do funil e a fração mais leve ficou acima.

Após a completa separação das fases, a fração menos densa foi extraída do funil.

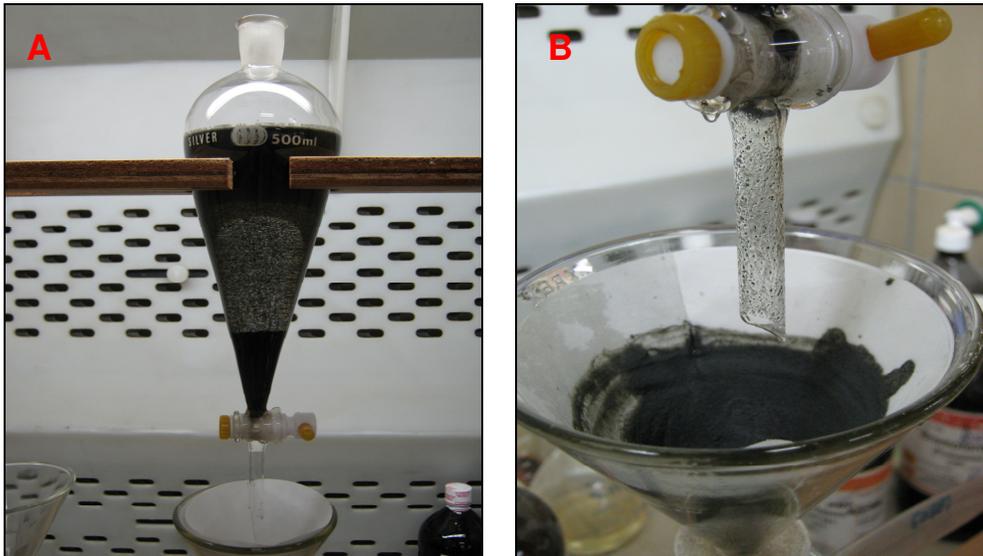


Figura 15 – Ensaio de separação em meio denso. (A) Funil de separação, (B) Descarga do material.

4.4. Separação magnética - Separador Frantz

É conhecida uma ampla variedade de separadores magnéticos que podem ser utilizados no fracionamento de amostras para a caracterização. O mais empregado é o separador magnético isodinâmico Frantz (Figura 16). As inclinações longitudinal e lateral foram padronizadas em, 25° e 15°, respectivamente para simplificar o tabelamento de propriedades de minerais, mas podem ser variadas num eventual refinamento da separação. Segundo PARFENOFF (1970) os principais fatores que influenciam na separação magnética dos minerais ao Frantz isodinâmico são à intensidade de corrente e a inclinação lateral.

O separador Frantz pode gerar uma densidade de fluxo magnético de 0 até 20 KiloGauss, variável sem intervalos, e pode processar com eficiência partículas entre 850 até 74µm (20 e 200 malhas). Para partículas maiores que 850µm, há um limite físico para o seu escoamento (para chegar a este valor o furo de alimentação do funil já tem que ser aumentado), mas a eficiência pode ser boa em partículas menores, dependendo das características do minério.

Uma classificação por tamanho de boa qualidade é pré-requisito para seu bom funcionamento, e para partículas mais finas é progressivamente mais

importante. O material também deve estar bem seco, para permitir bom escoamento. Uma regulagem otimizada da vibração da calha e da taxa de alimentação pelo funil fazem uma diferença muito grande na eficiência da separação.

Existem tabelas que correlacionam à suscetibilidade magnética dos minerais à corrente de alimentação do eletroímã (por exemplo, PARFENOFF *et al.* 1970). Por outro lado, a corrente de alimentação pode ser correlacionada à densidade de fluxo magnético. De maneira aproximada, 0,5A gera uma densidade de fluxo de 5 kg, 1,0A corresponde a 10 kg e assim por diante. Para fazer um seguimento das operações de separação, foi utilizada uma tabela referencial do comportamento dos diferentes minerais a diferentes intensidades de corrente no Frantz (Tabela 1 Anexa).

Antes de se iniciar os trabalhos no separador Frantz, foi necessário retirar as partículas ferromagnéticas (magnetita, pirrotita, franklinita e fragmentos do britador e meio moedor) da amostra, pois elas são retidas no campo magnético, entopem a calha e podem, inclusive, provocar perda de amostra e sua consequente descaracterização pelo “transbordamento” da calha. Esta separação prévia foi feita com imã de mão.

As frações abaixo de 300 μ m até frações acima 37 μ m foram submetidas à separação magnética a seco no separador magnético Frantz. Foram realizados vários ensaios para diferentes intensidades de corrente: 0,3; 0,5; 0,75; 1,0; 1,25; 1,50 e 1,75A.

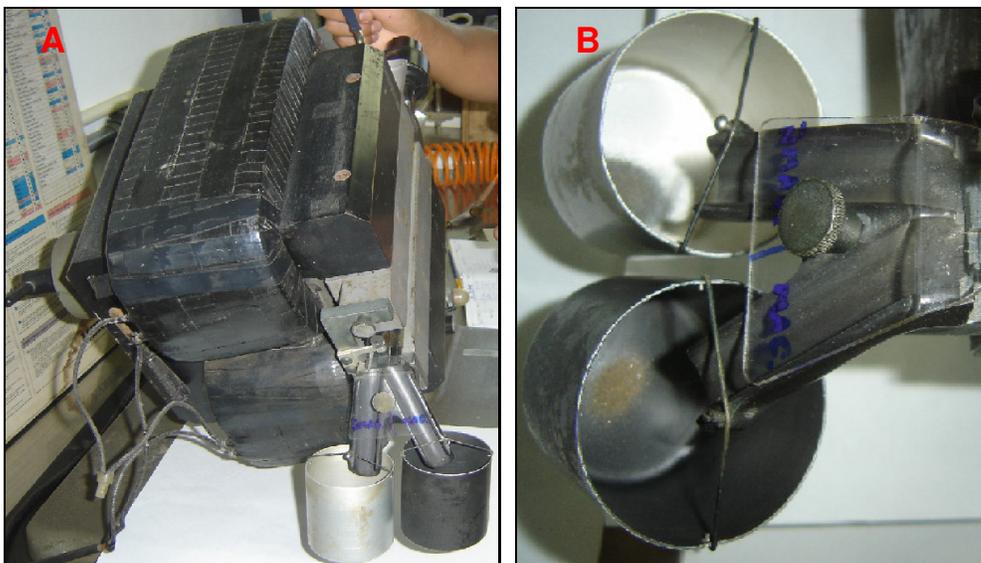


Figura 16 – Separador magnético Frantz. (A) Separação magnética, (B) descarga do material magnético e não magnético.

4.5. Análise por Difractometria de Raios X (DRX)

Os difratogramas de raios X das amostras, são obtidas pelo método do pó, foram coletados em um equipamento Bruker-AXS D5005 equipado com espelho de Goebel para feixe paralelo de raios X, nas seguintes condições de operação: radiação Co K α (35 kV/40mA); velocidade do goniômetro de 0,02° 2 θ por passo com tempo de contagem de 1,0 segundo por passo e coletados de 5 a 80° 2 θ . A interpretação qualitativa de espectro foi efetuada por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF02 (ICDD, 1996) em software Bruker Diffrac^{Plus}.

4.6. Análise por Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX)

As análises químicas de FRX da amostra foram realizadas pela empresa SGS GEOSOL, pelo método de fusão com tetraborato de lítio, no qual as amostras são pulverizadas e homogeneizadas para logo serem secas em estufa a 110°C, por um mínimo de uma hora, e esfriadas em um dessecador. São pesados 2g de tetraborato de lítio e 2g de amostra em um frasco. Amostra e fundente são completamente misturadas e transferidas para um cadinho de grafita. A mistura é então fundida em uma mufla a 1000°C por um período de 30 a 40 min. Depois do excesso de grafita ser removido, o vidro fundido é quebrado e adiciona-se ácido bórico. A mistura é então pulverizada em um pulverizador de carboneto de tungstênio. Esta mistura é prensada a uma pressão de 250kN. As amostras são levadas para análise por FRX em vácuo, usando um espectrômetro da marca Philips, modelo PW1480.

4.7. Preparação de amostras para Microscopia (MO e MEV)

Foram preparadas seis amostras das seguintes frações granulométricas: -300+212; -212+150; -150+104; -104+74; -74+53 e -53+37 μ m. Utilizou-se resina epóxi no embutimento das amostras, a resina preparada foi vertida em um molde onde se encontrava a amostra. Após o embutimento, as amostras foram desbastadas com lixas de 75, 15, 9 e 6 μ m; e polidas com suspensões de diamante de 3 e 1 μ m. Todo o trabalho foi realizado na politriz automático Struers Tegra (Figura 17).



Figura 17 – Em (A), amostras embutidas, em (B), amostras polidas recobertas com carbono, em (C), banho ultrassônico câmara de vácuo e câmara de pressão, em (D), politriz automático Struers Tegra.

4.8. Microscopia ótica aquisição de imagens

Para a aquisição de imagens foi utilizado um microscópio óptico Zeiss AxioPlan 2ie com platina motorizada, acoplada a uma câmera digital AxioCam HR - 3900 x 3090 pixels. Para o controle do microscópio e da câmera na aquisição de imagens utilizou-se o software AxioVision da Zeiss. O software integra e automatiza diversos procedimentos como varredura da amostra, focalização automática (autofoco), correção de fundo e aquisição de imagens. Com o objetivo de obter imagens de baixo aumento e maior cobertura espacial, trabalhou-se com a lente objetiva de 5X (NA 0,20), dando às imagens resolução de $2,12\mu\text{m}/\text{pixel}$.

Assim, foram adquiridas imagens coloridas (RGB, 24 bits) de 100 campos regularmente espaçados na seção polida, através da varredura da amostra e focalização automáticas. A posição de cada campo foi armazenada em uma base de dados para a subsequente aquisição de imagens no MEV.

4.9. Aquisição e Processamento de dados de MEV - MLA

Os diferentes estudos realizados com respeito à composição química, textura, tamanho de grão, associação mineralógica e espectro de liberação foram realizados no microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI Quanta 400 (Figura 18). A realização dos estudos antes mencionados foi realizada mediante o sistema MLA, o software utilizado para este fim foi o MLA *Suite* 2008.



Figura 18 – Microscópio Eletrônico de Varredura FEI Quanta 400.

O procedimento do processamento de dados utiliza o arquivo *_spx.jkf contendo os dados medidos pelo sistema MLA e o faz através de um processo que produz um arquivo de dados contendo as informações das partículas. O usuário final pode analisar os dados usando o software de apresentação MLA Data. O fluxograma da Figura 19 mostra os diversos estágios do processamento de dados e nome do arquivo de dados que é produzido em cada estágio.

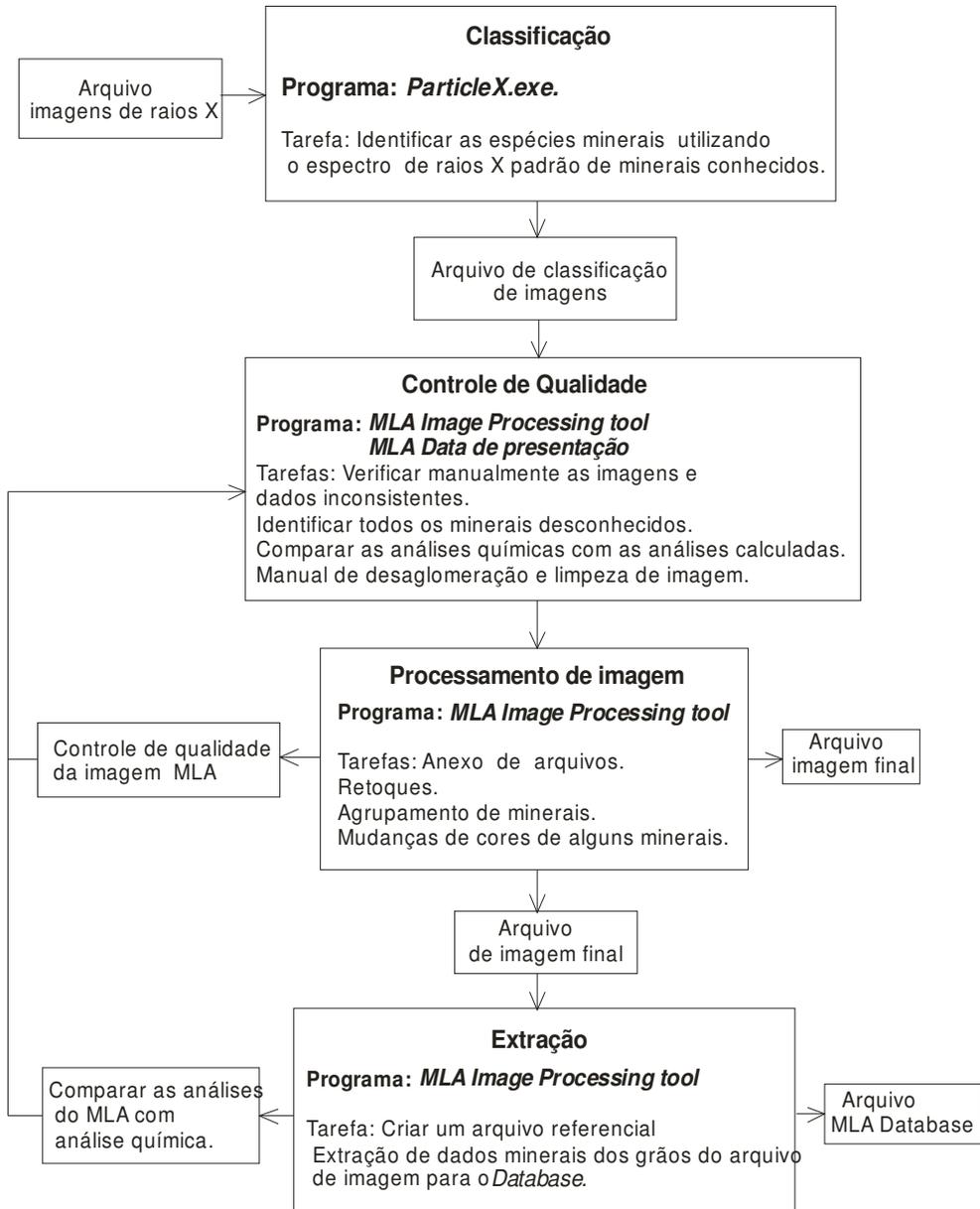


Figura 19 – Fluxograma de processamento de dados Sistema MLA.