

4

Resultados e discussões

4.1. Caracterização da matéria-prima

As informações preliminares indicavam que a matéria-prima recebida se tratava de um concentrado de calcopirita, oriundo de uma ocorrência nacional, cujo teor de cobre se apresentava abaixo do valor recomendado, de pelo menos 30%, para os processos de ustulação visando à obtenção do Cu metálico. Nesse sentido, a fim de aumentar o entendimento acerca do sistema reacional presente no estudo, o material recebido foi caracterizado segundo os métodos apresentados.

4.1.1. Análise granulométrica

A Tabela 8 apresenta a distribuição granulométrica de uma amostra, previamente quarteada, de 514,73g de concentrado.

Tabela 8 – Resultados do ensaio de análise granulométrica do concentrado

Sistema Mesh (#)	Abertura da peneira (mm)	Massa retida (g)	Fração Mássica Retida, X	Fração Mássica Passante, Y	Fração Acumulada Retida, W
14	1071,4	66,44	0,129	0,871	0,129
-14 24	625,0	41,98	0,082	0,789	0,211
-24 80	187,5	96,11	0,187	0,602	0,398
-80 100	150,0	31,70	0,062	0,540	0,460
-100 150	100,0	61,68	0,112	0,428	0,572
-150 250	60,0	165,46	0,321	0,107	0,893
-250 Fundo	–	51,36	0,099	–	0,992
Somatório 514,73g utilizadas			Análise Granulométrica Diferencial		Análise Granulométrica Acumulada

Pela tabela, é possível observar que mais da metade do material (54%) se encontra em uma faixa granulométrica de 100 mesh ao passo que cerca de 10% se encontra menor que 250 mesh. Verifica-se, ainda, que aproximadamente 21% do material ficou retido em peneiras de pelo menos 24 mesh, indicando uma variação considerável entre as diferentes faixas de granulometria da amostra.

Nesse sentido, a fim de se evitar a presença de partículas mais grosseiras e, portanto, com o objetivo de se obter um material mais homogêneo no que diz respeito à granulometria, optou-se pela realização de um procedimento de cominuição, antes dos ensaios de ustulação, que conferisse ao concentrado um tamanho de partícula àquele associado a peneira de 150 mesh.

4.1.2. Difração de Raios-X (DR-X)

O difratograma apresentando na Figura 31 ilustra a composição mineralógica, em caráter semi-quantitativo, do concentrado recebido.

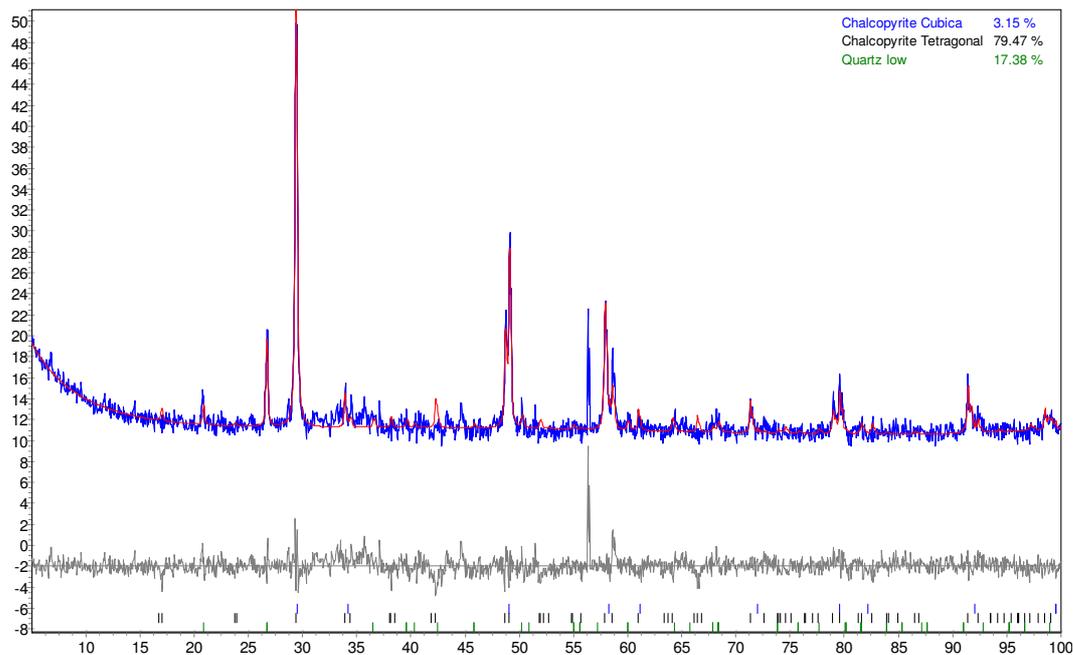


Figura 31 – Espectro de difração de raios-X de uma amostra do concentrado

Observa-se que os constituintes minerais majoritários desse concentrado são quartzo (SiO_2), em menor quantidade, e duas fases da calcopirita (CuFeS_2), totalizando cerca de 83% desse mineral. É possível notar que existe uma diferença entre a resposta do equipamento ao sinal capturado a partir do material, em azul, e o valor calculado em função da base de dados de estruturas cristalinas conhecidas, em vermelho. Tal fato pode ser observado de forma ainda mais clara a partir do sinal representado em cinza. Esse comportamento indica que podem existir fases não ajustadas, possivelmente em menor escala, além da calcopirita e do quartzo.

4.1.3. Microscopia eletrônica de varredura/Espectroscopia de Raios-X por dispersão em energia (MEV/EDS)

A Figura 32 ilustra a estrutura morfológica do concentrado quando observado em MEV via elétrons secundários.

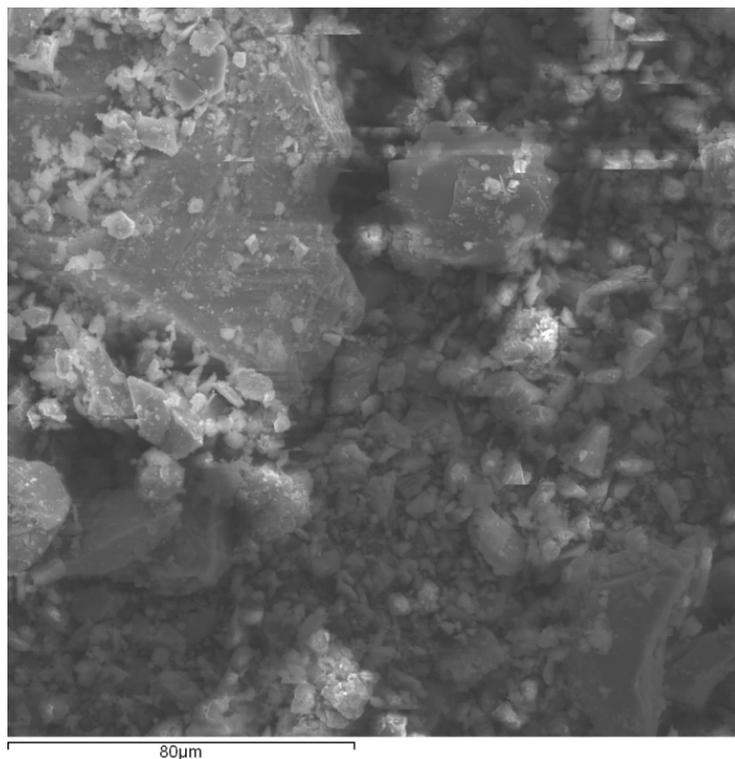


Figura 32 – Amostra do concentrado observada via elétrons secundários

Observa-se que a amostra apresenta-se com uma morfologia heterogênea, sem uma forma geométrica predominante e com partículas de tamanho variado. No que diz respeito a essa última observação, verifica-se que o material possui duas classes de partículas distintas, uma vez que é possível notar a presença de cristais de maior tamanho ($> 30 \mu\text{m}$) e de partículas mais diminutas ($< 10 \mu\text{m}$) nessa imagem.

Em linhas gerais, embora se note a presença de facetas em alguns desses cristais, pode-se afirmar que o material, aparentemente, possui uma porosidade adequada para a sua utilização em reações químicas do tipo gás-sólido.

A fim de se avaliar a composição química elementar dessa região da amostra realizou-se uma análise por EDS apresentada na Figura 33 e na Tabela 9.

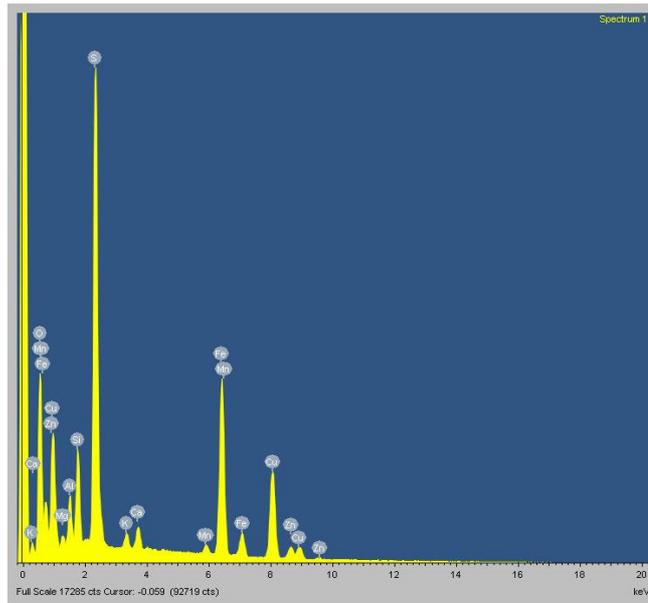


Figura 33 – Espectro da análise por EDS de toda a região apresentada na imagem

Tabela 9 – Resultado da análise por EDS de toda a região apresentada na imagem

Elemento	Peso (%)
O	25,09
Mg	0,84
Al	2,46
Si	4,16
S	19,57
K	0,76
Ca	1,11
Mn	0,93
Fe	21,21
Cu	20,57
Zn	3,3
Total	100

Verificou-se que os principais elementos presentes, em termos de percentual em peso, nessa região são: oxigênio, ferro, cobre e enxofre. Essa composição observada está de acordo com o resultado apresentado pelo difratograma do

concentrado, visto que os principais elementos constituintes da calcopirita foram identificados entre àqueles mais marcantes. Por outro lado, o significativo percentual de oxigênio na amostra possivelmente está associado ao quartzo, também identificado pela Difração de Raios-X, e demais silicatos que por ventura possam estar presentes nesse material.

Todavia, em virtude do raio de espalhamento do feixe de elétrons do microscópio, a identificação de alguns elementos em maior escala pode ser o resultado da detecção de alguma região vizinha (horizontalmente e em profundidade). Assim sendo, os valores percentuais observados podem sofrer variações significativas dependendo da forma com que é feita a análise.

A fim de ilustrar essas possíveis variações, a Figura 34 apresenta pontos de detecção em diferentes regiões da imagem.

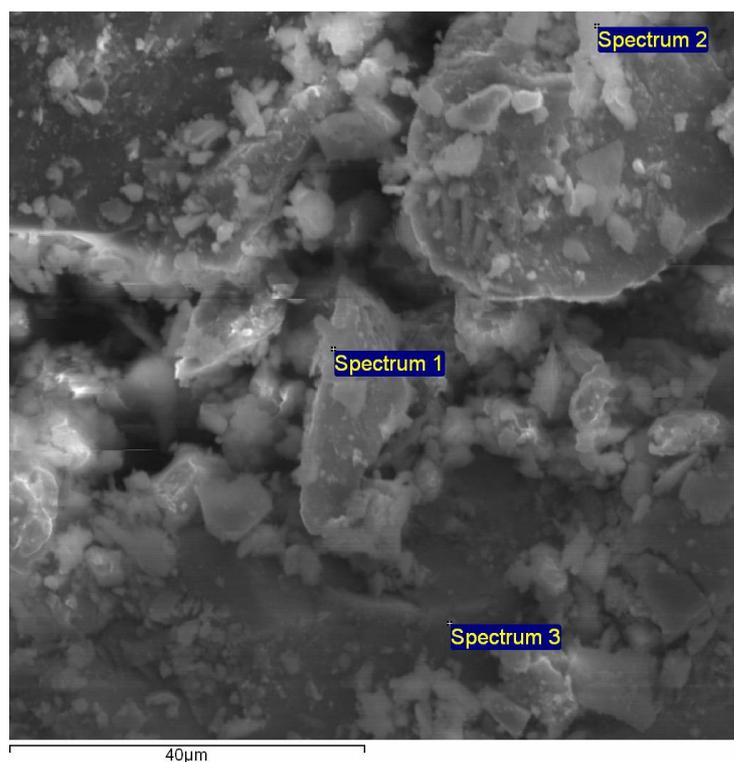


Figura 34 – Amostra do concentrado e regiões de análise via EDS

A Figura 35 e a Tabela 10 apresentam os resultados obtidos para o ponto identificado pelo Spectrum 2 enquanto a Figura 36 e a Tabela 11 os valores oriundos do Spectrum 3.

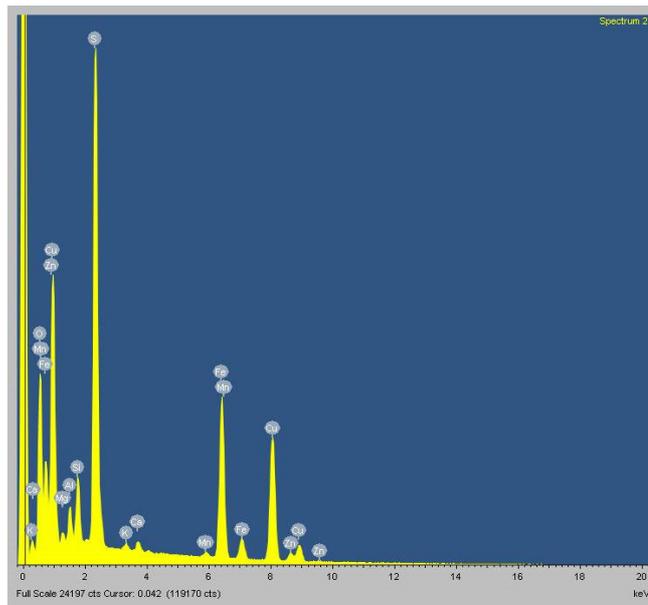


Figura 35 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Tabela 10 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Elemento	Peso (%)
O	23,92
Mg	0,86
Al	1,85
Si	2,90
S	20,38
K	0,29
Ca	0,49
Mn	0,43
Fe	18,64
Cu	28,00
Zn	2,23
Total	100

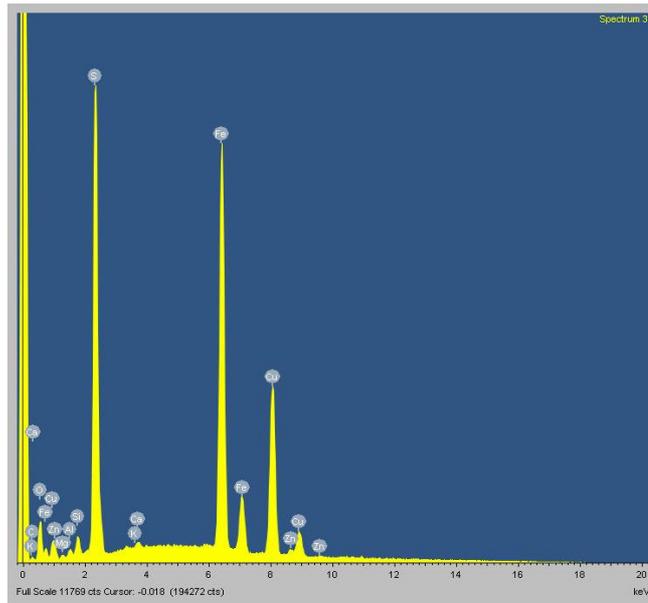


Figura 36 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 3

Tabela 11 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 3

Elemento	Peso (%)
O	4,44
Mg	0,29
Al	0,40
Si	0,82
S	17,30
K	0,12
Ca	0,25
Fe	41,21
Cu	33,99
Zn	1,17
Total	100

Nota-se que os percentuais apresentados no ponto Spectrum 2 são, de certa forma, semelhantes àqueles obtidos para toda a imagem mostrada na Figura 32. Nesse ponto verificam-se variações inferiores a 10% enquanto a posição do Spectrum 3 exibe um resultado com maiores discrepâncias, particularmente no

que diz respeito ao oxigênio que apresenta uma concentração em peso de 4,44%. Tal fato, portanto, sugere que, nesse ponto, a composição química é constituída, essencialmente, por frações mais ricas em Cu, Fe e S.

Todavia, em função de possíveis imprecisões, tal ferramenta será usada apenas em caráter semi-quantitativo uma vez que não será realizada uma calibração do equipamento para cada elemento constituinte do concentrado. Porém, a fim de aumentar o grau de confiança na determinação dos elementos presentes na calcopirita realizou-se uma análise química elementar por meio de espectroscopia de massa por ionização acoplada por plasma.

4.1.4. Espectroscopia de massa por ionização acoplada por plasma (ICP-MS)

A especiação de elementos como Cu, Fe e S via espectroscopia de massa por ionização acoplada por plasma foi realizada a fim de se determinar com maior precisão a concentração desses elementos no concentrado recebido, particularmente no que diz respeito a sua identificação como concentrado com baixo teor de cobre (< 30%).

Nesse sentido, a Tabela 12 apresenta os resultados obtidos para duas amostras distintas e representativas do concentrado recebido.

Tabela 12 – Resultado da especiação via ICP-MS do concentrado recebido

Amostra	Massa (g)	Cu (%)	Fe (%)	S (%)
1	0,2513	21,5082	21,2396	22,9905
2	0,2526	21,3381	20,9818	23,0602

Verifica-se que o teor de cobre apresentado pelo material é, de fato, incompatível com os processos usuais de extração metálica, caracterizando a matéria-prima como um concentrado, de fato, de baixo teor. Além disso, é possível notar que os valores de Cu, Fe e S estão condizentes com aqueles apresentados pela microscopia eletrônica, em uma região ampla da imagem, permitindo a utilização da ferramenta de análise via EDS, em caráter semi-quantitativo, com maior confiança.

4.2. Ensaio de ustulação

Conforme descrito nessa seção de Materiais e Métodos, os ensaios de ustulação foram conduzidos considerando como variáveis a temperatura e a composição química da atmosfera reacional em que são conduzidos os ensaios de ustulação.

O objetivo dessa etapa do estudo está associado com a determinação experimental das condições mais favoráveis para a obtenção de produtos de acordo com a seletividade desejada (CuSO_4 e Fe_2O_3). Nesse sentido, foram realizados ensaios em condições específicas para a identificação destas conforme o efeito das variáveis estudadas.

4.2.1. Escala de Bancada

4.2.1.1. Estudo do comportamento do sistema em função da temperatura ao longo do tempo

Um ensaio preliminar, realizado a 800°C , para um intervalo de 30 minutos, indicou uma perda de massa de cerca de 27%. Tal valor está bastante próximo daquele associado à obtenção exclusiva dos óxidos de cobre e ferro. Tal fato indica que esta temperatura, conforme expectativa oriunda do estudo teórico, não favorece a seletividade desejada.

Nesse sentido, o estudo subsequente foi realizado em temperaturas abaixo daquela em que se inicia a dissociação do CuSO_4 (cerca de 700°C). A Tabela 13 apresenta as condições experimentais empregadas em cada ensaio de ustulação.

Tabela 13 – Condições do estudo experimental realizado para o comportamento em função da temperatura ao longo do tempo

T ($^\circ\text{C}$)	tempo 1 (min)	tempo 2 (min)	tempo 3 (min)	tempo 4 (min)
300	12	24	36	48
400	10	20	30	40
500	7	14	21	28
600	5	10	15	20

É válido mencionar que todos os ensaios foram conduzidos na linha experimental de ustulação com ar atmosférico oriundo de um compressor, apresentada esquematicamente na Figura 27.

A Figura 37, por sua vez, exhibe os resultados obtidos para um ensaio efetivado a 300°C.

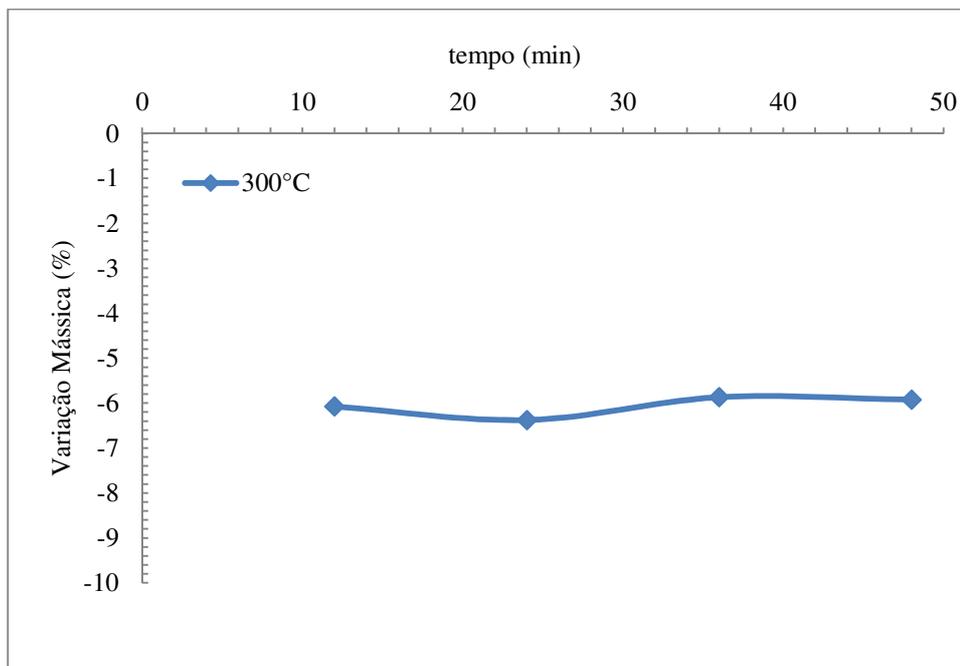


Figura 37 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida à 300°C

Observa-se que a amostra tende a perder massa nessa temperatura, sugerindo um baixo poder de fixação do oxigênio oriundo do ar atmosférico e uma pequena perda de enxofre. Esse resultado, portanto, sugere que, nessas condições, o produto reacional tende a ser constituído por sulfetos menores.

A Figura 38 apresenta a curva de variação mássica obtida para os ensaios realizados a 400°C.

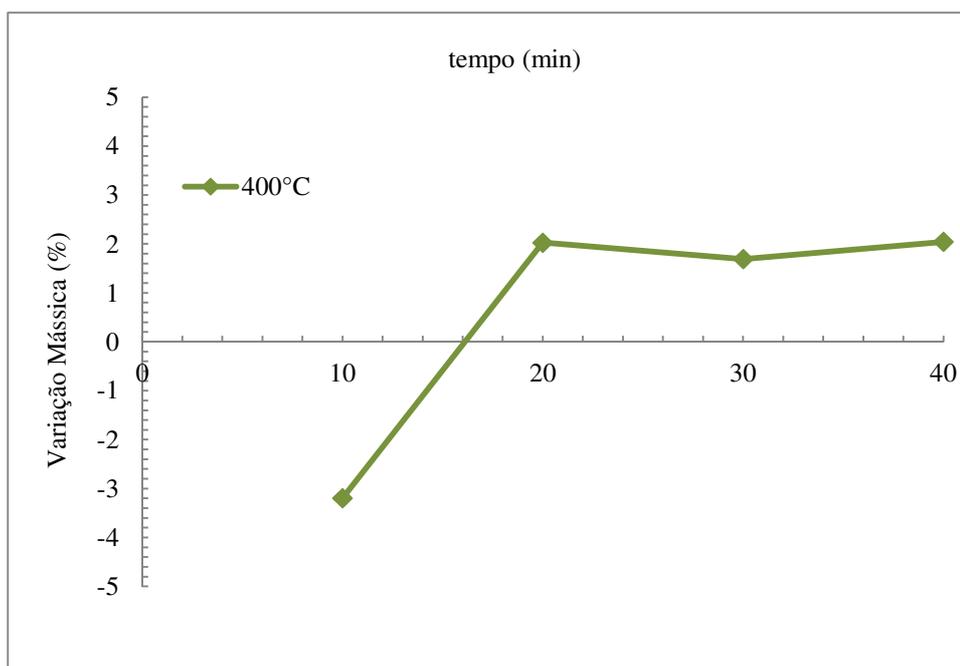


Figura 38 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida à 400°C

Verifica-se que, após uma perda de massa inicial, existe uma tendência a um pequeno ganho de massa, cerca de 2%, indicando uma possível formação de sulfatos através da incorporação do oxigênio à amostra sólida. Todavia, é possível que nessa temperatura os sulfatos de ferro tenham iniciado o processo de dissociação, conforme apresentado pelo diagrama de distribuição de espécies no equilíbrio (Figura 23). Tal fato indica uma provável formação de um produto reacional com espécies diversificadas, desde sulfetos menores até óxidos, incluindo os sulfatos de cobre e ferro.

Os resultados oriundos dos ensaios conduzidos à 500°C podem ser observados na Figura 39.

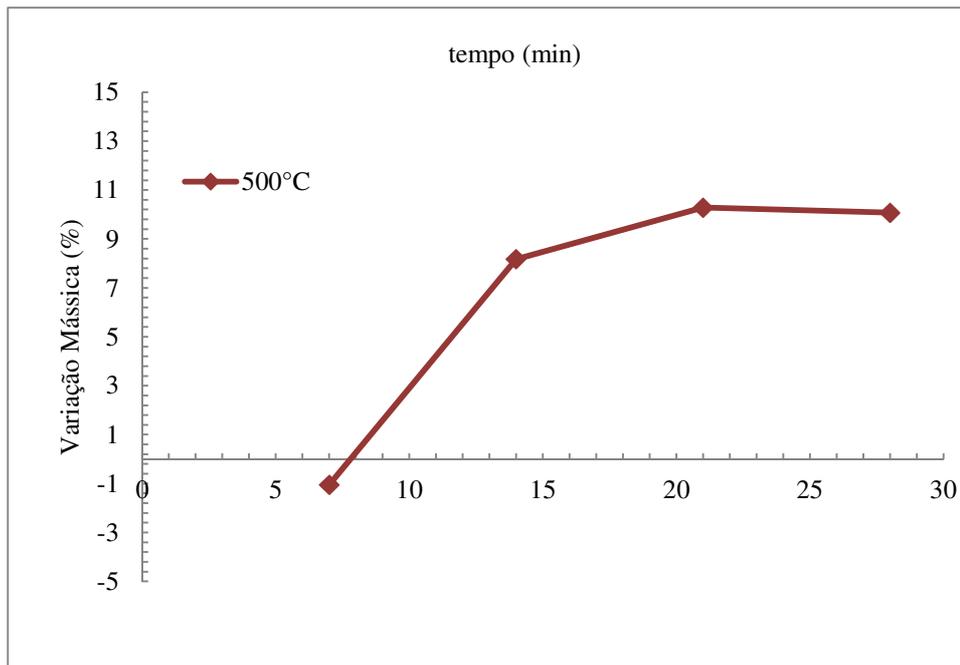


Figura 39 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida à 500°C

É possível notar que a curva obtida à 500°C exibe o mesmo comportamento daquela gerada à 400°C. No entanto, o aumento de temperatura proporcionou um ganho de massa mais acentuado, indicando uma maior fixação do oxigênio nos compostos presentes na amostra sólida. Tal fato sugere, ainda, uma maior formação dos sulfatos, em particular o de cobre visto que o FeSO_4 tende a estar em processo de decomposição térmica nessa temperatura.

A Figura 40, por fim, expõe os resultados oriundos dos testes realizados a 600°C, nas condições experimentais descritas anteriormente.

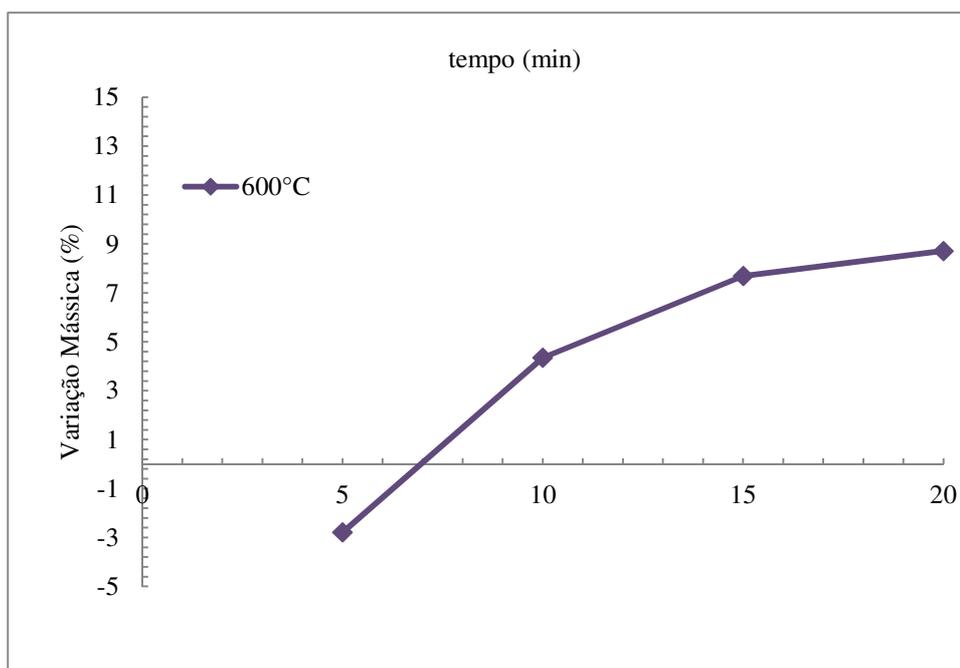


Figura 40 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida à 600°C

Observa-se, nesse caso, um comportamento similar aos ensaios conduzidos a 500°C, visto que os valores de variação mássica percentual obtidos estão bem semelhantes nas duas curvas. Um exemplo dessa semelhança pode ser verificado quando comparados os resultados dos pontos com maior aumento, onde o desvio obtido entre as duas curvas é de apenas cerca de 1,5%. Nota-se, ainda, que, em ambos os casos, o ganho de massa obtido ($\approx 10\%$) foi inferior à variação associada à transformação completa do CuFeS_2 em CuSO_4 e Fe_2O_3 . Assim sendo, é provável que os produtos reacionais permaneçam sendo constituídos por espécies diversificadas, indicando uma formação parcial dos produtos com a seletividade desejada.

4.2.1.1.1. Ensaios de solubilização de amostras específicas

Os ensaios de solubilização em água deionizada ligeiramente aquecida foram conduzidos empregando quatro amostras, com cerca de 1g cada, provenientes dos testes de ustulação em ar atmosférico realizados a 400 e 600°C, conforme apresentado na Tabela 14.

Tabela 14 – Resultados dos ensaios de solubilização de amostras específicas

Resultados dos ensaios de solubilização em água deionizada	Condições experimentais dos ensaios de ustulação em ar atmosférico			
	400°C 10 min	400°C 40 min	600°C 10 min	600°C 20 min
Massa inicial (g)	0,989	1,166	1,061	1,157
Massa não solubilizada (g)	0,641	0,513	0,533	0,521
Massa solubilizada(g)	0,348	0,653	0,528	0,636
Fração não solubilizada	0,65	0,44	0,50	0,45
Fração solubilizada	0,35	0,56	0,50	0,55
Percentual não solubilizado (%)	64,81	44,00	50,24	45,03
Percentual solubilizado (%)	35,19	56,00	49,76	54,97

Verifica-se que a formação de compostos solúveis ocorre de forma mais rápida em temperaturas mais elevadas, cerca de 15% de diferença entre as amostras ustuladas por 10 minutos a 400 e 600°C.

Embora a fração solubilizada, ao final dos testes, tenha sido praticamente igual para as duas amostras de maior conversão, observou-se uma significativa diferença entre a coloração dos licores obtidos. De forma específica, enquanto o licor da solubilização da amostra ustulada a 400°C manteve certa transparência, a solução resultante da solubilização da amostra ustulada a 600°C produziu um licor com um tom mais azulado, típico de soluções ricas em sulfato de cobre, conforme ilustrado na Figura 41.



Figura 41 – Licor oriundo da solubilização de uma amostra proveniente de um ensaio de ustulação com ar atmosférico a 600 °C

No que diz respeito ao resíduo retido na membrana de nitrato, é válido mencionar que esse material apresentava uma coloração vermelho acastanhada, particularmente comum em sólidos ricos em Fe_2O_3 . Tais indícios sugerem que a seletividade desejada pode estar sendo atendida, nessas condições, mesmo que de forma parcial.

4.2.1.1.2. Caracterização dos produtos reacionais

Os produtos reacionais selecionados para caracterização foram divididos em duas amostras que, por sua vez, foram encaminhadas para os laboratórios onde foram realizados os procedimentos de Difração de Raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura.

4.2.1.1.2.1. Difração de Raios-X (DR-X)

A Figura 42 apresenta o espectro de difração de raios-X obtido para uma amostra ustulada a 400°C.

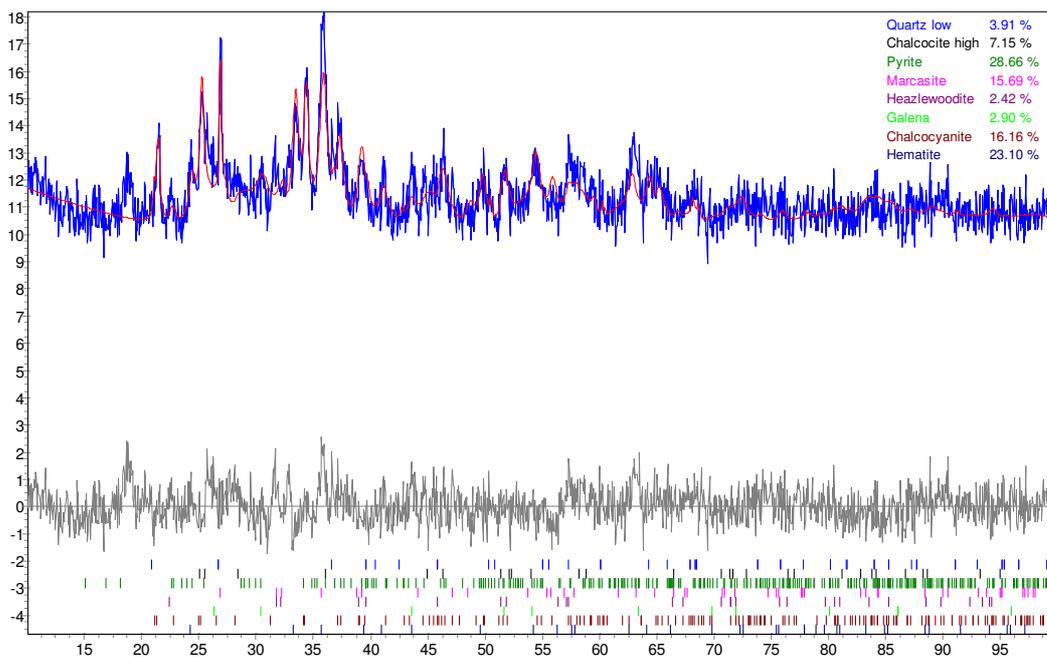


Figura 42 – Espectro de difração de raios-X da amostra gerada à 400°C

Observa-se que, em função da complexidade da amostra original e da grande variedade de espécies formadas, não foi possível obter um difratograma com propriedades quantitativas, particularmente devido a alguns picos não ajustados. No entanto, os resultados indicam uma certa tendência no que diz respeito à formação de algumas espécies. Nesse sentido, verifica-se que os compostos identificados como mais abundantes são, respectivamente, pirita e marcasita (FeS_2), hematita (Fe_2O_3) assim como calcocianita (CuSO_4) e calcocita (Cu_2S).

As formações encontradas estão de acordo com a expectativa de obtenção de produtos variados, incluindo sulfetos menores, sulfatos e óxidos assim como uma possível, mas não identificada, manutenção de uma certa quantidade da matéria-prima no seu estado original.

A Figura 43, por sua vez, expõe o espectro de difração obtido para uma amostra ustulada a 600°C.

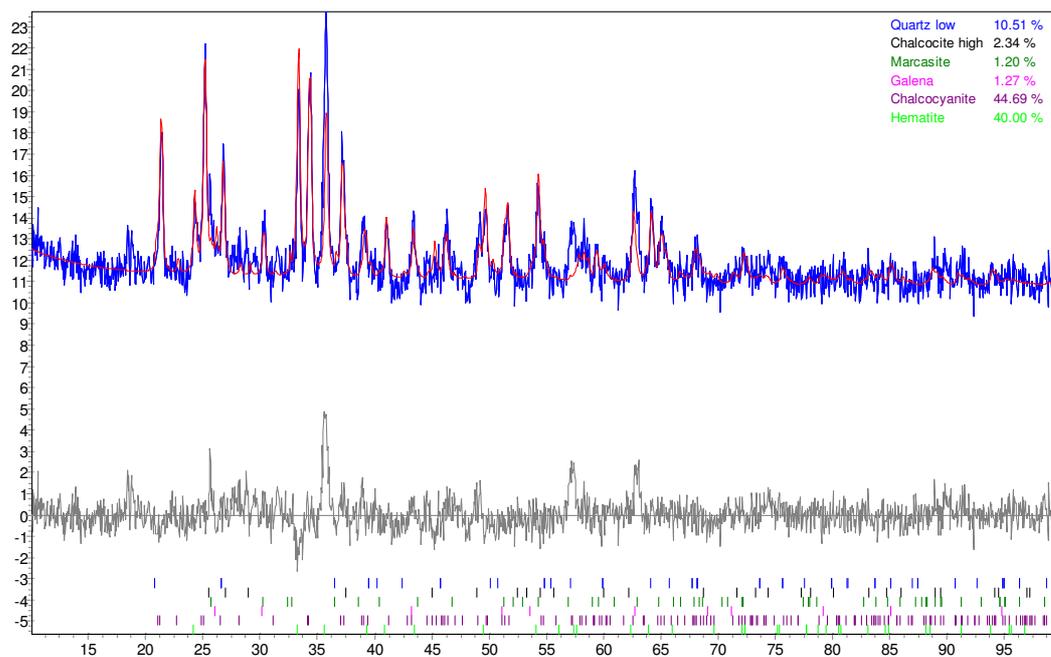


Figura 43 – Espectro de difração de raios-X da amostra gerada à 600°C

Assim como, no espectro de difração anterior, observa-se uma formação de espécies variadas. Todavia, neste caso, observa-se que a avaliação semi-quantitativa pelo método de Rietveld indicou um incremento nos percentuais de calcocianita (CuSO_4) e hematita (Fe_2O_3), respectivamente 44,69 e 40,00%. Tal fato sugere uma maior conversão da calcopirita contida no concentrado em compostos com a seletividade desejada, mesmo considerando que essa avaliação tenha sido realizada em termos semi-quantitativos.

4.2.1.1.2.2. Microscopia eletrônica de varredura/Espectroscopia de Raios-X por dispersão em energia (MEV/EDS)

A Figura 32 apresenta o aspecto morfológico de uma amostra ustulada a 400°C quando observada em MEV via elétrons secundários.

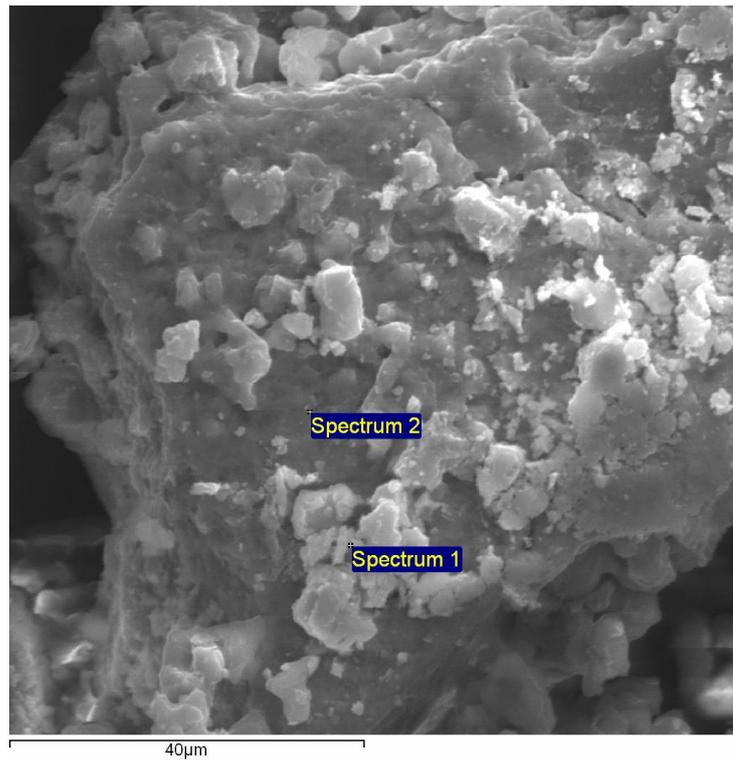


Figura 44 – Amostra ustulada a 400°C e regiões de análise via EDS

Observa-se que a amostra ustulada a 400°C exibe uma topologia semelhante a do concentrado. Verifica-se que a composição química elementar, em linhas gerais, apresenta percentuais semelhantes ao da matéria-prima, reforçando o conceito de uma formação de produtos diversificados nessa temperatura.

A fim de ilustrar essa afirmação, a Figura 45 e a Tabela 15 expõem os resultados obtidos para o ponto identificado pelo Spectrum 1 ao passo que a Figura 46 e a Tabela 16 os valores obtidos pela análise do Spectrum 2.

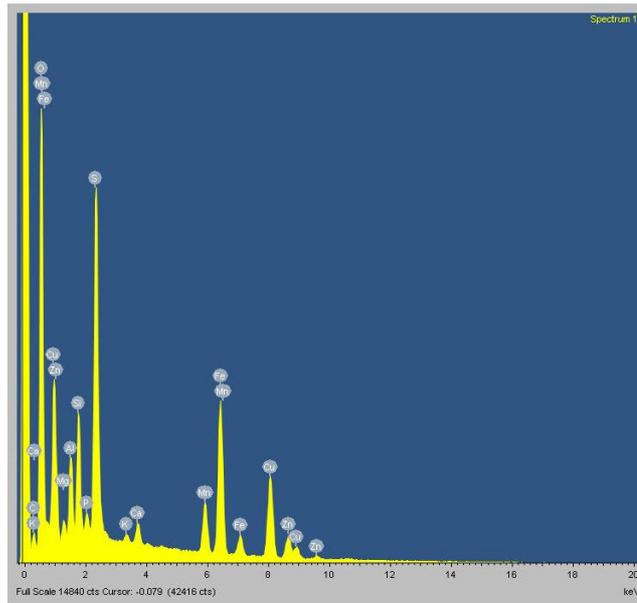


Figura 45 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Tabela 15 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Elemento	Peso (%)
O	39,30
Mg	1,09
Al	3,10
Si	4,25
P	0,99
S	11,46
K	0,31
Ca	0,82
Mn	4,21
Fe	14,41
Cu	14,87
Zn	5,19
Total	100

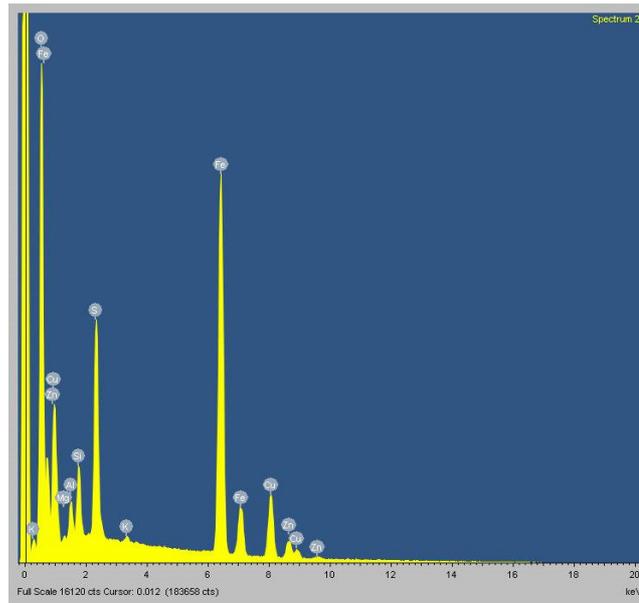


Figura 46 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Tabela 16 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Elemento	Peso (%)
O	36,13
Mg	0,26
Al	1,51
Si	2,50
S	7,03
K	0,22
Fe	36,60
Cu	11,66
Zn	4,10
Total	100

A partir da análise do Spectrum 1 é possível identificar uma significativa incorporação de oxigênio quando esse resultado é comparado aos obtidos para o concentrado original. Verifica-se que nesse ponto, os teores de Cu e Fe permanecem proporcionais entre si enquanto que no Spectrum 2 a concentração de Fe é significativamente maior, indicando uma possível ocorrência do Fe_2O_3 nessa região.

Em seguida, foi realizado um estudo via MEV/EDS de uma amostra ustulada a 600°C. Assim sendo, a Figura 47 exibe o aspecto morfológico das partículas apresentadas na imagem.

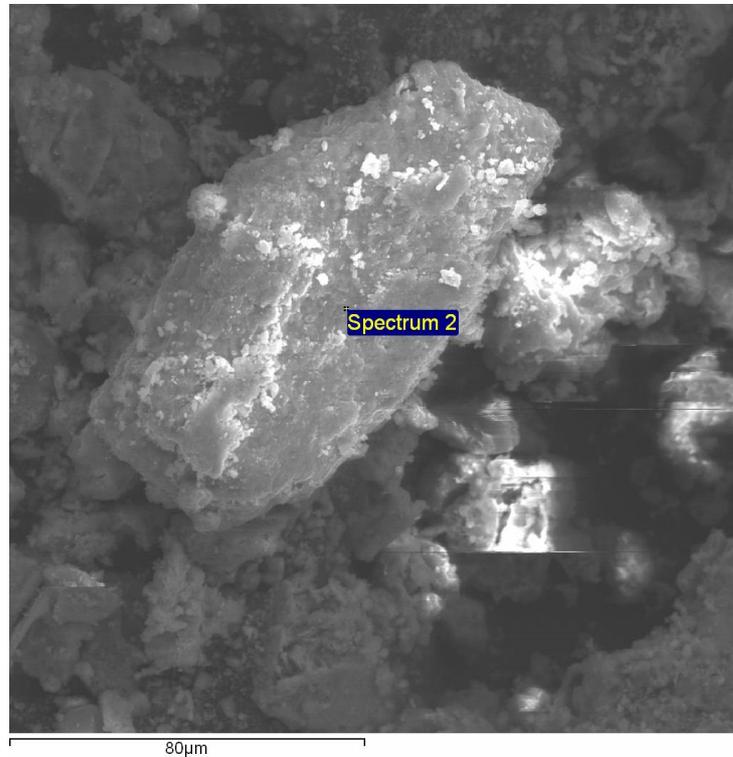


Figura 47 – Amostra ustulada a 600°C e regiões de análise via EDS

Observa-se que a amostra ustulada à 600°C com ar atmosférico apresenta uma morfologia semelhante àquela associada ao concentrado e ao produto da reação à 400°C. É possível identificar partículas de tamanho variado assim como alguns cristais com relevo facetado.

A Figura 48 e a Tabela 17 apresentam os resultados da análise via mapeamento por EDS da região apresentada na Figura 47.

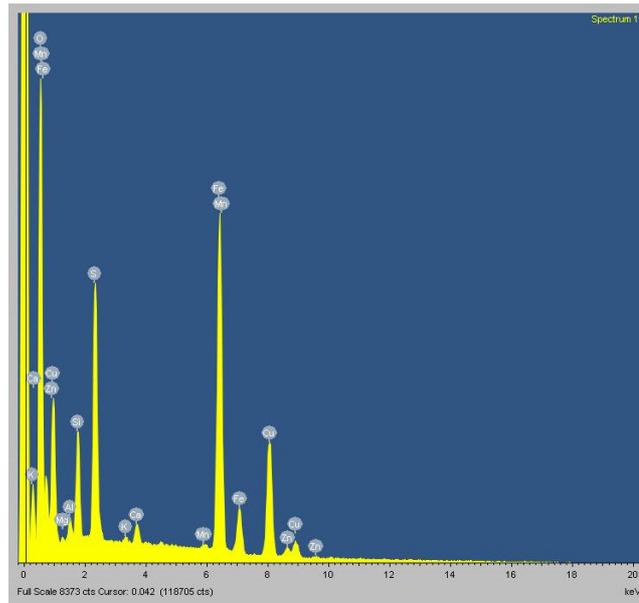


Figura 48 – Espectro da análise por EDS da região apresentada na imagem

Tabela 17 – Resultado da análise por EDS da região apresentada na imagem

Elemento	Peso (%)
O	35,03
Mg	0,24
Al	0,90
Si	3,63
S	7,80
K	0,23
Ca	0,69
Mn	0,34
Fe	29,36
Cu	19,90
Zn	1,88
Total	100

Verifica-se que nessa região os elementos predominantes são, em ordem decrescente, oxigênio, ferro e cobre. É possível notar uma diminuição no teor de enxofre, quando esse resultado é comparado com o relacionado à matéria-prima.

Tal fato está relacionado a uma possível remoção desse elemento na forma de $\text{SO}_2(\text{g})$ a partir da reação com o $\text{O}_2(\text{g})$ presente no ar.

A Figura 49 e a Tabela 18 apresentam os resultados da análise via EDS obtidos pontualmente no Spectrum 2.

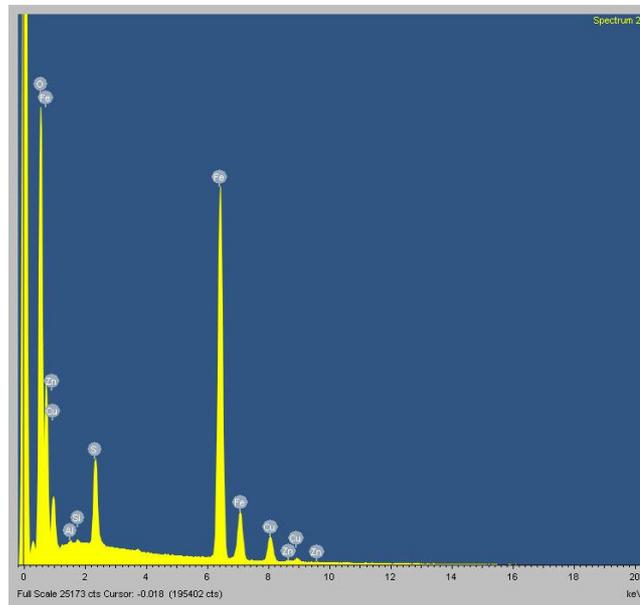


Figura 49 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Tabela 18 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Elemento	Peso (%)
O	39,06
Al	0,22
Si	0,18
S	3,81
Fe	49,99
Cu	6,32
Zn	0,43
Total	100

Observa-se que nesse ponto, as concentrações de Fe e O são bem mais significativas do que a dos demais elementos. Esse resultado, por sua vez, sugere

que a partícula em questão provavelmente possui o óxido de ferro como composto majoritário.

Na Figura 50, a seguir, é possível observar outra região da mesma amostra enquanto a Figura 51 e a tabela 19 apresentam os resultados do EDS pontual de uma determinada região da imagem.

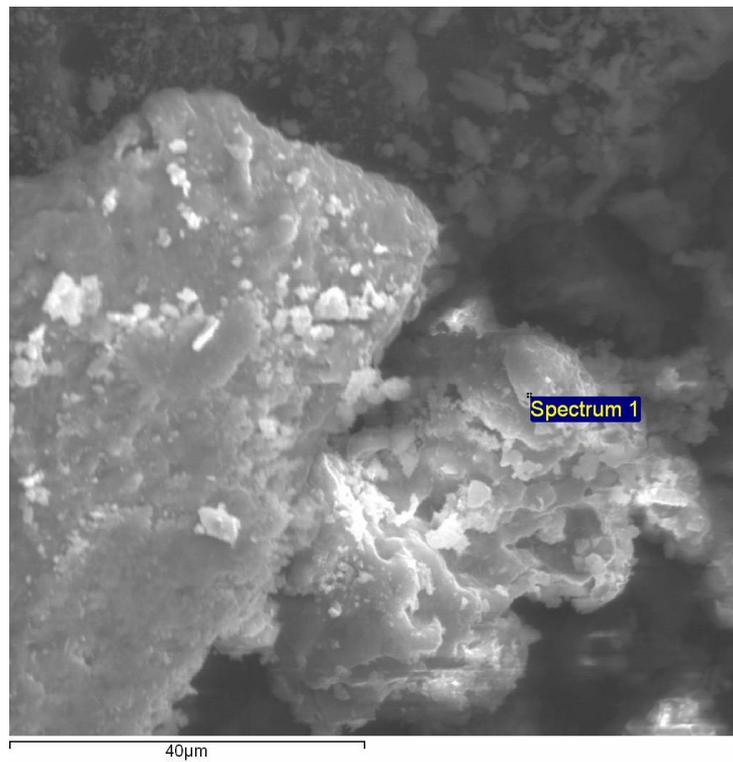


Figura 50 – Amostra ustulada a 600°C e regiões de análise via EDS

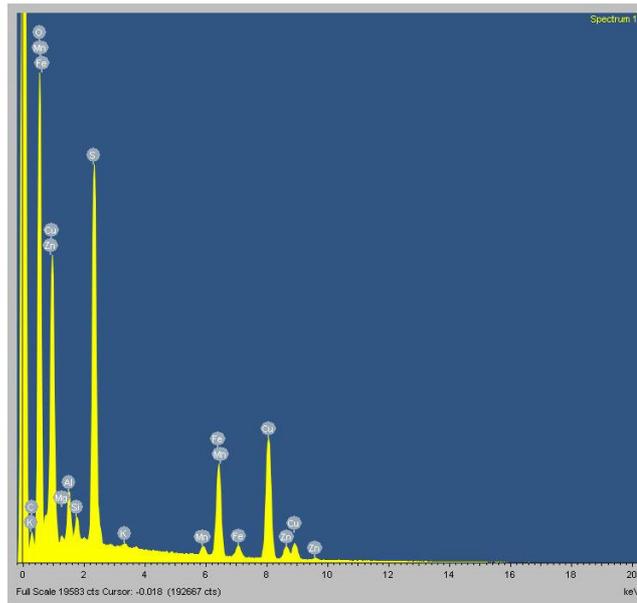


Figura 51 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Tabela 19 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Elemento	Peso (%)
O	44,05
Mg	0,39
Al	2,16
Si	0,94
S	13,66
K	0,16
Mn	0,82
Fe	9,51
Cu	24,92
Zn	3,38
Total	100

É possível observar que, nesse local da imagem, existe uma maior concentração dos elementos formadores do sulfato de cobre. O fato de o oxigênio ser mais abundante, nesse caso, pode ser justificado pela estequiometria desse composto, visto que este elemento corresponde, na teoria, por cerca de 40% da massa do CuSO_4 . Considerando que esses resultados são semi-quantitativos, pode

se afirmar que o valor de 44,05% de oxigênio está, de certa forma, dentro do esperado para uma partícula formada essencialmente por sulfato de cobre.

Em linhas gerais, as observações oriundas dessa etapa do estudo experimental indicam que a obtenção de produtos segundo a seletividade desejada é bastante viável. Todavia, um estudo mais específico relacionado com a otimização da atmosfera reacional se faz necessário a fim de que valores mais altos de conversão da calcopirita em CuSO_4 e Fe_2O_3 sejam obtidos. Nesse sentido, conhecido o efeito da temperatura, passa a ser importante aumentar o entendimento acerca das consequências sobre a variação mássica de diferentes atmosferas reacionais.

4.2.1.2. Estudo do comportamento do sistema em função da composição química da atmosfera reacional

A fim de estudar o efeito da composição química da atmosfera reacional, foram realizados ensaios experimentais em diferentes temperaturas em um intervalo de tempo fixo de 20 minutos. A Tabela 20 apresenta as temperaturas em que foram realizados os testes de ustulação

Tabela 20 – Temperaturas empregadas no estudo do comportamento do sistema em função da composição química da atmosfera reacional

Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Temperatura 3 (°C)	Temperatura 4 (°C)
600	650	700	750

É válido mencionar que os ensaios de ustulação com ar atmosférico foram conduzidos na mesma linha experimental utilizada no estudo do efeito da temperatura. Por outro lado, os demais testes, empregando oxigênio puro, foram realizados na segunda linha experimental de escala de bancada, uma vez que esse aparato pode incorporar o reciclo de parte dos produtos gasosos.

4.2.1.2.1. Ustulação com ar atmosférico

A Figura 52 apresenta o acompanhamento dos resultados experimentais obtidos em uma atmosfera constituída por ar oriundo de um compressor.

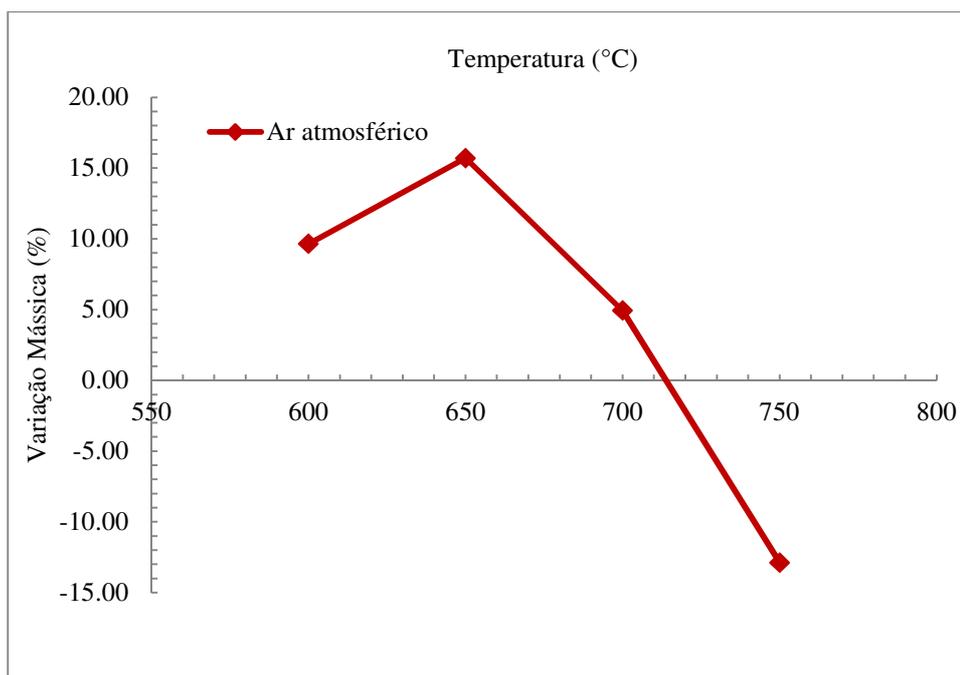


Figura 52 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida reagida com ar atmosférico

A título de comparação, é possível observar que a 600°C a variação mássica obtida é semelhante àquela encontrada na etapa anterior do estudo, cerca de 10%. No entanto, nota-se que o aumento de temperatura até 650°C proporcionou um incremento na conversão no sentido da seletividade desejada, cerca de 16% de variação mássica percentual. Todavia, a partir de 700°C verifica-se um comportamento menos favorável à obtenção de CuSO_4 e Fe_2O_3 , uma vez que o ganho de massa é de apenas 4,93%. Tal fato pode estar relacionado ao início de uma dissociação mais marcante do sulfato de cobre. Por fim, é interessante mencionar que a 750°C a reação confere às amostras uma perda de massa, reforçando a expectativa de dissociação do CuSO_4 , como pode ser visto no gráfico.

4.2.1.2.2. Ustulação com oxigênio puro

A fim de estabilizar o sulfato de cobre, pode-se deslocar a janela de operação de ustulação para uma atmosfera reacional mais rica em $\text{O}_2(\text{g})$, como pode ser observado na Figura 53.

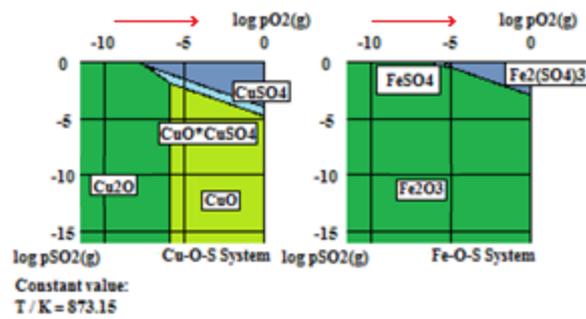


Figura 53 – Ilustração do efeito do aumento da pressão parcial de $O_2(g)$ no sistema reacional estudado

Nota-se que os sulfatos tendem a ser estáveis em maiores pressões parciais de oxigênio. Nesse sentido, a Figura 54 expõe os resultados experimentais associados com as reações de ustulações conduzidas em atmosfera de $O_2(g)$ puro.

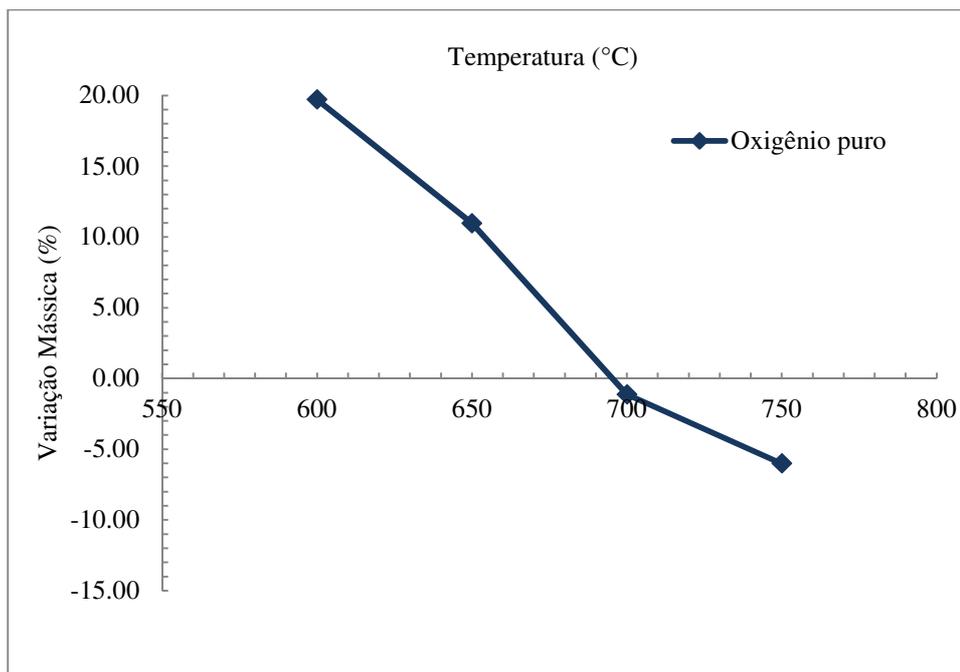


Figura 54 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida reagida com oxigênio puro

É possível notar que o enriquecimento da atmosfera com oxigênio puro aumentou o ganho de massa a 600°C para 19,71%, duas vezes maior do que a variação observada em ensaios utilizando ar atmosférico. Todavia, verifica-se que

em temperaturas maiores existe um comportamento menos favorável à formação do CuSO_4 e Fe_2O_3 , visto que o excesso de oxigênio pode contribuir para uma dissociação mais precoce do sulfato de cobre. Esse desempenho do sistema pode ser explicado pelo aumento do potencial de oxigênio no interior do forno de ustulação, favorecendo a formação do óxido de cobre. Tal tendência fica mais evidente quando observado que a 700°C passa a prevalecer uma tendência a perda de massa que, como dito anteriormente, está relacionada com a obtenção de ambos óxidos a partir da remoção plena do enxofre.

4.2.1.2.3. Ustulação com oxigênio puro e reciclo de parte dos produtos gasosos da reação

Utilizando o mesmo princípio empregado para ilustração do efeito do aumento da pressão parcial de $\text{O}_2(\text{g})$ do sistema, é possível implementar uma condição ainda mais aprimorada com o intuito de se estabilizar o CuSO_4 . Nesse sentido, a Figura 55 apresenta uma ilustração do efeito do enriquecimento da atmosfera reacional com $\text{SO}_2(\text{g})$.

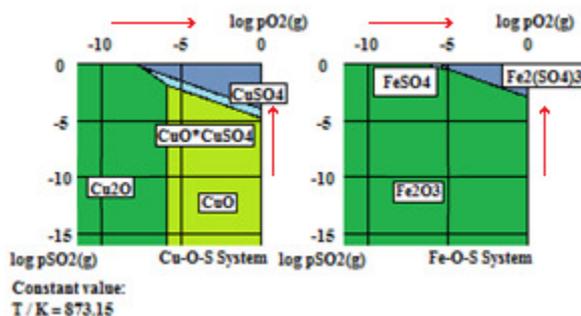


Figura 55 – Ilustração do efeito do aumento das pressões parciais de $\text{O}_2(\text{g})$ e de $\text{SO}_2(\text{g})$ no sistema reacional estudado

Observa-se que os sulfatos de cobre e ferro se apresentam como os compostos predominantes em regiões com maiores pressões parciais de $\text{O}_2(\text{g})$ e $\text{SO}_2(\text{g})$. Assim sendo, a Figura 56 ilustra os resultados experimentais relacionados com as reações de ustulações conduzidas com $\text{O}_2(\text{g})$ puro e empregando o reciclo de parte dos produtos gasosos. Tal operação foi realizada com o objetivo de se aumentar a pressão parcial de $\text{SO}_2(\text{g})$ no interior do forno.

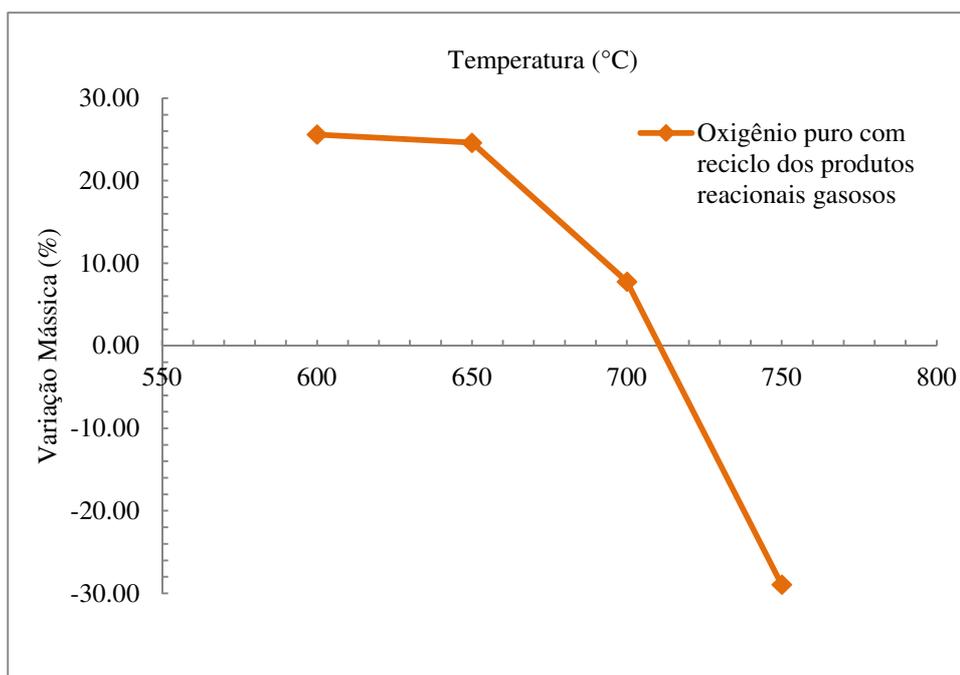


Figura 56 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida reagida com oxigênio puro e reciclo de parte dos produtos reacionais gasosos

Comparando os níveis de variação mássica nas novas condições operacionais com os associados aos ensaios anteriores, observa-se que a presença do $\text{SO}_2(\text{g})$ proporciona um resultado mais próximo daquele relacionado com a seletividade desejada (30,48%). A título de ilustração, a 600°C , obteve-se um aumento de massa de 25,59%. Observa-se ainda, uma consolidação dos níveis de conversão até 650°C , indicando uma maior estabilização do CuSO_4 nessa condição. Verifica-se que em temperaturas maiores que esta existe uma tendência ao desfavorecimento da seletividade uma vez que os valores de variação mássica se distanciam progressivamente do valor desejado.

De forma concisa, é possível constatar que, para atender o objetivo de se obter de forma seletiva o CuSO_4 e o Fe_2O_3 , é recomendada manutenção de uma certa quantidade de $\text{SO}_2(\text{g})$ na atmosfera reacional, visto que nessa condição se observou um melhor resultado. Além disso, verifica-se que as temperaturas mais recomendadas, dentre aquelas estudadas, estão entre 600 e 650°C .

4.2.1.3. Estudo cinético conciso do processo de ustulação seletiva

Com o objetivo de aumentar o entendimento do comportamento do sistema reacional, realizou-se um estudo cinético conciso a fim de avaliar os níveis de variação mássica ao longo do tempo quando empregadas as condições operacionais mais recomendadas para a obtenção seletiva de CuSO_4 e Fe_2O_3 .

Nesse sentido, a Figura 57 apresenta os resultados a 600°C de ensaios realizados em atmosfera de $\text{O}_2(\text{g})$ puro empregando o reciclo de parte do $\text{SO}_2(\text{g})$ gerado pela própria ustulação.

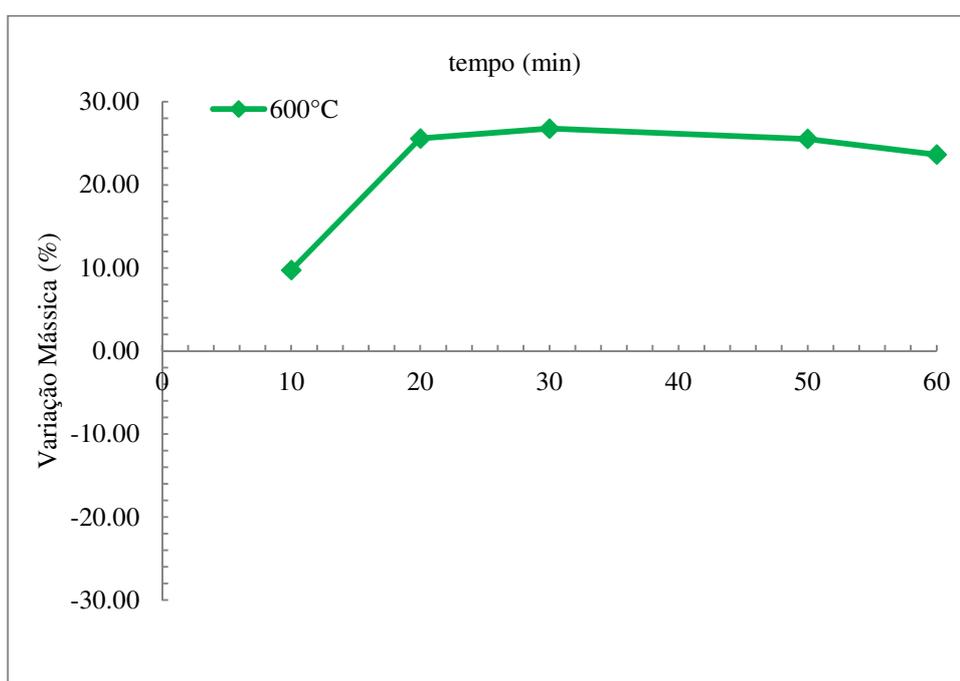


Figura 57 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida à 600°C ao longo do tempo

Verifica-se que a reação, aparentemente, atinge conversões satisfatórias em 20 minutos e que os valores de variação mássica pouco variam a partir de então. Nota-se um ganho máximo de 26,77% para um ensaio conduzido por 30 minutos. É válido mencionar que os ensaios correspondentes ao tempo de 40 minutos foram descartados por apresentarem resultados inconsistentes.

A Figura 58, por sua vez, expõe o acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra à 650°C para testes conduzidos em atmosfera de $\text{O}_2(\text{g})$ puro utilizando o reciclo de $\text{SO}_2(\text{g})$.

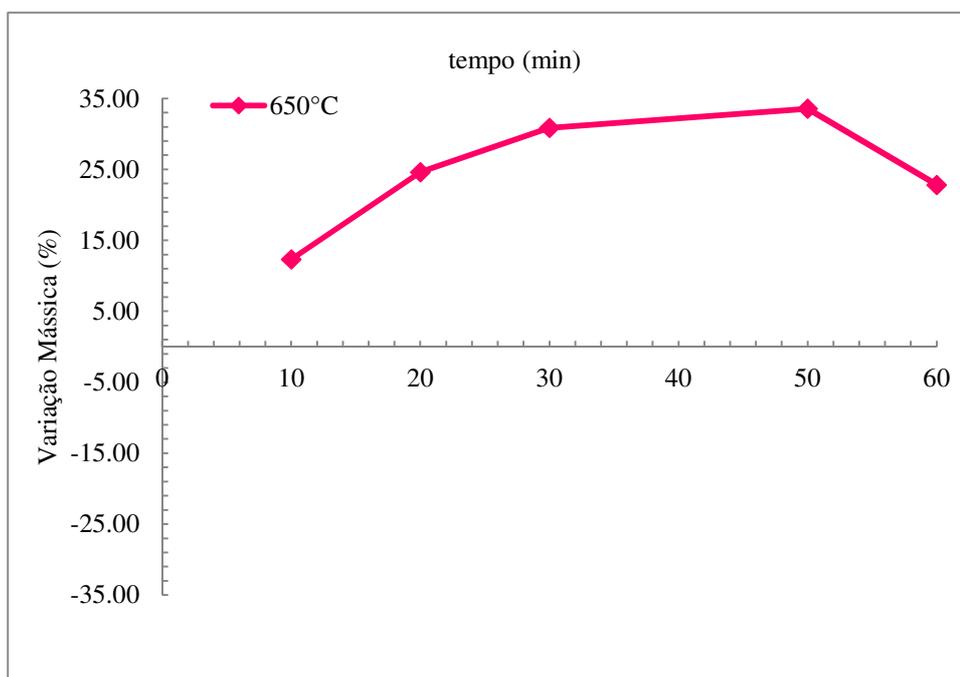


Figura 58 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida à 650°C ao longo do tempo

É possível notar que o ganho de massa, até o ponto máximo, é mais gradual do que nos testes realizados a 600°C. Verifica-se que o ensaio conduzido por 30 minutos apresentou uma variação mássica de 30,85%, valor este bem próximo daquele associado à reação com a seletividade desejada. Nota-se, porém, uma queda na conversão em um teste realizado por 60 minutos. Tal fato, possivelmente, indica que os ensaios devem possuir um tempo máximo para atender a seletividade, uma vez que testes muito extensos, provavelmente, podem propiciar as condições necessárias para iniciar a decomposição térmica do CuSO_4 . Um comportamento semelhante a este também foi observado por (Prasad et al, 2003)^[9] nos seus estudos experimentais de ustulação.

4.2.1.4. Ensaios de solubilização de amostras específicas

Nessa etapa, o ensaio de solubilização em água deionizada ligeiramente aquecida foi conduzido utilizando uma amostra de 0,995g oriunda de um teste a 600°C por 20 minutos em atmosfera de $\text{O}_2(\text{g})$ puro e $\text{SO}_2(\text{g})$ proveniente do reciclo dos produtos gasosos.

Tabela 21 – Resultados dos ensaios de solubilização de amostras específicas

Resultados dos ensaios de solubilização em água deionizada	Condições experimentais dos ensaios de ustulação em ar atmosférico
	600°C 20 min
Massa inicial (g)	0.995
Massa não solubilizada (g)	0.230
Massa solubilizada(g)	0.765
Fração não solubilizada	0.23
Fração solubilizada	0.77
Percentual não solubilizado (%)	23.12
Percentual solubilizado (%)	76.88

Observa-se que a modificação das condições experimentais dos ensaios de ustulação possibilitou uma maior solubilidade do produto reacional. Esse incremento até cerca de 77% possivelmente está relacionado a um aumento da conversão do CuS em espécies solúveis como, por exemplo, o CuSO₄. Assim como no ensaio de solubilização anterior, foi gerado um licor azul e um material sólido vermelho acastanhado. Esse resíduo, após tratamento em forno de mufla para queima da membrana, foi encaminhado para análise por MEV/EDS, relatada na seção de caracterização dos materiais a seguir.

4.2.1.5. Caracterização dos produtos reacionais

Assim como na etapa anterior do estudo, os produtos reacionais selecionados foram divididos em duas amostras antes do encaminhamento para os laboratórios onde foram conduzidos os procedimentos de caracterização. É importante ratificar que as amostras caracterizadas nesta etapa foram ustuladas em condições experimentais consideradas mais próximas da ideal para se atender a seletividade da reação, conforme mostrado pelo estudo experimental. Assim sendo, foram empregados produtos oriundos de ensaios de 600 e 650°C para intervalos de 20 e 30 minutos de reação em atmosferas de O₂(g) enriquecidas com SO₂(g).

4.2.1.5.1. Difração de Raios-X (DR-X)

A Figura 59 apresenta o espectro de difração de raios-X de uma amostra de material ustulado.

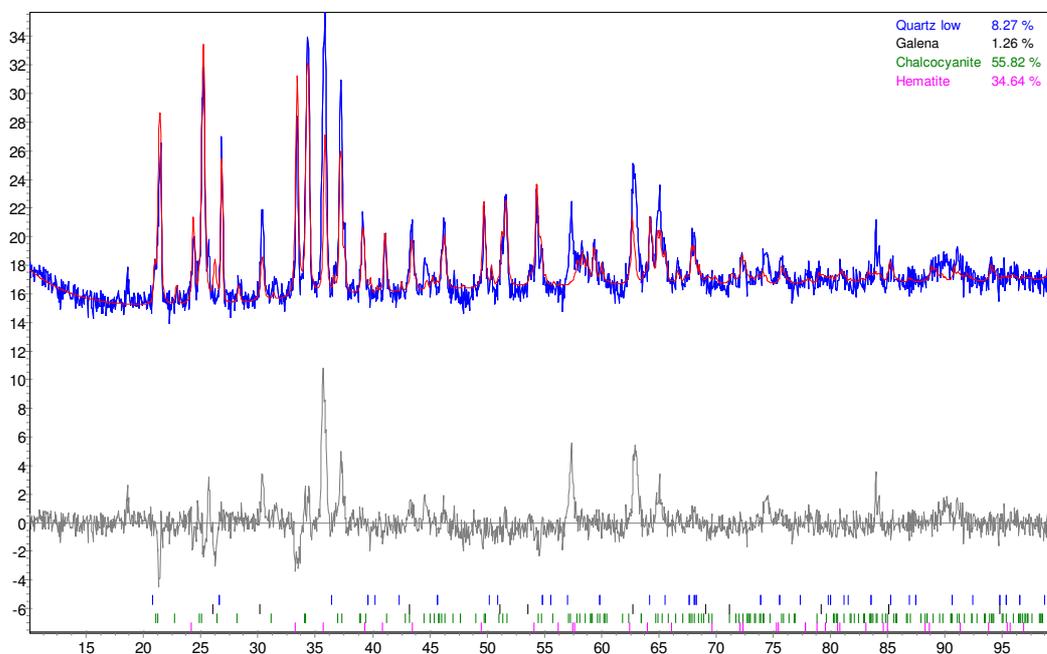


Figura 59 – Espectro de difração de raios-X da amostra de material ustulado

É possível notar que o espectro indica que, nessas condições, a calcocianita (CuSO_4) se apresenta como o composto predominante, com cerca de 56%, seguido pela hematita (Fe_2O_3), com aproximadamente 35%. Comparativamente, o percentual de calcocianita aumentou significativamente em relação ao observado anteriormente, mesmo do ponto de vista semi-quantitativo. Tal fato sugere, portanto, que as condições experimentais foram, de fato, aprimoradas no sentido de se favorecer a seletividade desejada.

4.2.1.5.2. Microscopia eletrônica de varredura/Espectroscopia de Raios-X por dispersão em energia (MEV/EDS)

Nesta etapa do estudo, foram realizados procedimentos de caracterização por MEV/EDS de amostras do material ustulado assim como do resíduo sólido retido na membrana de nitrato de celulose.

4.2.1.5.2.1. Material ustulado

A Figura 60 apresenta o aspecto morfológico de uma amostra ustulada em condições otimizadas e as regiões onde foi realizada a análise via EDS.

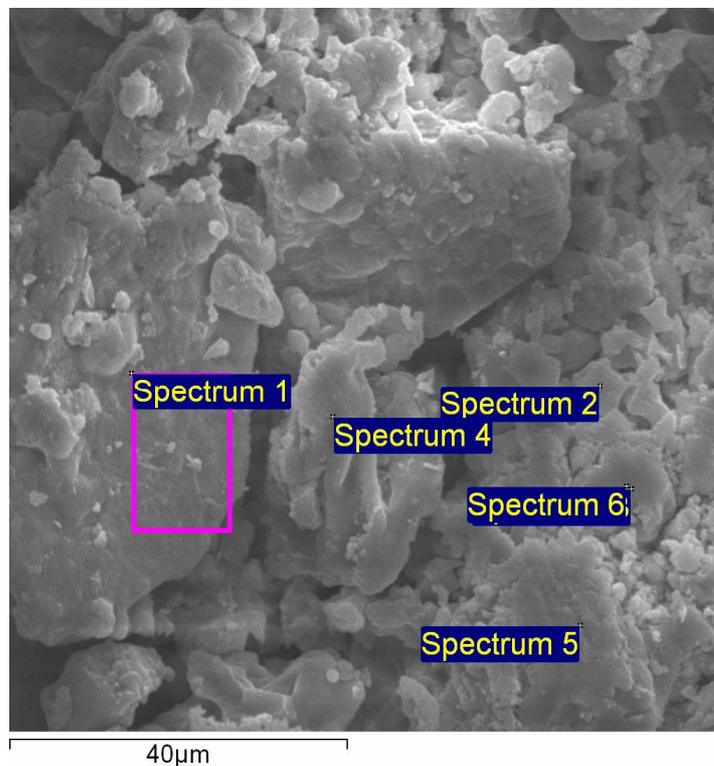


Figura 60 – Amostra do material ustulado e regiões de análise via EDS

Do ponto de vista morfológico, observa-se que amostra apresenta, de certa forma, um aspecto semelhante ao da matéria-prima. A única diferença marcante se dá através da presença de uma rugosidade mais marcante na superfície das partículas. Essas, por sua vez, apresentavam um caráter mais facetado na amostra do concentrado. Esse fato pode ilustrar, mesmo que numa escala pequena, o efeito físico da reação sobre a calcopirita.

No que diz respeito à análise por EDS, a Figura 61 e a Tabela 22 expõem os resultados obtidos para o Spectrum 1 enquanto a Figura 62 e a Tabela 23 os valores obtidos pela análise do ponto identificado pelo Spectrum 6.

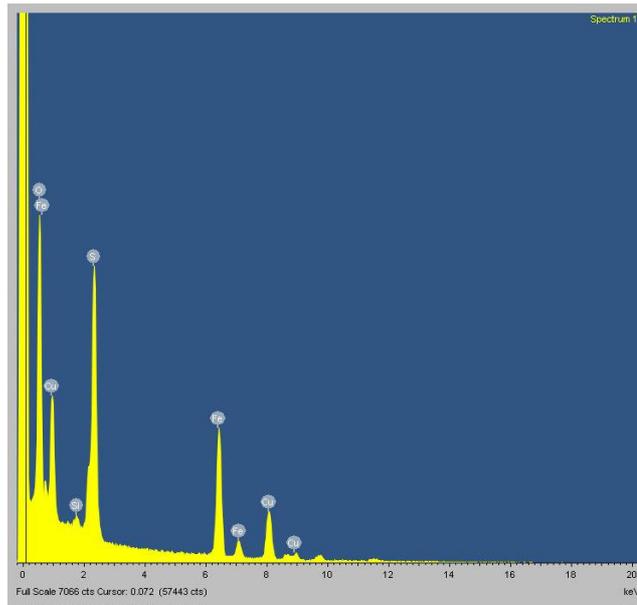


Figura 61 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Tabela 22 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Elemento	Peso (%)
O	45,04
Si	0,76
S	13,98
Fe	23,58
Cu	16,64
Total	100

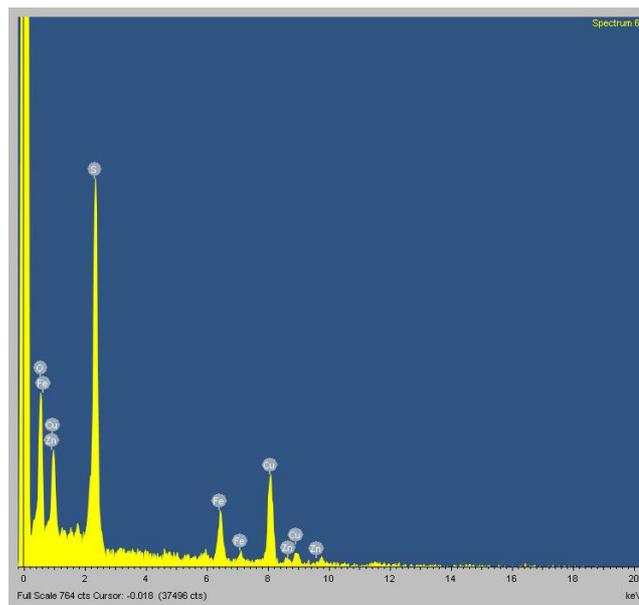


Figura 62 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 6

Tabela 23 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 6

Elemento	Peso (%)
O	31,11
S	23,07
Fe	8,88
Cu	33,45
Total	96,51

É possível notar, pelos espectros apresentados, uma variação de composição química local em diferentes regiões da amostra. Observa-se no Spectrum 1 que o ferro e o oxigênio se caracterizam por serem os elementos mais representativos enquanto no Spectrum 6 cobre, enxofre e oxigênio são predominantes. Assim sendo, verifica-se que, em pelo menos duas regiões dessa amostra, a composição química elementar está de acordo com a presença de CuSO_4 e Fe_2O_3 .

4.2.1.5.2.2. Resíduo sólido retido na membrana de nitrato de celulose

A Figura 63 ilustra o aspecto morfológico da amostra de resíduo sólido retido na membrana de nitrato de celulose, quando observada via elétrons secundários, e regiões onde foi conduzida a análise via EDS.

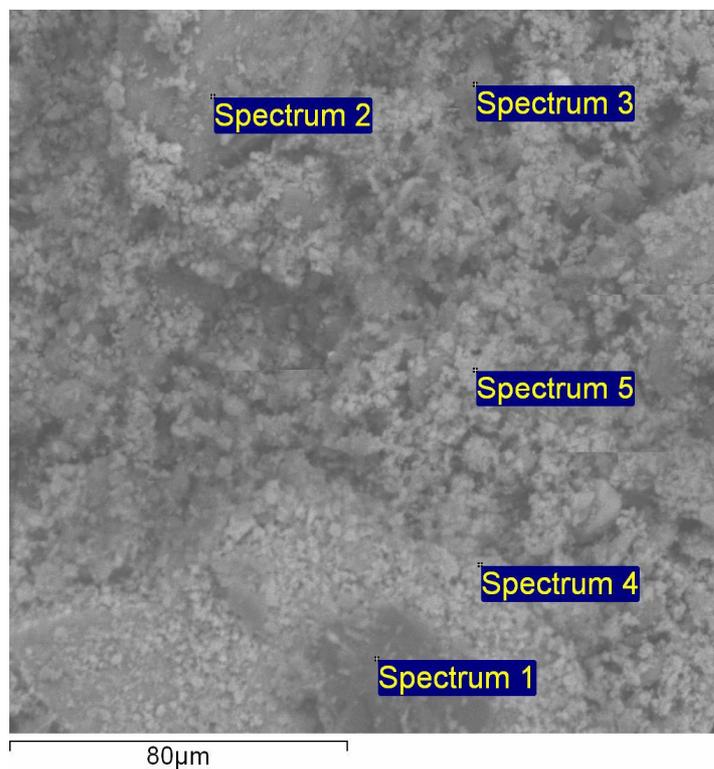


Figura 63 – Amostra do resíduo retido e regiões de análise via EDS

Observa-se que, do ponto de vista morfológico, a amostra apresenta homogeneidade e um relevo distinto daquele associado à matéria-prima e ao material ustulado. Percebe-se que a amostra é morfológicamente constituída por um aglomerado de partículas com poucas formações semelhantes a cristais facetados.

No que tange à análise via EDS, correspondente a essa amostra, a Figura 64 e a Tabela 24 apresentam os resultados associados com o Spectrum 1.

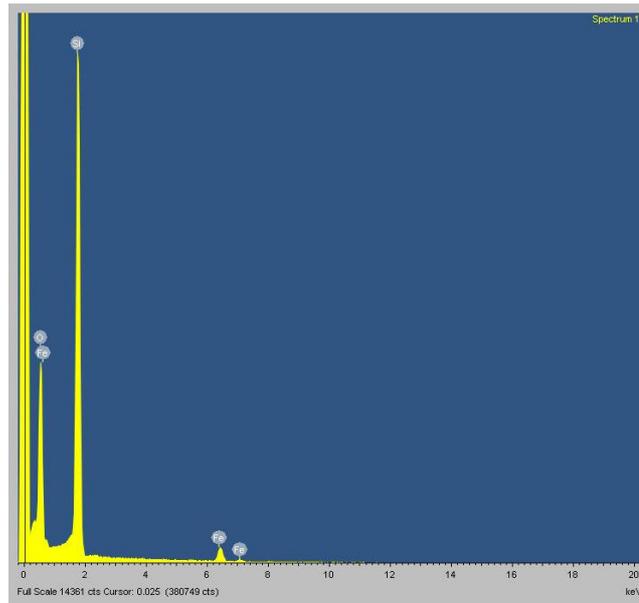


Figura 64 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Tabela 24 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Elemento	Peso (%)
O	54,03
Si	41,13
Fe	4,83
Cu	0,00
Total	99,99

É possível notar que o ponto referente ao Spectrum 1, possivelmente está relacionado a uma partícula de SiO_2 que, por sua vez, é um dos compostos constituintes do concentrado.

A Figura 65 e a Tabela 25 apresentam os valores em peso percentual referentes ao ponto associado com o Spectrum 4.

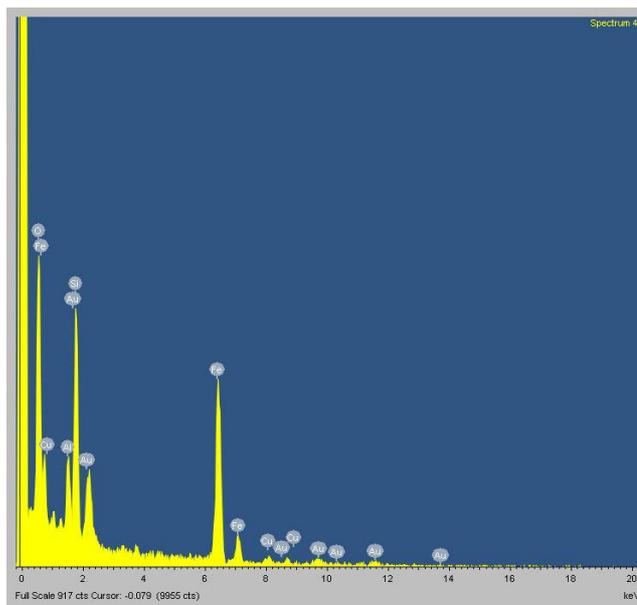


Figura 65 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 4

Tabela 25 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 4

Elemento	Peso (%)
O	40,52
Al	5,69
Si	15,99
Fe	35,83
Cu	1,97
Total	100

Percebe-se que, nesse ponto, existe uma aparente ausência enxofre assim como um valor muito baixo de cobre, reforçando a expectativa de formação de um composto solúvel com esses elementos. Além disso, é possível notar uma presença marcante de silício, ferro e oxigênio o que, por sua vez, indica uma possível ocorrência de Fe_2O_3 e SiO_2 , este último possivelmente oriundo da matéria-prima.

4.2.2. Ensaios em maior escala

4.2.2.1. Ensaio em forno rotativo

Foi realizado um ensaio de ustulação utilizando 500g de concentrado a ser reagido em ar atmosférico oriundo de um compressor. Nesse teste, após pré-aquecimento da amostra até 600°C, foi feita a opção pela não implementação do controle de temperatura disponível nesse equipamento. Tal iniciativa tinha por objetivo observar o efeito da exotermicidade da reação em um sistema em uma escala maior. Nesse sentido, o ensaio foi bem sucedido uma vez que foi possível notar um marcante aumento temperatura no interior do forno, atingindo 1200°C em menos de 90 minutos. Em função desse significativo incremento de temperatura, interrompeu-se o fluxo de gás a fim de se evitar maiores aumentos e possíveis danos ao reator.

Todavia, os efeitos da exotermicidade dessa reação são tão acentuados que proporcionaram a fusão de parte da carga sólida e, em seguida, da parede da câmara reacional rotatória, provocando um vazamento interno. Além disso, verificou-se que essas consequências se tornaram responsáveis por grandes danos nas resistências elétricas e refratários constituintes desse equipamento. Essas consequências, podem ser observadas nas Figuras 66 e 67, a seguir, onde estão ilustrados o estado final do equipamento após esse ensaio.



Figura 66 – Estado final da câmara reacional rotatória



Figura 67 – Estado final das resistências elétricas e do material refratário

É válido mencionar que os fenômenos observados estão consistentes com a temperatura de fusão da calcopirita (cerca de 950°C) uma vez que este valor foi ultrapassado ao longo do teste, em função da grande quantidade de calor liberado por essa ustulação.

Em função do vazamento interno, não foi possível quantificar a variação mássica associada a esse ensaio. Esse equipamento começou a se reparar, mas não foi possível utilizá-lo novamente nesse estudo em função da grande quantidade de pontos a serem atendidos para colocá-lo em operação outra vez.

Dentro desse contexto, em função do desfecho desfavorável desse ensaio foi necessário implementar uma outra metodologia para a condução de ensaios de ustulação em uma escala superior a de bancada.

4.2.2.2. Ensaio em câmara reacional aquecida em forno de mufla

A metodologia implementada para a condução dos testes, conforme descrito anteriormente, está fundamentada na utilização de uma câmara reacional, no interior de um forno de mufla, como reator para a ustulação com controle sobre a temperatura inicial de reação.

Desta forma, foram realizados testes empregando amostras entre 25 e 100 gramas de concentrado em temperaturas entre 300 e 500°C, uma vez que nessas

condições a exotermicidade da reação se faz mais presente e poder elevar a temperatura facilmente acima dos 700°C.

Os ensaios realizados em temperaturas mais baixas permitiram que se identificasse, de forma aproximada, a temperatura de ignição do concentrado. Embora se saiba que esta é dependente da granulometria, foi possível observar que acima dos 375°C era liberado um volume de gás muito maior do que em temperaturas mais baixas, fato esse também constatado pelo marcante aumento do odor associado com o SO₂(g) no ambiente assim como pelo intenso som de combustão proveniente da câmara reacional.

Outro aspecto relevante desses ensaios está relacionado com a necessidade de movimentação da carga sólida no interior da câmara reacional, uma vez que testes utilizando cargas sólidas estáticas apresentaram a formação de uma camada reagida estável na superfície da amostra. Tal ocorrência impede o acesso do O₂(g) às camadas mais internas do concentrado não reagido, impedindo o progresso da reação e a obtenção de níveis de variação mássica satisfatórios. A formação dessa camada pode ser observada nas Figuras 68 e 69.



Figura 68 – Formação de uma camada reagida na superfície da amostra impedindo o progresso da reação sobre as demais regiões da amostra



Figura 69 – Formação de uma camada reagida na superfície da amostra impedindo o progresso da reação sobre as demais regiões da amostra

É possível perceber, em ambas as fotos, a formação de uma camada superior vermelho acastanhada na superfície do concentrado, de cor preta, não reagido. Desta forma, fica evidente a necessidade de implementação de algum mecanismo de agitação intermitente que evite esse fenômeno permitindo o progresso da reação até o ponto desejado. Nesse sentido, estabeleceu-se que a cada 15 minutos a câmara reacional seria agitada manualmente por 15 segundos a fim de proporcionar uma movimentação da carga sólida satisfatória.

No que diz respeito aos ensaios de ustulação, os primeiros testes foram conduzidos em diferentes temperaturas iniciais, conforme apresentado na Tabela 26, para um intervalo de tempo fixo de 60 minutos.

Tabela 26 – Temperaturas iniciais empregadas nos ensaios conduzidos em câmara reacional aquecida em forno de mufla

Temperatura 1 (°C)	Temperatura 2 (°C)	Temperatura 3 (°C)	Temperatura 4 (°C)
400	450	500	550

Os resultados obtidos nesses ensaios, por sua vez, podem ser observados na Figura 70, apresentada a seguir.

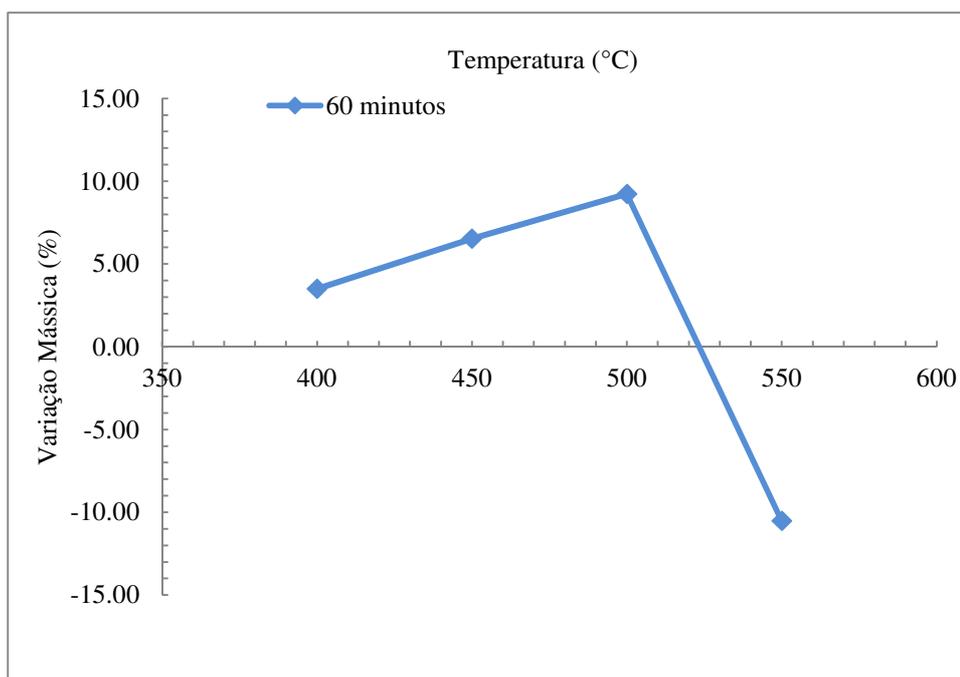


Figura 70 – Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida para testes de 60 minutos

É possível notar que os ensaios iniciados em temperaturas de até 500°C possuem variações mássicas positivas, isto é, mais favoráveis à seletividade de formação do CuSO_4 e Fe_2O_3 . No entanto, verifica-se que a partir de 550°C a tendência do sistema é de perder massa, favorecendo a formação de ambos os óxidos. Tal comportamento pode ser justificado por um possível aumento de temperatura, no interior da câmara reacional, acima de 750°C proporcionando a decomposição térmica do CuSO_4 e, por conseguinte, uma perda de massa da amostra. Observou-se, também, que dentre as temperaturas iniciais estudadas a que proporcionou uma variação mássica mais positiva foi a de 500°C.

Nesse sentido, identificada essa temperatura inicial, foram conduzidos outros testes de ustulação variando os intervalos de tempo empregados. Os resultados relacionados com esses ensaios podem ser observados na Figura 71.

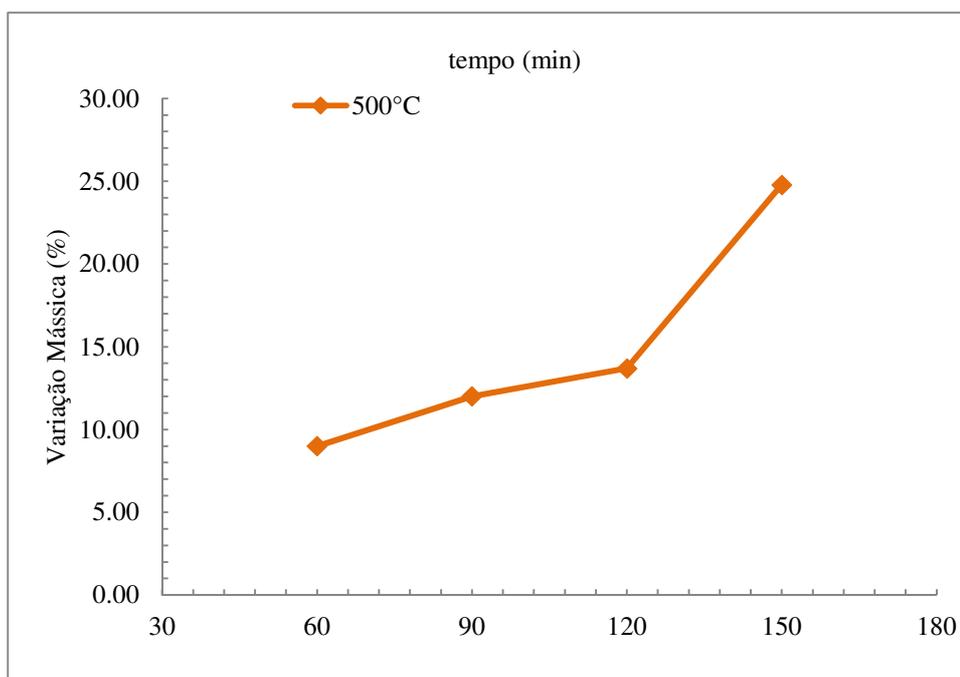


Figura 71– Acompanhamento dos resultados em termos de variação mássica percentual da amostra sólida para testes a 500°C

Observa-se que em todos os testes conduzidos as variações mássicas obtidas são positivas e crescentes com o aumento do intervalo de tempo disponível para a reação. Verifica-se para um tempo de 150 minutos um ganho de massa de aproximadamente 25%, bastante próximo do valor associado à seletividade desejada. Naturalmente, nessas condições é mais provável que se obtenha uma conversão mais satisfatória de CuS em CuSO_4 e de FeS em Fe_2O_3 do que nos demais intervalos de tempo. A fim de verificar essa constatação, realizaram-se novos ensaios de solubilização de amostras específicas, conforme apresentado na próxima seção do estudo.

4.2.2.3. Ensaios de solubilização de amostras específicas

A fim de se avaliar a formação seletiva de CuSO_4 e Fe_2O_3 nos ensaios em maior escala, foram conduzidos, assim como nas etapas anteriores do estudo, ensaios de solubilização de amostras específicas. Assim sendo, a Tabela 27 apresenta os resultados obtidos para os testes conduzidos com uma fração do material obtido no ensaio de 150 minutos. Nesse ensaio, diferentemente dos demais, foi utilizado um volume de água deionizada de cerca 500 mL.

Tabela 27 – Resultados dos ensaios de solubilização de amostras específicas

Resultados dos ensaios de solubilização em água deionizada	Condições experimentais dos ensaios de ustulação em maior escala
	500°C 150 min
Massa inicial (g)	7.61
Massa não solubilizada (g)	1.74
Massa solubilizada(g)	5.87
Fração não solubilizada	0.23
Fração solubilizada	0.77
Percentual não solubilizado (%)	22.86
Percentual solubilizado (%)	77.14

É possível notar que o percentual solubilizado foi de cerca de 77%, indicando uma marcante presença de material solúvel no produto da ustulação. Tal fato pode ser visto como um importante indicador da formação do sulfato de cobre. Essa constatação é corroborada pela formação de um licor azulado, típico de soluções ricas em CuSO_4 . A Figura 72 ilustra a formação desse licor.



Figura 72 – Licor oriundo da solubilização de uma amostra proveniente de um ensaio de ustulação em maior escala iniciado a 500°C

É válido ressaltar que, assim como nos resultados dos testes em menor escala, além do licor azulado também foi produzido um resíduo sólido, retido na membrana de celulose, de tonalidade vermelho acastanhada. A fim de atestar a formação do Fe_2O_3 nesse material assim como a conversão de CuS em CuSO_4 , submeteu-se esse resíduo aos procedimentos de caracterização de materiais mencionados anteriormente.

4.2.2.4. Caracterização dos produtos reacionais

A amostra de resíduo de filtração caracterizada nesta etapa do estudo foi obtida em um ensaio de solubilização de uma fração da amostra inicialmente ustulada a 500°C por 150 minutos.

4.2.2.4.1. Difração de Raios-X (DR-X)

A Figura 73 apresenta o espectro de difração de raios-X de uma amostra desse resíduo retido na membrana de celulose.

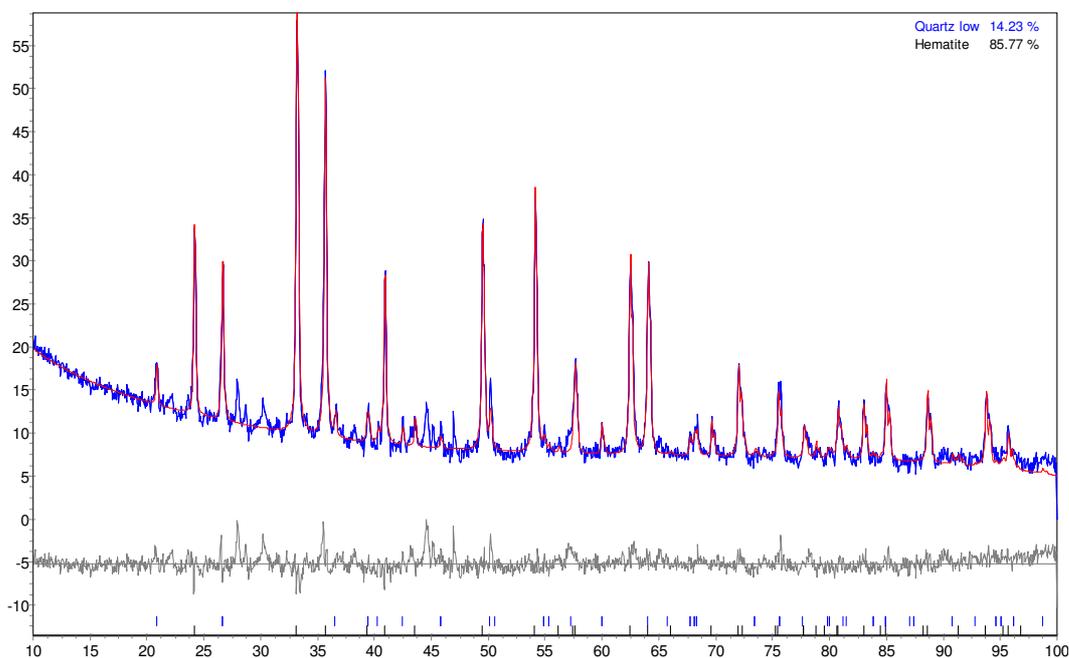


Figura 73 – Espectro de difração de raios-X da amostra de resíduo retido na membrana de celulose durante a filtração da solução

Analisando o espectro de difração, é possível constatar que a amostra de resíduo é constituída essencialmente por Fe_2O_3 , conforme desejado, e SiO_2 oriundo do concentrado e, aparentemente, insensível ao processo de ustulação. Observa-se que a análise semi-quantitativa do difratograma não apresentou espécies portadoras de cobre, indicando uma provável conversão dessas em compostos solúveis, possivelmente CuSO_4 , atendendo assim a seletividade da reação. Todavia, pequenas presenças de cobre podem estar presentes e, assim sendo, torna-se interessante realizar uma análise por EDS para obter um maior grau de confiança e precisão quanto à presença desse elemento no resíduo.

4.2.2.4.2. Microscopia eletrônica de varredura/Espectroscopia de Raios-X por dispersão em energia (MEV/EDS)

A Figura 74 apresenta a morfologia da amostra de resíduo sólido retido na membrana de nitrato de celulose, quando observada via elétrons secundários, assim como as regiões onde foi conduzida a análise via EDS.

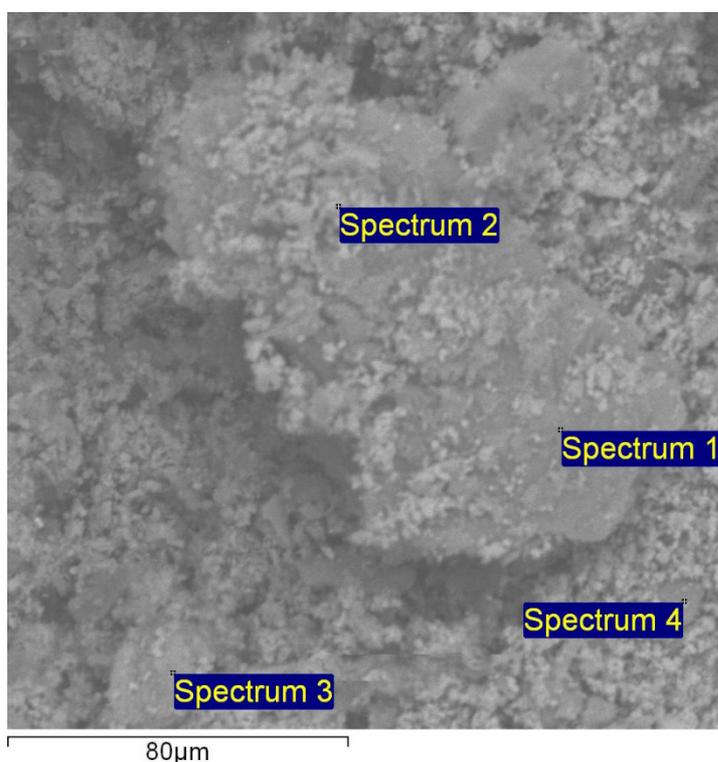


Figura 74 – Amostra do resíduo retido e regiões de análise via EDS

Observa-se que a amostra apresenta um aspecto morfológico homogêneo bastante diferente daquele associado à amostra original de concentrado. Tal fato pode ser visto como uma ilustração física dos efeitos da ustulação associada com os ensaios de solubilização.

No que diz respeito às análises por EDS, a Figura 75 e a Tabela 28 apresentam os resultados associados com Spectrum 1 ao passo que a Figura 76 e a Tabela 27 os valores obtidos pela análise do Spectrum 2.

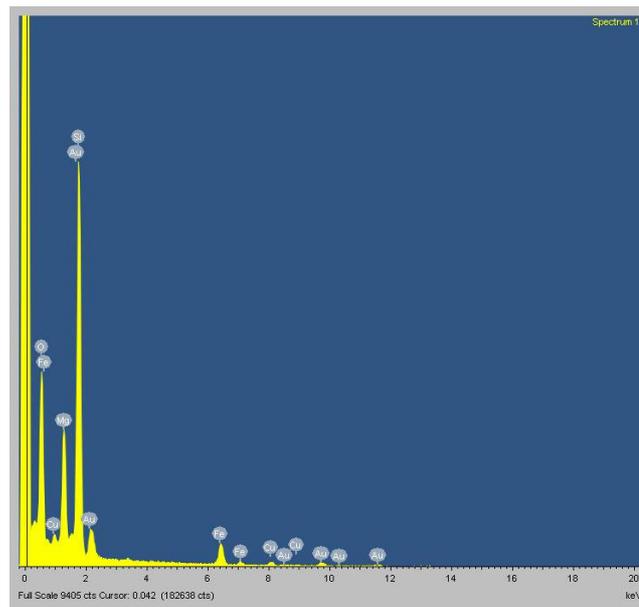


Figura 75 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Tabela 28 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 1

Elemento	Peso (%)
O	46,33
Mg	11,21
Si	34,06
Fe	6,51
Cu	1,89
Total	100

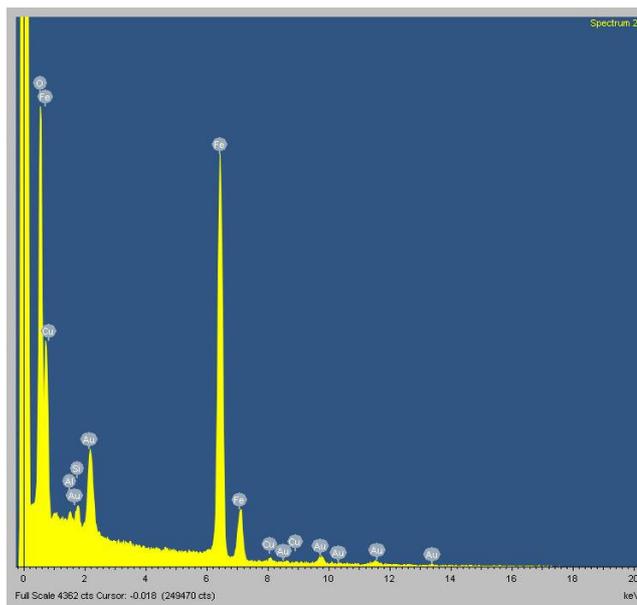


Figura 76 – Espectro da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Tabela 29 – Resultado da análise por EDS oriundo do Spectrum 2

Elemento	Peso (%)
O	36,95
Al	0,54
Si	1,37
Fe	60,13
Cu	1,01
Total	100

Observa-se que os resultados da análise por EDS estão consistentes com a Difração de Raios-X, uma vez que as presenças mais significativas estão relacionadas com a ocorrência dos elementos O, Si e Fe. Em particular, o Spectrum 1 indica uma presença marcante de óxido de silício ao passo que o Spectrum 2 uma ocorrência importante de algum óxido de ferro. Verifica-se ainda uma presença insignificante do cobre em ambos os espectros e uma, aparente, ausência de enxofre na amostra. Essa característica da amostra sugere uma

conversão praticamente absoluta dos sulfetos de cobre em CuSO_4 uma vez que esses, provavelmente, foram transferidos na sua totalidade para a solução.

Tais resultados são importantes indicadores no sentido de se comprovar a viabilidade de utilização de um concentrado de baixo teor de cobre em processos que visem a obtenção seletiva de compostos específicos como CuSO_4 e Fe_2O_3 .