GUILHERME PINHO NERY

Caracterização tecnológica de minérios auríferos por análise automatizada de
imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura

São Paulo
2016

GUILHERME PINHO NERY

Caracterização tecnológica de minérios auríferos por análise automatizada de
imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para obtenção do título Mestre em
Ciências

São Paulo
2016

GUILHERME PINHO NERY

Caracterização tecnológica de minérios auríferos por análise automatizada de
imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para obtenção do título Mestre em
Ciências

Área de concentração:
Engenharia Mineral

Orientador (a):
Profa. Dra. Carina Ulsen

São Paulo
2016

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 11 de fevereiro de 2016.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

Catálogo-na-publicação

Nery, Guilherme Pinho

Caracterização tecnológica de minérios auríferos por análise automatizada de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura / G.P. Nery – versão corr. – São Paulo, 2016.

115 p.

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

1. Caracterização tecnológica 2. Ouro 3. Análise de imagens 4. Microscopia eletrônica de varredura 5. Cianetação I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo II. t

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço aos meus orientadores Profa. Dra. Carina Ulsen e ao Prof. Dr. Henrique Kahn pela oportunidade de realizar este trabalho e de estar envolvido com a pesquisa acadêmica.

Agradeço à Dra. Manuela Tassinari pela orientação, nestes três anos de LCT, e por toda a sua dedicação em ensinar.

Deixo aqui meus agradecimentos àqueles que me ajudaram em todo o procedimento experimental, um trabalho que envolveu técnicos e pesquisadores do LCT.

Faço menção principalmente a Ingled e Erílio, companheiros nesta jornada que foi o mestrado.

Agradeço à minha família por ter me dado condições para que eu continuasse a estudar.

Aos colegas mais que especiais, Juliana Antoniassi e Daniel Uliana. Amigos para toda hora.

À Liz Zanchetta pela ajuda incondicional, pela atenção e carinho.

Aos amigos Freud, Gustav, Renato, André, Sheila, Fabrizzio, Saulo e Paulo.

A cada um do LCT, técnico, estagiário ou pesquisador, presente ou ex-LCT. Vocês fazem ou fizeram desse lugar um lugar especial.

Muito obrigado a todos!

“A tarefa não é tanto ver aquilo que
ninguém viu, mas pensar o que ninguém
ainda pensou sobre aquilo que todo
mundo vê”.

(Arthur Schopenhauer)

RESUMO

O ouro, assim como outros bens minerais, é uma commodity, ou seja, um produto não diferenciado, com preço determinado pelo mercado internacional, sem a interferência de seus produtores. Diante desse cenário, associado à exaustão dos depósitos minerais de maiores teores, as mineradoras vêm buscando melhores formas de aproveitamento de matérias-primas minerais mais complexas quanto à extração e ao beneficiamento. Os retornos financeiros são obtidos no estrito controle da produção com redução de custos e mitigação de perdas nas operações unitárias.

A caracterização tecnológica está inserida como uma abordagem multidisciplinar e fundamental para o melhor aproveitamento dos bens minerais. Possibilita um maior conhecimento do minério e das associações minerais presentes, que auxiliará no desenvolvimento das alternativas de exploração e na otimização do processo em funcionamento.

Dentre os procedimentos de caracterização das associações minerais mais acurados citam-se os sistemas automatizados de análise de imagens adquiridas por microscopia eletrônica de varredura. Permitem a avaliação qualitativa ou quantitativa de grande número de partículas quanto à composição química e mineral, partição de elementos nos minerais presentes, formas de associações e liberação entre os minerais.

Este estudo se concentra na caracterização de quatro amostras mineralizadas a ouro, de diferentes regiões do Brasil, pela análise automatizada de imagens e por métodos laboratoriais de separações minerais e extração hidrometalúrgica do ouro. A combinação de procedimentos laboratoriais com a análise de imagens permitiu confrontar os resultados das recuperações potenciais, fornecendo subsídios para abordagens de processo, para obtenção da máxima recuperação do ouro e para diagnosticar as características interferentes nesses processos.

Palavras-chave: Caracterização tecnológica. Ouro. Análise de imagens. Microscopia eletrônica de varredura. Cianetação.

ABSTRACT

Gold and other mineral goods are considered commodities, i.e., a non-differentiated product, at a price determined by the international market, without control of its producers. Given this, coupled with the exhaustion of mineral deposits of higher content, mining companies have been trying to find best procedure alternatives of more complex raw mineral matter. The financial returns are achieved by means of strict production controls, cost reduction and mitigation of losses in unit operations.

In this context, process mineralogy is a multidisciplinary and fundamental approach to the better use of mineral goods. Enables a greater knowledge of the ore and its associations, to assist in the development of process alternatives to optimize mineral beneficiation plants.

SEM-based automated images analysis is one of the most precise procedures to characterize mineral associations. These systems allow the qualitative or quantitative evaluation of a large number of particles, both as to its chemical and mineralogical content, partition of elements of interest among different minerals, phase's associations and liberation.

This study focus on the characterization of four gold-mineralized samples from different regions of Brazil, through SEM-based automated image analysis and mineral separations at laboratory scale. The combination of experimental procedures with images analysis allowed the comparison of the results of possible recoveries, providing subsidies for process approaches, to obtain the maximum recovery of gold, and to diagnose the interfering features in these processes.

Keywords: Process mineralogy. Gold ore. Automated image analysis. Scanning electron microscope. Cyanidation.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	9
1.1	OBJETIVO	10
1.2	RELEVÂNCIA E JUSTIFICATIVA	11
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	12
2.1	OURO	12
2.1.1	Características e aplicações	12
2.1.2	Contexto econômico	14
2.1.3	Panorama atual da exploração e exploração	15
2.2	ASPECTOS GEOLÓGICOS DE MINERALIZAÇÕES AURÍFERAS	16
2.2.1	Depósitos auríferos	16
2.2.2	Propriedades mineralógicas relevantes no beneficiamento do ouro	18
2.2.3	Formas de ocorrência e de associações do ouro	20
2.2.4	Constituintes interferentes na cianetação	22
2.3	EXPLOTAÇÃO DE MINÉRIOS AURÍFEROS.....	24
2.3.1	Lavra	24
2.3.2	Beneficiamento	25
2.3.3	Hidrometalurgia.....	26
2.4	CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MATÉRIAS PRIMAS MINERAIS	28
2.4.1	Conceitos e aplicações	28
2.4.2	Considerações sobre a amostragem na caracterização	29
2.4.3	Procedimentos	31
2.4.4	Caracterização tecnológica de mineralizações auríferas	36
2.5	MINERALOGIA QUANTITATIVA POR ANÁLISE DE IMAGENS.....	38
2.5.1	Análise de imagens e Estereologia	38
2.5.2	Imagem digital e sistemas de análise automatizada	44
2.5.3	Sistema MLA – <i>Mineral Liberation Analyzer</i>	45
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	48
3.1	AMOSTRAS ESTUDADAS.....	48
3.2	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	49
3.3	MINERALOGIA QUANTITATIVA.....	52
3.3.1	Caracterização dos grãos de ouro.....	52
3.3.2	Quantificação da assembleia mineralógica	53
4	RESULTADOS	56

4.1	ANÁLISE GRANULOMÉTRICA E SEPARAÇÕES MINERAIS	56
4.2	EXTRAÇÃO HIDROMETALÚRGICA POR CIANETAÇÃO	61
4.2.1	Produtos das separações minerais	61
4.2.2	Amostras cominuída	67
4.3	AMOSTRAGENS REALIZADAS.....	70
4.4	MINERALOGIA QUANTITATIVA.....	71
4.4.1	Caracterização do ouro.....	71
4.4.2	Mineralogia quantitativa	81
4.5	SUMÁRIO DOS RESULTADOS	85
5	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	88
5.1	REPRESENTATIVIDADE DAS AMOSTRAS	88
5.2	MINERALOGIA E EXTRAÇÃO DO OURO	88
5.3	CONSIDERAÇÕES PERTINENTES AO PROCESSAMENTO DO OURO	91
6	CONCLUSÕES.....	93
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	95
	APÊNDICE A – Difratogramas das amostras estudadas	102
	APÊNDICE B – Resultados da extração hidrometalúrgica do ouro	104
	APÊNDICE C – Imagens de grãos de ouro identificados (MLA e BSE)	108

1 INTRODUÇÃO

A necessidade de exploração de minérios auríferos com teores cada vez menores e com associações mineralógicas de mais difícil beneficiamento, tem demandado maior aprofundamento do conhecimento do minério e do seu comportamento frente aos processos de beneficiamento.

O ouro é um bem mineral conhecido e apreciado desde a Antiguidade. Sua raridade, brilho e facilidade de ser trabalhado fizeram dele um material muito desejado e suas características permitiram que fosse utilizado na produção de joias, ornamentos e confecção de moedas. Com o desenvolvimento tecnológico no último século, suas aplicações se multiplicaram e seu uso se faz presente na indústria para diversos fins.

O apogeu da exploração de ouro no Brasil deu-se em época colonial durante o ciclo do ouro entre 1700 e 1850. Nesse período, o Brasil foi o maior produtor mundial com média de 16 toneladas anuais provenientes principalmente de aluviões explorados e explotados por bandeirantes na região do atual quadrilátero ferrífero, em Minas Gerais (PORTO; PALERMO; PIRES, 2001).

Com a exaustão dessas reservas, somente cem anos depois houve nova produção significativa. Entre 1970 e 1990, o Brasil tornou-se o quarto maior produtor mundial com produção oriunda principalmente de garimpo, chegando a 115 toneladas explotadas em 1988, promovendo ocupação direta e indireta de mais de um milhão de trabalhadores (PORTO; PALERMO; PIRES, 2001). Nesse intervalo, destaca-se na década de 80, a “corrida do ouro moderna” com ênfase ao maior garimpo a céu aberto do mundo na região de Serra Pelada (estado do Pará), de onde foram extraídas oficialmente 30 toneladas de ouro, dado possivelmente subestimado devido à extração e à comercialização ilegal.

Com a crise econômica mundial iniciada em 2008, houve um aumento notável do preço do ouro no mercado internacional, e surgindo a iniciativa de muitos projetos para estudos de depósitos mineralizados a ouro. Com a exaustão das jazidas conhecidas, a procura de ouro cada vez mais se estende por reservas de baixos teores e/ou reservas cujas associações minerais são complexas e de difícil beneficiamento. Assim, torna-se fundamental o aprofundamento no conhecimento do

corpo mineral e de seu comportamento frente aos processos de concentração e recuperação.

A caracterização tecnológica se insere neste contexto como o estudo das características de determinado corpo mineral, com a identificação de suas associações mineralógicas, formas de ocorrência e liberação do mineral de interesse. Os procedimentos de caracterização são determinados de acordo com a mineralogia e as propriedades inerentes ao material mineralizado, bem como com os objetivos e abrangência da caracterização.

A caracterização tecnológica engloba procedimentos em escala laboratorial e também recursos modernos de análises instrumentais, tais como utilização de microscopia eletrônica de varredura conjugada a sistemas de análise de imagens automatizados. São ferramentas poderosas que permitem a obtenção de informações quantitativas dos constituintes de determinado material de forma estatisticamente robusta devido à grande quantidade de medições em relativo curto período de tempo (FANDRICH et al., 2007; PETRUK, 2000a; SUTHERLAND; GOTTLIEB, 1991)

Este estudo foca na determinação das formas de ocorrência de ouro e em suas associações minerais por análise de imagens automatizada geradas por microscopia eletrônica de varredura, associada à microanálise química por EDS (espectroscopia por dispersão de energia) e correlaciona seus resultados aos dos processos laboratoriais de concentração densitária e lixiviação por cianeto de sódio.

1.1 OBJETIVO

Este trabalho teve como objetivo estabelecer procedimento de caracterização tecnológica de mineralizações auríferas por microscopia eletrônica de feixe de elétrons aliado a sistema automatizado de análise de imagens e por procedimento laboratorial de extração hidrometalúrgica de forma a conhecer as associações mineralógicas e as características dos grãos de ouro de forma a estimar/ compreender o comportamento do ouro no processo hidrometalúrgico.

A combinação de processos laboratoriais de separação densitária e lixiviação por cianeto de sódio com os resultados das análises de imagens digitais permitem diagnosticar as características mais interferentes no processo e as limitações dessa abordagem.

1.2 RELEVÂNCIA E JUSTIFICATIVA

A relevância deste estudo deve-se a poucos trabalhos publicados, sobremaneira na Língua Portuguesa, que exponham dados resultantes da comparação da análise automatizada de imagens utilizando-se o software *Mineral Liberation Analyser* (MLA), com os procedimentos tradicionais de caracterização tecnológica. Destaca-se, ainda, a abordagem para minérios auríferos com diferentes teores e associações mineralógicas.

Ao longo da vida útil do empreendimento minerador, as características do material lavrado mudam conforme a gênese da jazida e podem comprometer sobremaneira a recuperação metalúrgica das usinas. A fim de minimizar tal efeito, torna-se fundamental o aprofundamento no conhecimento das características do minério a ser beneficiado e de seu comportamento frente aos processos de concentração e recuperação. Procedimentos acurados e detalhados de caracterização tecnológica são fundamentais para o conhecimento do minério e para a previsão das quedas de recuperação metalúrgica, permitindo propor alternativas potenciais de processamento. A caracterização é uma parte integrante do processamento de minerais e deve ocorrer ao longo de toda a vida útil do empreendimento, da pesquisa mineral à operação de exploração.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 OURO

2.1.1 Características e aplicações

O ouro, quando na forma pura, também denominada nativa, é um elemento químico, um metal e um mineral. Suas aplicações são tão diversas quanto são suas propriedades especiais.

Como elemento químico, tem número atômico 79 e massa atômica 196,97 u. É um dos elementos de maior número atômico de ocorrência natural da Terra. Situa-se como metal de transição na tabela periódica, pertencente ao grupo 1B, junto com o cobre e a prata e apresenta dois estados de oxidação mais comuns: +1 (cátion auroso) e +3 (cátion áurico).

Apesar de ser pouco reativo, quimicamente não é totalmente inerte. O ouro é resistente a ataques ácidos individualizados mas reage com a água régia (mistura de ácido nítrico e clorídrico na proporção de um para três, respectivamente) e é prontamente dissolvido por mercúrio à temperatura ambiente, formando amálgama.

Como mineral, o ouro ocorre predominantemente no estado nativo ou em ligas com prata, cobre e platinóides. Pode-se encontrá-lo como pepitas ou pequenas inclusões em alguns minerais como quartzo, sulfetos, óxidos e silicatos; mais frequentemente em rochas metamórficas e depósitos aluvionares. Também é comum sua ocorrência como constituinte menor em diversos minérios, sendo extraído como subproduto na exploração de níquel, cobre, zinco, chumbo e prata (HOUGH; BUTT; FISCHER-BÜHNER, 2009).

Em sua forma metálica, é um dos metais de maior densidade (19,3 g/cm³), apresenta aspecto amarelo brilhante com alta condutividade elétrica e térmica. Tem alta ductilidade, baixa dureza e relativo baixo ponto de fusão (1.063°C) quando comparado a outros metais.

De acordo com a World Gold Council, metade da produção do ouro é destinada ao setor de joalheria. Apenas 10% do consumo mundial do ouro produzido, seja de fontes primárias ou secundárias, é destinado à indústria, sendo o uso industrial mais importante a manufatura de dispositivos eletrônicos (“Supply and demand of gold”, 2015). O restante é absorvido pelos bancos centrais na forma de reservas.

Por ser maleável, o ouro é de difícil aplicação quando puro. Contorna-se isso com o emprego do ouro em ligas metálicas, comumente com cobre, prata, níquel, paládio e mercúrio, de forma a alterar a dureza, ductilidade, ponto de fusão, cor e outras propriedades. A coloração obtida nessas ligas é importante na joalheria (Figura 1).

Figura 1 – Variações de cor no sistema ternário Au-Ag-Cu

Fonte: (HOUGH; BUTT; FISCHER-BÜHNER, 2009)

O simbolismo do ouro ainda é bastante presente em nossa sociedade. Diversas premiações utilizam-no como recompensa máxima, como em competições esportivas, premiações como Prêmio Nobel, Oscar, etc. Nos rituais de casamento, alianças de ouro simbolizam longa duração por esse metal não ser afetado pelo tempo devido à sua estabilidade.

Por fim, na medicina aventa-se produzir diversos medicamentos utilizando compostos de ouro. Uma aplicação de ligas de ouro, bastante difundida, é na restauração dentária. A maleabilidade do metal, junto de sua resistência, assegura emprego em amálgamas dentários.

2.1.2 Contexto econômico

O uso monetário do ouro remonta à Antiguidade quando, juntamente com outros metais, tais como prata e cobre, servia para a cunhagem de moedas, coexistindo também com outros meios de trocas comerciais e reservas de valor.

Em 1816, a Inglaterra estabeleceu que sua moeda fosse plenamente conversível em ouro e, devido a sua posição central no mercado e nas finanças internacionais, fez com que as demais economias mundiais também adotassem esse modelo, que passou a ser conhecido como padrão ouro e que perdurou nesses moldes até o fim da Primeira Guerra Mundial (VILLARREAL, 1984).

Após a Segunda Guerra Mundial e com os Estados Unidos fortalecidos, houve uma mudança no sistema monetário que vigorava, passando o dólar americano a lastrear as demais moedas, ainda com paridade ouro e dólar. Ao final dos anos 70, a convertibilidade ouro-dólar foi encerrada, tornando o ouro uma mercadoria e não mais um meio de pagamento (SILVA; LUIZ, 2010).

Atualmente, o mercado do ouro, assim como o de ações, integra o grupo dos chamados mercados de risco, já que suas cotações variam ao sabor da lei básica da oferta e da procura, bem como de fatores exógenos ao mercado (FORTUNA, 2010).

As cotações de ouro são feitas em relação à onça *troy* (oz), que equivale a 31,104 g, coexistindo no Brasil com cotações feitas em reais por grama de ouro. O mercado especulativo tem suas peculiaridades, pois muito das negociações não envolvem o ouro, em si, e sim acordos nas expectativas de valorização futura.

Como o ouro tem sua cotação atrelada ao dólar, ele é buscado tanto como proteção cambial quanto como patrimônio, por ser uma reserva inviolável de valor. Uma ameaça de inflação ou de crise em nível mundial afeta o preço dos metais preciosos (ouro, prata e platina), que são vistos como um dos mais seguros mecanismo de *hedge* (proteção de operações financeiras contra o risco de grandes variações no preço de determinado ativo) contra uma crise ou inflação de consequências imprevisíveis (FORTUNA, 2010).

A demanda industrial e a demanda por produtos além dos custos de produção, sejam eles primários ou secundários, exercem alguma influência sobre o preço, embora não o estabeleçam (FORTUNA, 2010).

2.1.3 Panorama atual da exploração e exploração

A década passada apresentou uma grande valorização na cotação do ouro (Gráfico 1) atraindo grande interesse no investimento em pesquisa mineral, resultando na implementação de novos projetos. Entre 2005 e 2012 nove empreendimentos de ouro e dois de cobre/ouro foram inicializados no Brasil, o que resultou num incremento de produção de 41,2 para 66 toneladas anuais (HEIDER; ANDRADE, 2014).

Gráfico 1 – Evolução do preço do ouro nos últimos dez anos (oz Au/USD)

Fonte: World Gold Council (2015)

Nos últimos dois anos, com a reorganização das economias mundiais e a recuperação da crise iniciada em 2008, a cotação do ouro vem sistematicamente decaindo. Projetos iniciados com cotações elevadas, prevendo maiores altas, foram revistos, postergando a implementação de novas unidades ou expansão de capacidades instaladas.

Como o preço do ouro é definido por parte da demanda, da cotação internacional ou mesmo dos grandes detentores dos metais (banco centrais nacionais), o grau de interferência dos produtores sobre os preços é mínimo, tendo de atuar fortemente sobre os custos envolvidos na produção do metal.

A China é a maior produtora mundial de ouro, com produção aproximada de 370 t em 2012 (14% da produção total), seguida pela Austrália (250 t, com 10% da produção total). As reservas brasileiras de ouro são da ordem de 2,6 mil t (5% das reservas mundiais). As maiores reservas estão na África do Sul (6 mil t, 11,7% do total). Fontes secundárias de obtenção de ouro por reciclagem são responsáveis por cerca de um terço da oferta total de ouro ("Supply and demand of gold", 2015).

Quanto ao mercado consumidor, Índia e China lideram, tanto no uso como joias e ornamentos, como na procura como reserva de valor. Impulsionados pelo

desenvolvimento recente da população, ambos os países foram responsáveis por 45% da demanda mundial de ouro (“Supply and demand of gold”, 2015).

De acordo com o Sumário Mineral de 2014 do DNPM, a produção primária do ouro em 2013 foi de 68 t, posicionando o Brasil como o 11º maior produtor mundial. A estimativa da produção garimpeira neste mesmo ano foram 11,6 t (HEIDER; ANDRADE, 2014).

2.2 ASPECTOS GEOLÓGICOS DE MINERALIZAÇÕES AURÍFERAS

2.2.1 Depósitos auríferos

Os depósitos auríferos, dentre todas as substâncias minerais cartografadas, são os que apresentam maior distribuição geográfica na plataforma brasileira, formando concentrações econômicas em todas as fases e épocas metalogenéticas (SUSZCZYNSKI, 1975).

Depósitos minerais são formações geológicas em que a existência de substâncias minerais úteis e de valor econômico ocorrem de forma anômala, mas que não necessariamente apresentam viabilidade de extração. Difere das jazidas apenas por estas terem sua viabilidade econômica, fato conjuntural entre preço, custo e tecnologia disponível e retorno de investimento realizado, comprovado em determinada época.

Os depósitos minerais mais significativos, com exceção dos depósitos pláceres, foram formados por processos hidrotermais. A combinação dos vários tipos de sistemas com diferentes rochas hospedeiras criaram variações na morfologia dos depósitos e nos teores de ouro.

Depósitos auríferos são formados em condições geológicas bastante complexas. Os mecanismos envolvem a geração de soluções, fontes do metal precioso, mecanismo de transporte para mobilizar o ouro, feições estruturais capazes de recebê-lo e condições de deposição (ALMEIDA et al., 1981).

Os depósitos pláceres têm sua formação quando mineralizações contendo ouro, de depósitos pré-existentes, são expostas ao intemperismo químico e físico, sofrendo erosão subsequente, resultando em transporte e deposição para formar depósitos sedimentares. Como o ouro nativo é pouco reativo, os demais minerais associados são solubilizados mais facilmente aumentando o teor do depósito formado

(“Gold placers - technical resource document. Extraction and beneficiation of ore and minerals”, 1994).

Das épocas geológicas da Terra, o Arqueano se constitui como o período mais favorável às mineralizações auríferas, que se concentraram devido à combinação de eventos geológicos que originaram os *greenstones belts*, podendo estes serem encontrados em praticamente todas as áreas do planeta (XAVIER, 1985).

Figura 2 – Mapa contendo localização aproximada dos principais depósitos auríferos no Brasil e localização das principais minas exauridas e em atividade

Fonte: Xavier (1985)

As mineralizações auríferas do Proterozóico são de pequeno porte e de menor representatividade econômica, reaparecendo de forma conspícua apenas a partir do Mesozóico, com os depósitos mais jovens mostrando teores mais altos de prata (XAVIER, 1985). No Cenozóico há formação de conglomerados e concentração do ouro detrítico, que justificarão a grande importância econômica dos aluviões ou dos pláceres.

O Brasil tem nos *greenstones belts* as mais importantes fontes de ouro, quer seja diretamente na sua forma primária (exemplos Morro Velho, Raposos, Crixás e Andorinhas), quer indiretamente associadas aos pláceres atuais (garimpos oriundos da Amazônia Oriental). Já o Proterozóico brasileiro, em termos de mineralizações auríferas importantes, caracteriza-se principalmente pelos conglomerados do grupo Jacobina, Formação Moeda e Chapada Diamantina, pela Mina de Passagem, Serra Pelada na Formação Rio Fresco e a Faixa Weber no *greenstone belt* do Riu Itapicuru (XAVIER, 1985).

2.2.2 Propriedades mineralógicas relevantes no beneficiamento do ouro

2.2.2.1 Densidade

O ouro apresenta uma densidade muito elevada quando comparada à de outros minerais (ouro nativo, 15 a 19,3 g/cm³; minerais de ganga, silicatos 2,6 a 3,3 g/cm³ e sulfetos, 4,5 a 5,5 g/cm³). Esse fato, aliado à maleabilidade e à baixa reatividade, contribuiu para sua utilização ao longo dos séculos.

Apesar desse contraste de densidade entre mineral de minério e mineral de ganga, o tamanho e a forma dos grãos de ouro (finos e lamelares) acabam por ser mais determinantes na eficiência de processos de concentração densitária.

2.2.2.2 Formação de amálgama

A amálgamação se dá pela aderência preferencial do ouro nativo ao mercúrio metálico. O sistema Au-Hg formado é uma mistura complexa em equilíbrio de compostos intermetálicos, comumente AuHg₂, Au₂Hg e AuHg, solução líquida Au-Hg e grãos de ouro nativo recobertas e aglutinadas pelas formas citadas (OKAMOTO; MASSALSKI, 1989).

Devido à alta tensão superficial do mercúrio, ele não penetra nas fissuras das partículas portadoras de ouro de forma que a extração só atinge níveis satisfatórios em partículas cujos grãos de ouro ocorram em granulometria grossa e média (acima de 40 µm), que constituam mais de dez por cento da superfície exposta e apresentem superfície limpa (TASSINARI, 1996).

A amálgamação é um processo altamente sensível aos fatores que afetam a interface ouro-mercúrio, tais como superfícies recobertas por óxidos de ferro, presença de minerais deletérios e de sais de metais básicos, de sulfetos e presença

de matéria orgânica (BURT, 1984). É um processo que em larga escala é custoso e pouco eficiente. Devido a questões ambientais, a utilização do mercúrio para o beneficiamento do ouro tem sido gradativamente banida.

2.2.2.3 Hidrofobicidade

O caráter hidrofóbico do ouro ainda é alvo de discussões: assume-se que a superfície limpa do ouro seja hidrofílica, mas quando exposto ao ar, há mudança de seu caráter para hidrofóbico (MONTE; LINS, 2006).

Segundo Gaudin (1957), o mecanismo para a recuperação do ouro por flotação é semelhante ao da flotação da pirita.

O mecanismo de flotação de sulfetos pode ser explicado simplifiadamente a partir da formação de pontos de ancoragem constituídos por cátions pertencentes ao retículo cristalino do mineral e o ânion proveniente do composto empregado como coletor (MONTE; LINS, 2002; PERES et al., 2002).

2.2.2.4 Dissolução por cianeto

A extração hidrometalúrgica do ouro se dá pela capacidade do íon cianeto, em solução alcalina e na presença de oxigênio, formar complexo com o ouro bastante estável. A reação global (Eq. 1), em solução e nas condições usuais de processo, é dada por (GRANATO, 1986; HABASHI, 1967).

O mecanismo é essencialmente um processo eletroquímico, indicado nas reações parciais (Eq. 2 e Eq. 3), nas quais a dissolução do ouro (reação de oxidação formando o dicianoaurato) fornece elétrons ao meio. A presença do gás oxigênio dissolvido em solução é a contraparte da reação, reduzindo-se a peróxido de hidrogênio que é um produto intermediário, podendo se acumular na solução, sofrer uma decomposição catalítica ou ainda, em menor proporção, ser reduzido a íons hidroxila.

Nicol, Fleming e Paull (1987) fazem comparações da estabilidade do complexo dicianoaurato em diferentes condições de processo e concluem que mesmo em soluções com concentrações mínimas de cianeto livre, o complexo é bastante estável, fato relevante, pois mantêm baixo o consumo de reagente em processos industriais de tratamento dessa natureza (NICOL; FLEMING; PAUL, 1987).

2.2.3 Formas de ocorrência e de associações do ouro

O ouro, devido ao seu caráter pouco reativo, é encontrado na natureza principalmente em sua forma nativa (metálica) mas existe um expressivo número de minerais e de compostos resultantes da sua ligação com outros elementos químicos. O Quadro 1 apresenta uma lista sucinta dos principais minerais de ouro (HARRIS, 1990; PATERSON, 1990).

Quadro 1 – Lista dos principais minerais de ouro

<i>Elemento nativo, ligas e compostos metálicos</i>			
ouro nativo	Au	amálgama	Au ₂ Hg ₃
electrum	(Au,Ag)	maldonita	Au ₂ Bi
aurostibita	AuSb ₂	rozhdkovita	(Cu,Pd) ₃ Au ₂
auricupreto	Cu ₃ Au	weishanita	(Au,Ag) ₃ Hg ₂
tetraauricupreto	CuAu	zvyagintsevit	(Pd,Pt,Au) ₃ (Pb,Sn)
<i>Teluretos e teluratos</i>			
calaverita	AuTe ₂	kostovita	CuAuTe ₄
Krennerita	(Au,Ag)Te ₂	bogdonovita	Au ₅ (Cu,Fe) ₃ (Te,Pb) ₂
Petzita	Ag ₃ AuTe ₂	bezmeritovita	Au ₄ Cu.nTeO ₂
sylvanita	AgAuTe ₄	Bilibinskita	Au ₃ Cu ₂ Pb.nTeO ₂
montbrayita	(Au,Sb) ₂ Te ₃		
<i>sulfetos e selenetos</i>			
liujinyita	Ag ₃ AuS ₂	penginita	Ag ₄ Au(S,Se) ₄
untersugardita	Ag ₃ AuS ₃	petrovskaita	AuAg(S,Se) ₄
nagyagita	Pb ₅ Au(Te,Sb) ₄ S _{5,8}	fischesserita	Ag ₃ AuS ₂
criddleita	TlAg ₂ Au ₃ Sb ₁₀ S ₁₀		

Fonte: adaptado de Harris (1990)

No contexto de aproveitamento econômico, além do ouro nativo e do electrum, as diversas espécies mineralógicas citadas constituem raridades.

O ouro nativo ocorre, via de regra, fundamentalmente disseminado, especialmente em sulfetos e quartzo, ou mais raramente em grãos visíveis de maiores

dimensões. A ocorrência do ouro com sulfetos é, na atualidade, apesar dos modestos teores, uma fonte muito importante de ouro.

Os teluretos têm ocorrência muito mais restrita do que o ouro nativo e são geralmente acompanhados por este e por outros teluretos (de prata, de cobre, de chumbo e de mercúrio), aparecendo como vestígios num grande número de depósitos. Porém, são raros os que atingem condições econômicas de exploração devido às concentrações de telúrio.

A prata, comumente associada ao ouro, ocorre em mais de 60 minerais, o que além de atestar uma atividade química bem superior à do ouro, acarreta uma metalurgia bem mais complexa. Mais de dois terços da produção mundial de prata resultam como subproduto da metalurgia do cobre, zinco e chumbo (HABASHI, 1967).

As diversas formas de ocorrência do ouro na natureza acabam por direcionar as rotas de processo para sua extração. Uma classificação feita por premissas quanto à resposta do minério aos processos de beneficiamento e extração hidrometalúrgica é apresentada na Figura 3 e descrita em seguida (LA BROOY; LINGE; WALKER, 1994; NARDI, 2000; NICOL; FLEMING; PAUL, 1987; VAUGHAN, 2004):

Figura 3 – Classificação de minérios auríferos quanto ao comportamento na cianetação (adaptado de La BROOY; LINGE; WALKER, 1994)

Minérios tipo “pláceres”

Os minérios auríferos tipo pláceres apresentam grãos de ouro comumente livres por ação do intemperismo, explotados de depósitos aluviais, com concentração do mineral de interesse feita principalmente por métodos densitários.

Minérios tipo “free milling”

Minérios frequentemente oxidados, ou também primários, em que o ouro ocorre em partículas mistas (associados com um ou mais minerais), com elevadas taxas de recuperação por cianetação (cerca de 95%) após cominuição ($P_{80} \sim 0,074 \mu\text{m}$), com baixo consumo de cianeto

Minérios complexos

Minérios em que o ouro ocorre associados a diversos sulfetos, de modo que possam afetar a seleção do processo ou as condições operacionais; apresentam certa refratariedade e alto consumo de cianeto; minério com presença de material carbonoso, que adsorve o ouro dissolvido na cianetação, acarreta queda na recuperação e deportação do ouro ao rejeito e minérios com alto teor de prata apresentam velocidade de dissolução por cianeto menor que a do ouro requerendo maiores tempos de residência do material no processamento.

Minérios refratários

Muitas vezes também denominado minérios com ouro “invisível”, são aqueles que ocorrem como inclusões dentro do mineral hospedeiro ou como solução sólida (comumente em sulfetos).

2.2.4 Constituintes interferentes na cianetação

Efetivamente, pequena parte do cianeto é empregada na dissolução do ouro. Muito dos minerais de ganga, quando expostos à solução, podem apresentar solubilidade maior do que a do ouro, acarretando consumo do cianeto e formando cianocomplexos metálicos igualmente estáveis (CIMINELLI; GOMES, 2002).

A prata, principal elemento químico que ocorre associado ao ouro, apresenta o mesmo mecanismo quanto à cianetação, entretanto, com velocidade de dissolução mais lenta, resultando muitas vezes em perdas na recuperação desse metal.

Com a concentração ótima de cianeto, de 500 g/t, os grãos de ouro dissolvem-se a uma velocidade média de $3,25 \text{ mg/cm}^2\cdot\text{h}$, enquanto que para a prata, esta taxa diminui em 50%. Esses valores indicam que um grão de ouro de $44 \mu\text{m}$ se dissolverá em 13 horas enquanto um de $149 \mu\text{m}$ levará cerca de 44 horas para se dissolver. Por outro lado, a prata, do mesmo tamanho, requer duas vezes mais tempo para se dissolver (PATERSON, 1990).

Assim, grãos de ouro maiores que 0,15 mm, como os encontrados em pláceres e em veios, normalmente são concentrados por métodos de separação densitária, etapa anterior à cianetação.

Os sulfetos, constituintes frequentes em minérios auríferos, causam dificuldades no processo de extração do ouro por cianetação. A dissolução origina o ânion S^{2-} , que oxida-se a SO_4^{2-} , além de ser adsorvido na superfície do ouro causando a inibição da reação de dissolução por passivação.

A arsenopirita ($FeAsS$) e a pirita (FeS_2) apresentam dissolução muito fraca quando expostas a uma solução de cianeto, ou seja, consomem muito pouco do reagente. Entretanto, há casos em que o ouro associado a esses minerais tem baixa recuperação por ser bastante fino e estar disseminado na partícula hospedeira, exigindo uma moagem que nem sempre é viável de se obter (CIMINELLI; GOMES, 2002).

A marcassita (FeS_2 – polimorfo da pirita) é um pouco mais reativa que a pirita, e menos que a pirrotita (FeS), que requer um processo de ustulação (queima de sulfetos para sua oxidação) (CIMINELLI; GOMES, 2002).

O realgar (AsS) e o orpimento (As_2S_3), assim como a arsenopirita, encontram-se entre as espécies mais comuns dos minérios auríferos refratários e por isso a existência desses elementos é sempre tida como problemática nos processos hidrometalúrgicos.

A hematita (FeO_3), a goethita ($FeO(OH)$) e a magnetita (Fe_3O_4) são praticamente insolúveis quando expostas a uma solução de cianeto não apresentando problemas na recuperação do ouro.

Minerais de cobre são constituintes relativamente frequentes dos minérios auríferos. Vários desses minerais, como a malaquita ($Cu_2CO_3(OH)_2$), a cuprita (CuO_2), a colcosita (Cu_2S), a bornita (Cu_5FeS_4) e o cobre metálico são prontamente solúveis em soluções contendo cianeto consumindo-o. Exceções são a crisocola ($CuSiO_3$) e a calcopirita ($CuFeS_2$) (CIMINELLI; GOMES, 2002).

Nos casos em que a presença dos minerais de cobre consome o cianeto, uma razão mínima de CN^-/Cu igual a quatro é recomendada. Quando a concentração de cobre solúvel no minério é muito elevada, o processamento do minério exige

tratamento oxidante (LEÃO; COSTA; CIMINELLI, 2000; NICOL; FLEMING; PAUL, 1987).

Apesar dos procedimentos empregados na mitigação dos efeitos do cobre, ele invariavelmente passa por todos os estágios do tratamento do ouro, estando presente até mesmo no “*bullion*” (barras metálicas contendo os metais preciosos ainda com bastante contaminantes metálicos).

O ferro está bastante presente em todos os minérios auríferos (pirita, pirrotita, arsenopirita, calcopirita) e é um cianicida por natureza, pois nas condições normais do processo, reage com o cianeto formando ferrocianeto. De forma menos frequente, o ferro pode reagir com o oxigênio presente na solução formando o ferrocianato que compete com a oxidação anódica do ouro, fato não negligenciável.

Em minérios contendo cobre e ferro, uma forma de acompanhar o consumo de cianeto é a determinação qualitativa de ferrocianeto e sulfocianeto nas soluções amostradas no circuito de cianetação. A presença dos metais em solução indica a presença de complexos solúveis de cobre e ferro. O metal irá consumir o cianeto em uma extensão determinada pela concentração em solução e pela estabilidade do complexo (YANNOPOULOS, 1991).

Os principais minerais de zinco, esfalerita (ZnS), willemita (Zn_2SiO_4), hemimorfita ($\text{Zn}_4\text{Si}_3\text{O}(\text{OH})_2$), franklinita ($\text{Zn,Mn,Fe}_2\text{O}_4$) e smithsonita (ZnCO_3), se dissolvem em soluções de cianeto. Já o zinco metálico apresenta grande dificuldade de dissolução, promovendo necessariamente a precipitação do ouro, da prata e de demais metais menos eletropositivos. Quando presente, deve-se proceder à redução do zinco e não ao aumento da concentração de cianeto, uma vez que, quanto mais cianeto, mais complexa fica a precipitação posterior do ouro.

Outros metais como o chumbo, não representam um problema na extração do ouro, enquanto o níquel e o cobalto são cianicidas consumidores tanto de cianeto quanto de oxigênio.

2.3 EXPLOTAÇÃO DE MINÉRIOS AURÍFEROS

2.3.1 Lavra

Devido às diversas formas de ocorrência, a lavra de minérios auríferos é realizada tanto por métodos a céu aberto como por métodos subterrâneos. A escolha

do método de lavra se dá sempre pela máxima extração de minério, segurança, viabilidade econômica e pelas características do corpo mineral (profundidade, extensão, mergulho, forma e tenacidade).

Os sistemas de lavra utilizados na extração de minérios auríferos a céu aberto normalmente são feitos em bancadas, lavra em tiras, meia encosta ou desmonte hidráulico. Na lavra subterrânea os métodos mais comuns no Brasil são o abatimento por subnível, realce aberto e corte-e-aterro (NERY; SILVA, 2001).

O garimpo ainda existe devido à ampla distribuição geográfica e às características do ouro (elevada densidade, baixa reatividade e resistência ao intemperismo) que permitem sua obtenção com relativa facilidade e difícil controle (DAMASCENO, 2006).

2.3.2 Beneficiamento

Após a lavra do minério, a etapa seguinte é a cominuição, que consiste em dois ou três estágios de britagem e um ou dois estágios de moagem. A depender das características do minério, utiliza-se da moagem autógena ou semiautógena em combinação com outras operações de cominuição.

Comumente, na carga circulante da moagem, emprega-se uma concentração densitária com a finalidade de recuperar o ouro tão logo este seja liberado, evitando assim a recirculação inútil e até deletéria ao processamento.

Esse processo, seja na carga circulante da moagem ou em etapa subsequente, apesar de não apresentar altas recuperações de ouro, tem sua importância assegurada devido às altas tonelagens processadas, à capacidade de reduzir significativamente a massa para as próximas etapas e, em princípio, por ser o mais barato em termos de investimento na instalação e custo operacional (CHAVES; CHAVES FILHO, 2013).

Os métodos de concentração densitária continuam em voga para recuperação de grãos de ouro de até 44 μm , principalmente de depósitos pláceres. Quanto menor e mais lamelar o grão de ouro, mais prejudicada será sua recuperação em processos densitários, pois haverá perdas no fluxo de água (TAGGART, 1944).

O emprego dos concentradores centrífugos tem ganhado cada vez mais uso na concentração de ouro de granulação fina e ultrafina (abaixo de 30 μm). O seu

funcionamento baseia-se no princípio de se aumentar o efeito gravitacional para cerca de cinquenta vezes a força de gravidade, permitindo que a diferença entre a densidade dos vários minerais e do ouro seja usada na separação (KNELSON; JONES, 1994).

A concentração por flotação também é um processo utilizado devido à grande quantidade de ouro associado a sulfetos. Atualmente é empregada para ouro fino, minérios de baixo teor do tipo “*free milling*” e minérios refratários à cianetação. Esse método tem utilização assegurada no tratamento de minérios complexos, no qual atua como principal processo de recuperação, podendo ser utilizado em diversas configurações de processo.

Como as partículas de ouro eventualmente liberadas também respondem à ação dos coletores de sulfetos, de modo geral não se dá um tratamento diferenciado para o ouro e para os sulfetos (MONTE; LINS, 2002). Ainda, resultados mostram que a flotação de sulfetos em conjunto (sem separações prévias) tem melhores resultados do que a flotação seletiva (BADRI; ZAMANKHAN, 2013).

A flotação é efetiva em intervalos granulométricos de 0,30 a 0,01 mm não só para o ouro, mas também para muitos minerais portadores de ouro. A definição da granulometria a ser utilizada na flotação de sulfetos portadores de ouro depende de seu grau de liberação, variando de 0,20 a 0,037 mm. Em tamanhos próximos a 0,3 mm, a eficiência da recuperação chega a cair para 40% devido à dificuldade de as bolhas arrastarem grãos de ouro nessa granulometria (MONTE; LINS, 2006).

O concentrado de flotação pode ser direcionado para a etapa de fusão e refinamento ou, mais comumente, para a etapa de cianetação. Há casos ainda de nova etapa de moagem ou mesmo ustulação.

2.3.3 Hidrometalurgia

São raros os casos de obtenção de concentrado pronto para fusão e refinamento. A hidrometalurgia tem papel amplo na obtenção do ouro, sendo atualmente a forma mais viável de extração, à exceção de processos pirometalúrgicos em que o ouro é obtido como subproduto do processamento de outros bens metálicos.

De modo geral, os procedimentos industriais de cianetação dos minérios auríferos podem ser agrupados em duas categorias: cianetação por percolação e cianetação por agitação.

Os processos de cianetação por percolação são utilizados para pequenos depósitos minerais, para rejeitos com teor minimamente significativo e para minérios de baixo teor mas de fácil extração, que permitem tornar viável, economicamente, a exploração desses materiais (GRANATO, 1986).

A cianetação por percolação inclui processos realizados em algumas configurações tais como lixiviação em pilhas ("*heap leaching*"), em montes ("*dump leaching*"), lixiviação *in situ* e em tanque estático ("*vat leaching*") (EVELIN, 2000). Para o correto funcionamento dessas técnicas, algumas características são necessárias: partículas de granulometria fina (<200# Tyler), baixa quantidade de finos e baixo conteúdo de argilas, de modo a promover a boa permeabilidade das soluções lixiviantes (GRANATO, 1986).

A lixiviação em tanques agitados tem emprego na extração do ouro em minérios com complexidades maiores, teor mais baixo e que requerem moagem mais fina. Apesar de atingirem recuperações superiores a 90%, apresentam maiores custos operacionais. A agitação no tanque proporciona maior difusão de reagentes junto as partículas do minério e fornece energia ao sistema. A polpa com 30 a 60% de sólidos é aerada e a adição de cianeto pode ser feita durante a moagem ou no tanque de lixiviação, podendo ser feita em mais de um estágio em função de seu consumo.

O cianeto utilizado na lixiviação provém de sais como cianeto de sódio (NaCN), de potássio (KCN) e cálcio (Ca(CN)₂), sendo os dois primeiros mais utilizados devido à maior solubilidade em água. Na prática industrial, a concentração de cianeto livre nos tanques situa-se na faixa de 0,5 a 2 g/L (equivalente a 500 e 2.000 ppm, respectivamente)(CIMINELLI; GOMES, 2002).

A prática da adição de cal, ou menos comumente, hidróxido de sódio ou carbonato de sódio, à polpa da lixiviação é universal, garantindo um valor de pH de cerca de 10 a 11 para prevenir a geração de gás cianídrico e para neutralizar qualquer ácido resultante da dissolução de constituintes do minério (BHAPPU, 1996).

A aeração da polpa é um procedimento eficaz como oxidante. Mas há casos, a depender da mineralogia do minério, em que tratamentos prévios à cianetação são exigidos de forma a neutralizar minerais que possam reagir com o cianeto (cianicidas), neutralizar consumidores de oxigênio, elementos que promovam a precipitação do ouro e material que reporta o ouro ao rejeito.

Esses processos oxidantes podem ser realizados de maneiras muito diversas, desde a agitação e a aeração, aplicação de reagentes específicos em condições de altas temperaturas e pressões e processos de calcinação e ustulação, processos esses de alto custo, mas eficazes do ponto de vista do projeto.

Após a etapa de extração do ouro, seja por percolação ou por agitação, a solução contendo o ouro dissolvido é encaminhada para processos de recuperação do metal contido. A forma como é feita varia conforme a concentração do ouro e de outros metais em solução. Os procedimentos mais comuns são a adsorção em carvão ativado e a precipitação com pó de zinco (processo conhecido como Merrill-Crowe) (FREITAS; COSTA, 2002).

2.4 CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MATÉRIAS PRIMAS MINERAIS

2.4.1 Conceitos e aplicações

A caracterização tecnológica de matérias primas minerais é uma atividade ampla e interdisciplinar que engloba diversas áreas do conhecimento, tais como geologia e mineralogia, engenharia de processos, amostragem e economia mineral. Tem por objetivo avaliar as características e propriedades dos bens minerais, por meio de uma sequência de etapas e procedimentos laboratoriais visando a sua obtenção em escala industrial (BRANDÃO et al., 2007a; SANT'AGOSTINO, 1996).

Sua aplicação não se restringe à descoberta de mineralizações aptas ao aproveitamento econômico, mas também, acompanha todas as fases do empreendimento minerador, iniciando na descoberta da mineralização, na quantificação dos minerais, no projeto de lavra e de beneficiamento, no acompanhamento da exploração e da exploração e, seguramente, na resolução dos problemas encontrados ao longo da vida útil do empreendimento minerador bem como em seu encerramento (SANT'AGOSTINO; KAHN, 1997).

Inclui-se no propósito da caracterização voltada para o beneficiamento mineral o estudo da variação das características do material no corpo mineral, com vistas ao reconhecimento e delimitação da distribuição no depósito dos tipos de minérios, com comportamentos tecnológicos distintos (SANT'AGOSTINO, 1996) que devem ser devidamente considerados nas etapas de modelagem de jazidas e no plano de aproveitamento econômico.

A caracterização fornece informações mineralógicas e texturais necessárias para o melhor direcionamento do processo, ou permite identificar, com precisão, ineficiências e perdas, possibilitando a otimização do rendimento global da usina (NEUMAN; SCHNEIDER; NETO, 2004).

2.4.2 Considerações sobre a amostragem na caracterização

No escopo das atividades de caracterização há duas grandes vertentes de trabalho: material proveniente das tipologias dos corpos minerais obtidas em campo e material proveniente da planta de beneficiamento (alimentação, pontos intermediários, produtos e rejeitos). A primeira se volta ao conhecimento da variabilidade do depósito em apoio à lavra ou ao seu planejamento, enquanto a outra se volta para o desenvolvimento ou avaliação do desempenho do processo de tratamento (SANT'AGOSTINO, 1996).

Uma caracterização acurada de determinado material passa por uma quantificação dos seus constituintes, representados pelo mineral de minério e pelos minerais de ganga (GOES; LUZ; POSSA, 2010). Como a massa requerida para tais estudos é significativamente menor em relação àquelas integradas pela amostragem na usina ou no depósito, existe uma dificuldade na obtenção de amostras representativas.

A amostragem é o processo de seleção de parte de uma população que representa, ou tenta representar, o todo dessa população. Tal parte, a amostra, é considerada representativa quando as propriedades da população estimadas com base na amostra se inserem numa variabilidade estatisticamente aceitável (OLIVEIRA; AQUINO, 2007). Fundamentalmente, a finalidade da amostragem é a redução da massa de determinado lote sem inserir mudanças significativas em suas propriedades (PITARD, 1993).

A amostragem primária, para confecção da amostra global ou total, corresponde aos incrementos retirados da população, por não ser possível sua completa manipulação. Esse procedimento pode ser feito de maneira aleatória, fazendo com que todas as partes do material tenham a mesma probabilidade de serem selecionadas, ou sistemática, na qual os incrementos são coletados a intervalos regulares. Uma outra alternativa é a amostragem estratificada, que

corresponde à divisão do material em grupos distinguíveis segundo características próprias. Nesse caso, a amostragem se dá proporcionalmente às suas massas.

No caso de depósitos minerais, a amostragem primária é normalmente realizada por meio de sondagens, de abertura de poços ou trincheiras e canais, de forma sistemática. Essa etapa de amostragem tem a finalidade de avaliar o depósito. A composição de uma amostra primária do depósito mineral ou de diferentes partes dele para o estudo de caracterização deve passar por uma criteriosa avaliação da tipologia.

A seleção de amostras para a caracterização deve ser feita em feições mais comuns presentes e delimitadas. Devem-se gerar amostras típicas de cada corpo mineralizado, evitando a utilização de amostras médias compostas, ou mesmo de transição, que podem acarretar conclusões errôneas sobre o seu comportamento tecnológico (SANT'AGOSTINO, 1996).

A utilização de uma amostra média, representativa de todo o corpo mineralizado, para estudos tecnológicos, deve ser evitada, embora se trate de uma prática difundida. A mistura de diferentes materiais gera um minério híbrido e irreal, com características mistas e um comportamento no processo não necessariamente compatível com os tipos de minérios existentes, o qual pode não reproduzir o material lavrado e de alimentação de uma usina de beneficiamento (SANT'AGOSTINO, 1996).

A amostragem de material particulado, proveniente da alimentação, pontos intermediários ou produtos da usina de beneficiamento é igualmente complexa devido às grandes variações de tamanho, formato, massas e composições das partículas. Técnicas adequadas de amostragem devem ser utilizadas garantido a representatividade da amostra que será caracterizada, prevenindo possível segregação sem que ocorra degradação ou contaminação do material. Também é obtida de forma sistemática com incrementos removidos a intervalos de tempo regulares (SAMPAIO; TAVARES, 2005).

A abordagem proposta por Gy, para o cálculo do erro fundamental de amostragem, permite definir uma massa mínima de amostra representativa do lote inicial, para um máximo desvio padrão do erro fundamental de amostragem (PITARD, 1993).

$$S_{FE}^2 = \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right) * c * f * g * l * d^3$$

Sendo M_S a massa da alíquota retirada (amostra do estudo), M_L a massa total do lote inicial ou da amostra inicial (ambos em gramas) e demais fatores apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Fatores da equação (PITARD, 1993).

Fatores	Descrição
$c \rightarrow$ fator mineralogia	$c = \lambda_M * \frac{(1 - a_L)^2}{a_L} + \lambda_g * (1 - a_L)$ <p>Onde, λ_M = densidade do mineral de minério (19,3 g/cm³ – ouro, λ_g = densidade do mineral de ganga (sulfetos - 3,5 g/cm³), a_L = teor do minério</p>
$f \rightarrow$ fator forma	<ul style="list-style-type: none"> • 1, para um material perfeitamente cúbico • 0,1, para minerais laminares (caulinita e goethita) • 0,2, para materiais moles e submetidos a tensões mecânicas (Ouro) • >1 para minerais aciculares • 0,5 (hematite e quartzo)
$g \rightarrow$ fator granulometria	<ul style="list-style-type: none"> • 1, para um material perfeitamente calibrado • 0,25 para materiais provenientes de um britador (não calibrado) • 0,55 para materiais calibrados, como provenientes de duas telas consecutivas de peneiras • 0,75 para materiais naturalmente calibrados
$l \rightarrow$ fator liberação	<ul style="list-style-type: none"> • 1, quando o mineral de interesse se encontra perfeitamente liberado. • 0,8 para materiais muito heterogêneos • 0,4 para materiais heterogêneos • 0,2 para materiais medianos • 0,1 para materiais homogêneos • 0,05 para materiais muito homogêneos
$d \rightarrow$ fator diâmetro	O fator diâmetro é definido como a abertura da malha quadrada, em cm, abaixo da qual encontra-se 95% do material

2.4.3 Procedimentos

As amostras utilizadas para estudos de caracterização podem ter massas variando de centenas de gramas a dezenas de quilogramas, em função das características do material em estudo, podendo em casos extremos utilizar centenas de quilogramas (SANT'AGOSTINO, 1996).

A aplicação de técnicas analíticas realizadas em produtos de ensaios laboratoriais relacionados a técnicas de beneficiamento, fornecem informações sobre a assembleia mineralógica presente, sua quantificação, determinação de densidades,

presença de elementos traços, bem como características morfológicas, geométricas e texturais dos grãos e partículas contidas no material (SAMPAIO; TAVARES, 2005).

Um exemplo de roteiro mais abrangente de caracterização tecnológica de matérias primas minerais é indicado na Figura 4, podendo ser adaptado em função do material e do seu conhecimento e incluir ensaios tecnológicos específicos em escala de bancada. Inúmeros trabalhos descrevem em detalhes diversas metodologias a depender das particularidades existentes em cada bem mineral (HENLEY, 1983a; JONES, 1987; NEUMAN; SCHNEIDER; NETO, 2004; SAMPAIO; TAVARES, 2005; SANT'AGOSTINO, 1996).

Figura 4 – Fluxograma simplificado das etapas de caracterização tecnológica de matérias primas minerais

As informações obtidas pela caracterização, objetivando a recuperação de mineral útil, são a identificação e posterior quantificação da assembleia mineralógica e a determinação da liberação dos minerais presentes.

A liberação, grau de liberação ou espectro de liberação, representa a proporção percentual do mineral útil livre em relação ao total de mineral útil, em área e em volume, e em massa quando ponderado cada mineral por sua respectiva densidade (GAUDIN, 1932), indica a cominuição ótima do material para efeitos do beneficiamento e/ ou para atender especificações da matéria prima mineral

(SANT'AGOSTINO; KAHN, 1997). Estando a assembleia mineralógica liberada, ou o mais próximo possível disso, é possível então a separação mineral por meio de alguma propriedade intrínseca e diferenciadora desses minerais.

2.4.3.1 Técnicas analíticas instrumentais

A seguir são apresentadas as principais e mais difundidas técnicas analíticas empregadas usualmente na caracterização tecnológica. A microscopia eletrônica por ser uma técnica na qual praticamente todo o trabalho se sustenta está em parte própria a seguir.

Difratometria de raios X

A técnica conhecida por difração de raios X (DRX) está altamente consolidada para a identificação mineralógica, sendo feita a partir da determinação dos arranjos cristalinos presentes na amostra objeto de estudo. Como vantagens da técnica, temos a facilidade de preparação da amostra, a rapidez da análise e o fato de ser uma técnica não destrutiva. A limitação fica quanto a necessidade de pelo menos 1% em massa de determinado mineral presente na assembleia mineralógica para ser identificado (CULLITY, 1978).

Essa técnica tem por princípio o fenômeno de interação entre o feixe de raios X incidente e os elétrons dos átomos componentes do material a ser analisado, relacionado ao espalhamento coerente (raios X espalhados elasticamente sem perda de energia). Nesse espalhamento, cada átomo dispersa a radiação em um novo conjunto de ondas, sem que aquelas em fase constituem o feixe difratado, promovendo a reflexão (FORMOSO, 1984). A medida dos ângulos de difração dos raios emergentes permite elucidar a distância dos átomos do cristal e, conseqüentemente, a estrutura cristalina (EWING, 1972).

O feixe difratado detectado é geralmente expresso em um gráfico de intensidade (picos que se destacam da linha de base (background) versus ângulo (2θ) de incidência dos raios X) constituindo o padrão difratométrico (JENKINS; SNYDER, 1996). A diferença relativa entre os diferentes picos oferece uma medida única da estrutura cristalográfica dos minerais; como cada composto cristalino apresenta um padrão difratométrico característico, é possível sua identificação através das posições angulares e intensidades relativas dos picos difratados (KLUG; ALEXANDER, 1974).

A identificação dos compostos contidos na amostra é obtida por meio da comparação do difratograma da amostra com os difratogramas dos compostos de referência.

A DRX é usualmente aplicada em duas modalidades básicas: método do pó (determinação de maiores constituintes da assembleia mineral, amostras pulverizadas e prensadas em porta amostras apropriadas para cada equipamento) e câmeras de monocristal (análises de grãos individuais, tanto para identificação quanto determinação de parâmetros de cela unitária, com aplicações na determinação de parâmetros cristalográficos) (SANT'AGOSTINO; KAHN, 1997).

Espectroscopia por fluorescência de raios X

A espectroscopia por fluorescência de raios X (FRX) é um método analítico altamente versátil de análise química multielementar.

A técnica tem por fundamento a detecção da radiação secundária (fluorescente) característica de cada elemento presente na amostra quando irradiada por feixe de raios X. As principais vantagens dessa técnica são a sua simplicidade, rapidez, exatidão e confiabilidade, desde que uma calibração adequada seja realizada para cada tipo de amostra analisada (EWING, 1972).

As análises qualitativas são em geral confiáveis em virtude da simplicidade do espectro. A análise sem padrões pode ser realizada pela simples comparação do espectro com espectros-padrões. A análise quantitativa consiste na medida das linhas do espectro característico dos elementos procurados e no relacionamento dessas intensidades com a sua concentração na matriz em que se encontram dispersa (PORPHÍRIO; BARBOSA; BERTOLINO, 2004).

Uma limitação é a detecção de fases raras como ouro e outros metais nobres limitada de 50 a 100 ppm, o que impede o uso da técnica para análise de materiais, minérios e concentrados (SOBRAL; GRANATO, 1983).

Espectroscopia por absorção atômica

A espectroscopia de absorção atômica é um método bastante difundido de análise usado para determinar qualitativa e quantitativamente a presença de metais em determinada amostra. Essa técnica tem por fundamento o fato de que todo elemento químico é capaz de absorver radiação do mesmo comprimento de onda que emite.

Assim, quando uma fonte emissora de radiação, constituída de um determinado elemento, e que, portanto, emite onda eletromagnética característica desse elemento, é utilizada na exposição de uma nuvem gasosa, somente os átomos do elemento em questão absorverão essa onda, permitindo a análise por comparação com um padrão (SOBRAL; GRANATO, 1983).

O funcionamento da técnica se dá por solubilização e nebulização da amostra, exposição desta à chama com temperatura suficiente para reduzir os elementos a seu estado atômico neutro e livre, incidência de radiação que atravessa a amostra e um dispositivo de detecção, que recebe a radiação transmitida para a comparação das intensidades iniciais e finais. A absorção medida, em unidades de absorbância (capacidade intrínseca dos materiais em absorver radiações de frequência específica), guarda correlação praticamente linear com a concentração do elemento na solução (BRANDÃO et al., 2007b).

Fusão e copelação (SOBRAL; GRANATO, 1983)

O ensaio tradicionalmente conhecido por *fire assay* é uma técnica de análise quantitativa e de obtenção de metais preciosos bastante consagrada. É um procedimento em que os metais nobres são separados das impurezas por processos de fusão e seu teor na amostra é determinado por análise gravimétrica.

O procedimento de análise consiste na adição de óxido de chumbo à amostra pulverizada, mistura essa que é aquecida entre 1.000 e 1.200°C por cerca de 20 minutos. O chumbo líquido percola a escória formada captando os metais nobre formando uma fase de metal fundido. A mistura é então vazada e após o resfriamento a escória vitrificada é separada fisicamente da mistura metálica solidificada.

Essa mistura é então adicionada a outro cadinho poroso, denominado copela, contendo óxido de magnésio, que é então aquecido na presença de ar a cerca de 1.000°C. Como os metais nobres não se oxidam nem reagem, ao contrário dos demais metais, esses permanecem separados e os demais reagem formando escória e outros compostos. O chumbo oxidado e outros metais não nobres são adsorvidos para dentro dos poros da copela por atração capilar e a mistura metálica preciosa resta como uma esfera individualizada, comumente denominada *prill*.

Por meio da massa desse material resultante se obtém o teor de conjunto ouro e prata da amostra inicial. Por reação com ácido nítrico, ocorre a dissolução da prata

e, por meio, da massa de resíduo, calcula-se o teor de ouro e, conseqüentemente, o de prata.

2.4.4 Caracterização tecnológica de mineralizações auríferas

A caracterização tecnológica em bens minerais contendo fases de ocorrência em baixos teores exige procedimentos criteriosos e específicos devido à dificuldade de se isolar a fase de interesse para análises qualitativas e quantitativas.

No caso do ouro, a sua alta densidade, bastante superior à dos outros constituintes da assembleia mineral, facilita a sua segregação segundo essa propriedade diferenciadora e conseqüente descaracterização da amostra de estudo; mas exige grande cuidado na amostragem e no manuseio do material.

Procedimentos usuais de caracterização focam na determinação dos principais minerais no minério, enquanto no caso do ouro, toda a assembleia mineral deve ser conhecida e quantificada, uma vez que algumas das fases, mesmo que ocorrendo em baixos teores, podem ter comportamento deletério no processamento.

No processamento do ouro por cianetação, o conceito de liberação diverge do conceito clássico (necessidade de liberação física do mineral de minério do mineral de ganga), uma vez que os processos empregados para a sua recuperação e extração se baseiam em propriedades específicas desse elemento: a reação de dissolução do ouro por cianeto. Assim, não exige liberação física, e sim exposição do grão de ouro na partícula portadora desse bem mineral.

Nos estudos de mineralizações de ouro, os parâmetros a serem determinados, para processamento por lixiviação por cianeto de sódio foram alvo de diversos trabalhos (CHRYSSOULIS; CABRI, 1990; HENLEY, 1992; KOJONEN; JOHANSON, 1994; LORENZEN, 1995; PETRUK, 2000a; TASSINARI, 1996):

Esses parâmetros a serem determinados são:

- Teor do ouro e outros elementos de interesse
- Composição mineralógica do minério
- Formas de ocorrência do ouro (associação e liberação)
- Presença de materiais deletérios ao processo

As diferentes metodologias propostas por esses autores têm em comum o emprego de análise granulométrica, fracionamento por separações densitárias e

ensaios de quantificação da liberação do ouro. Um fluxograma contendo metodologia complementar aos procedimentos tradicionais (Figura 4) específicos para determinação de propriedades tecnológicas (liberação ou exposição) das mineralizações auríferas é mostrado na Figura 5.

Figura 5 – Fluxograma para caracterização tecnológica de minérios auríferos

O ouro obtido na etapa de amalgamação corresponde ao ouro livre, no sentido clássico de liberação, e é passível de ser recuperado por processos de separação densitária e por flotação, se não houver problemas com a sua superfície (cobertura).

A etapa de cianetação recupera a parcela de ouro não liberada, desde que apresente alguma exposição do ouro na partícula portadora, seja na borda da partícula ou em fraturas, fissuras ou caminhos que permitam a penetração da solução cianetada.

Quanto ao ouro refratário, parcela restante no resíduo, ele pode ser passível de recuperação com uma moagem mais fina, que causa uma melhor liberação ou exposição do metal ao reagente. No entanto, se a caracterização mineralógica indicar minerais que admitem ouro no retículo cristalino, o processamento pode ser mais complexo. Uma boa noção disso advém da repetição do procedimento em uma outra alíquota, em granulometria mais fina. Nesse caso, se os percentuais de ouro amalgamável e/ou cianetável aumentarem, possivelmente deve se tratar de um problema de liberação física.

Alternativa ou concomitantemente a esse procedimento indicado acima, outra metodologia, desenvolvida pela *Anglo American Research Laboratories* (AARL) nos anos 1980, denominada “Lixiviação Diagnóstica”, pode ser aplicada para o entendimento do comportamento do ouro em processos hidrometalúrgicos. O procedimento é bastante simples: a fim de se identificar os minerais associados ao ouro, lixiviações sequenciais e seletivas são realizadas para que um mineral ou grupo de minerais específicos sejam solubilizados e removidos do sistema, sendo em seguida cianetados para extrair o metal precioso (LORENZEN, 1995; TORRES, 1996). O Quadro 2 mostra as etapas dessa lixiviação com ácidos utilizados e os minerais solubilizados.

Quadro 2 – Etapas utilizadas na lixiviação diagnóstica

Etapas	Minerais a serem recuperados/ solubilizados
NaCN	Ouro livre e exposto
HCl	Pirrotita, calcita, dolomita, galena, hematita, goethita, carbonatos, ferritas
H ₂ SO ₄	Uraninita, esfalerita, sulfetos de cobre, sulfetos de metal base, pirita
HNO ₃	Pirita, arsenopirita e marcassita
HF	Silicatos
Eluição com Acetonitrila	Material carbonoso

Fonte: Lorenzen (1995)

2.5 MINERALOGIA QUANTITATIVA POR ANÁLISE DE IMAGENS

2.5.1 Análise de imagens e Estereologia

Uma imagem é a representação da percepção visual de determinado objeto ou material, e a análise de imagens é a extração de informações significativas dessas imagens (RUSS, 2011).

O campo de aplicação da análise de imagens é vasto e se expande por todas as áreas da ciência, podendo ser tão simples como a leitura de um código de barras ou tão sofisticado como o diagnóstico de patologias por imagens.

Métodos tradicionais de microscopia (microscópio estereoscópico e óptico) foram responsáveis por um grande avanço das ciências, nas mais diversas áreas, ao longo dos últimos séculos, por permitir o aumento do alcance da vista humana.

Nesse trabalho, a análise de imagens está relacionada com o estudo das características mineralógicas pertinentes e interferentes no processamento da matéria prima mineral, com foco na determinação da composição mineralógica, do grau de alteração e de liberação dos constituintes, da distribuição de tamanho e da forma de grãos e partículas, além das associações minerais e de outras características relacionadas à morfologia das partículas (PETRUK, 2000a).

A Estereologia fornece métodos práticos para extrair informações quantitativas relativas a um material tridimensional a partir de medições feitas em seções planares do material (Figura 6). Baseada fundamentalmente em geometria e estatística, essa técnica utiliza amostragem aleatória e sistemática para fornecer dados sem viés (HENLEY, 1983b). Assim, a qualidade dos resultados obtidos é dependente dos procedimentos de amostragem e de preparação (GOTTLIEB et al., 2000).

Figura 6 – Diagrama esquemático da seção plana

Fonte: Russ (1986)

As informações que podem ser obtidas em imagens pela estereologia, devido ao seu caráter estatístico, sempre apresentarão uma margem de erro, que será aceita ou não, a depender do critério de avaliação. A diminuição da margem de erro será alcançada com o aumento do número de partículas avaliadas por imagem e em maior número de imagens (NEUMAN; SCHNEIDER; NETO, 2004).

Há dois tipos principais de informações obtidas em estudos por análise de imagens de minerais: por medidas de campo (análise modal) e por medidas de feições (análise modal em conjunto com associações minerais e grau de liberação) (RUSS, 1986).

A análise modal é a quantificação mineralógica de determinada amostra estimada pela contagem do número de partículas dos diferentes minerais, pela conversão desses números em porcentagem e pela ponderação por suas respectivas densidades, obtendo-se assim porcentagens em massa.

Desde o século XIX já existiam técnicas de análise de imagens para obtenção de informações quantitativas a respeito do material analisado. A Figura 7 mostra os principais e tradicionais métodos para quantificação das proporções minerais.

Figura 7 – Métodos pioneiros na determinação das proporções minerais

Fonte: (ULIANA, 2014)

Os três métodos citados (De Lesse, Glagolev e Thompson, e Rosival) têm como pressuposto a correlação de medidas bidimensionais com estruturas de feições

tridimensionais, segundo a relação $V_V = A_A = L_L = P_P$ (V_V – fração em volume, A_A – fração em área, L_L – fração em comprimento de linha e P_P – fração em pontos contados) (JONES, 1987). A partir das proporções em área, intercepto linear ou contagem de pontos, é possível determinar as proporções volumétricas e, com as densidades dos constituintes, é estimada a proporção em massa.

As incertezas na análise de imagens estão associadas a dois tipos de erros: erros estatísticos e erros estereológicos. Van der Plas e Tobi (1965) apud Henley (1983) foram precursores na análise do erro estatístico, correlacionando erros relativos e absolutos em função da proporção volumétrica e da quantidade de pontos contados do mineral de interesse, conforme indicado no Gráfico 2 (HENLEY, 1983a).

Gráfico 2 – Correlação dos erros relativos e absolutos em análise de imagens

Fonte: Van der plas e tobi, 1985 apud Henley 1983

A contagem de pontos (P) está indicada na ordenada e a proporção do mineral (N) de interesse, na abscissa. Supondo uma contagem de 500 pontos de um dado mineral com proporção de 2%, o erro absoluto será de 1%, com consequente erro relativo de 50%. Para a mesma quantidade de pontos, se a proporção do mineral for 10%, o erro absoluto será de aproximadamente 2,5%, com erro relativo de 25%. Já se a proporção volumétrica do mineral for 60%, o erro absoluto será de 4,3%, constituindo um erro relativo de 7%. Por outro lado, se a proporção volumétrica do mineral for de 2% e a contagem de pontos subir para 5.000, o erro será de 0,3%, com erro relativo de 15%.

Esse procedimento demonstra que o erro relativo diminui à medida que se aumenta a quantidade de pontos contados e/ou quanto for maior a proporção volumétrica do mineral de interesse.

Os erros estereológicos estão associados às conclusões feitas em uma ou duas dimensões quando extrapoladas para três dimensões. Tais erros resultam em dados superestimados de liberação (BARBERY, 1991; SCHNEIDER et al., 1991). A Figura 8 ilustra dois exemplos possíveis para esse tipo de erro.

Figura 8 – Erros estereológicos decorrente da natureza das partículas

Fonte: Henley (1987)

No exemplo da Figura 8 à esquerda, supondo a fase escura como sendo o mineral de interesse (mineral de minério), a depender da posição em que é seccionada a partícula, a seção pode apresentar diferentes proporções das fases presentes, ou até mesmo revelar apenas um dos minerais (mineral de minério ou mineral de ganga).

Já à direita, as duas características observadas na superfície da seção são discretas e nenhuma informação quanto a sua possível conectividade no corpo de amostra pode ser obtida através do estudo da superfície.

Assim, verifica-se que nenhum procedimento que analisa a imagem com base no exame de seções do material pode determinar se os grãos aparentemente discretos são de fato separados ou contínuos dentro da rocha original.

A textura da partícula também é um fator que acarreta erro estereológico (Figura 9). Quanto mais fina for a textura, no caso, granulometria fino e distribuída, menor será esse tipo de erro (GOTTLIEB et al., 2000; SPENCER; SUTHERLAND, 2000).

Figura 9 – Viés estereológico em seções de partículas com texturas diferentes

Fonte: Fandrich et al. (2007)

As características vistas em superfície não representam fielmente a realidade do material que foi seccionado, uma vez que a seção mostra uma representação bidimensional. O plano fronteira entre dois grãos acaba por ser representado por linha e uma característica linear dentro de um espécime será representado na seção por um ponto (JONES, 1987).

Devido a isso, a análise de seções sempre fornece informações distorcidas sobre certas características, podendo ser mitigadas aumentando-se o número de medições (JONES, 1987).

2.5.2 Imagem digital e sistemas de análise automatizada

Uma imagem digital é a representação de uma imagem descrita por uma matriz numérica, codificada de modo a permitir seu armazenamento e manipulação por *softwares* e sistemas eletrônicos. Os computadores são indispensáveis para a análise de grandes quantidades de dados, em tarefas que exigem grande poder de processamento, ou para a extração de informações quantitativas.

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é um tipo de microscopia eletrônica capaz de obter imagens digitais de alta resolução e quando conjugada a um dispositivo de microanálise química (espectrômetro por dispersão de energia de raios X, EDS), permite a determinação de elementos químicos. Trata-se de uma técnica amplamente utilizada na mineralogia aplicada para se analisar seções polidas ou seções delgadas, permitindo, entre suas muitas aplicações, observar com detalhes as associações minerais, suas alterações, inclusões, zoneamentos e identificar/quantificar os elementos químicos formadores do mineral, além dos elementos estranhos à rede cristalina (JONES, 1987; NEUMAN; SCHNEIDER; NETO, 2004; PETRUK, 2000b).

A técnica baseia-se na interação do feixe de elétrons com a amostra e na geração de imagens em tons de cinza proporcionais ao sinal gerado por essa interação. Na tecnologia mineral, as imagens mais relevantes são as geradas por elétrons retroespalhados (*backscattered electrons* -BSE- um dos sinais resultante da interação feixe-amostra). Nesse tipo de imagem, o nível de cinza é proporcional ao número atômico médio de cada pixel da imagem (CHAUVIN, 1985; GOLDSTEIN, 2003; NEUMAN; SCHNEIDER; NETO, 2004; PETRUK, 1989, 1990).

Os sistemas comerciais de análise automatizada de imagens obtidas por MEV são ferramentas altamente versáteis para determinação de parâmetros mineralógicos relevantes no beneficiamento de minérios e que evoluíram de maneira substancial a reboque do desenvolvimento tecnológico computacional (FANDRICH et al., 2007)

São sistemas atualmente consolidados na indústria mineral por serem capazes de coletar uma grande quantidade de dados em curto tempo, gerando resultados estatisticamente confiáveis e robustos. Tais sistemas envolvem estes procedimentos: aquisição e tratamento da imagem, identificação dos minerais,

segmentação das fases, manipulação dos dados e interpolação dos resultados (PETRUK, 1989).

2.5.3 Sistema MLA – *Mineral Liberation Analyzer*

O sistema MLA consiste num pacote de *softwares* interligado ao dispositivo de microanálise química (EDS) acoplado ao MEV. Tal sistema comanda a captura de imagens e a coleta e a análise dos espectros de raios X. Tipicamente, de 40 a 100 imagens, contendo entre 4.000 e 10.000 partículas são adquiridas em uma seção polida (GU, 2003).

O processamento é feito após a etapa de coleta das informações identificando as fases minerais permitindo o cálculo de suas proporções em massa (análise modal) e a obtenção das informações como morfologia, associações minerais e grau de liberação (FANDRICH et al., 2007; GU, 2003).

A escolha da resolução em pixels da imagem e a resolução dos espectros de raios X são definidas em relação ao tempo de aquisição de dados. Esses parâmetros são definidos pelo usuário conforme o estudo a que se propõe (GOTTLIEB et al., 2000).

Nesse estudo, a análise de imagem de BSE fornece detalhes de intercrescimento mineral, presença de grãos finos e de inclusões de ouro enquanto a análise dos espectros de raios X permite identificar quase a totalidade dos minerais presentes na amostra e com quais minerais o ouro está associado.

Passo inicial e primordial na análise mineralógica automatizada é a discriminação das fases minerais identificadas com suas respectivas delimitações. A segmentação de imagens é feita pela delimitação das regiões de tons de cinza homogêneos nas imagens das partículas (Figura 10).

Figura 10 – Nível de cinza e partícula segmentada (GU, 2003)

Fonte: Gu (2003)

O tom cinza de cada mineral na imagem gerada pelo MEV pode apresentar diferença por variação da corrente do feixe de elétrons incidente, propriedade que deve ser rigorosamente controlada. Essa variação acarreta a determinação de diferentes tons de cinza para uma mesma fase mineral. Além disso, diferentes minerais, por coincidência no número atômico médio, apresentam o mesmo tom de cinza.

O espectro de raios X indica a composição química pontual da amostra. Cada fase da partícula (tom de cinza) é examinada. O espectro é coletado no centro da fase a fim de evitar a contaminação com fases adjacentes e obter um espectro que retrate com mais fidelidade a fase. Para a identificação mineralógica é feita uma comparação do espectro coletado com a composição química dos minerais (FANDRICH et al., 2007).

Para determinação da liberação das fases e das associações minerais, é necessário garantir que as partículas estejam individualizadas. Isso pode ser alcançado na etapa de preparação das amostras, ou na etapa de segmentação, que detecta a aglomeração de partículas e as separa, tais como demonstrados na Figura 11. Essa função utiliza parâmetros de forma das partículas para avaliar se elas estão aglomeradas e, assim, se for necessário, passam pelo processo de desaglomeração, partícula a partícula (GU, 2003).

Cada amostra apresenta particularidades que a difere de outras amostras. No estudo mineralógico por MEV/EDS-MLA existem formas de coleta de dados que objetivam um procedimento mais eficiente, em menor tempo e de forma a acomodar

as necessidades requeridas no estudo a que se propõe. Fandrich et al. (2007) indica os principais modos de coleta:

- Standard BSE liberation analysis (BSE)
- Extended BSE liberation analysis (XBSE)
- Grain-based X-ray mapping (GXMAP)
- Sparse phase liberation analysis (SPL)
- X-ray modal analysis (XMOD)
- Rare phase search (RPS)
- Latti analysis (SXBSE)
- Schouwstra analysis (SPL- dual zoom)

Figura 11 – Exemplo de processo de desaglomeração no MLA (FANDRICH et al. 2007)

(a) Imagem gerada por BSE. (b) Imagem após a remoção do fundo, com várias partículas aglomeradas. (c) Uma das aglomerações está destacada. (d) após a desaglomeração, uma das partículas está destacada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 AMOSTRAS ESTUDADAS

Foram estudadas quatro amostras de material mineralizado a ouro, provenientes de diferentes locais no Brasil, representativas de distintos corpos minerais. Estas amostras foram selecionadas por suas características quanto ao teor e às associações do ouro.

A amostragem primária, realizada nos empreendimentos mineiros, as massas de material amostrado e o critério de integralização das mesmas para composição da amostra global, foi realizada por terceiros, fora das atividades deste trabalho. Para que houvesse uma comparação entre as amostras, todas foram cominuídas abaixo de 0,6 mm, homogeneizadas em pilha alongada e amostradas para obtenção de alíquotas de 25 kg para o estudo proposto.

Na Tabela 2 estão relacionadas as amostras estudadas com suas principais características: mineralogia por difratometria de raios X (DRX, APÊNDICE A) e teor de ouro dosado em alíquotas das amostras tal qual, por *fire assay*.

Tabela 2 – Identificação das amostras estudadas

Id. Amostra	Amostra	Teor de Au (g/t)	Mineralogia principal
ATO	Alto teor – oxidado	1,31	quartzo, muscovita, caulinita e hematita
ATS	Alto teor – sulfetado	6,91	quartzo, muscovita, pirita e dolomita
BTO	Baixo teor – oxidado	0,61	quartzo, muscovita, clorita e hematita
BTS	Baixo teor – sulfetado	0,15	quartzo, biotita, albita, caulinita e pirita

As amostras são compostas basicamente por sílica, alumina e óxidos de ferro. A quantidade de óxidos alcalinos e alcalinos-terrosos perfazem menos de 10% nas quatro amostras (Tabela 3).

Quantidades mínimas, mas significativas de CuO (acima de 0,50%) são observadas nas amostras ATS, BTO e BTS, assim como SO₃, na amostra ATS e BTS. A perda ao fogo nas quatro amostras está entre 4,04 e 6,27%.

Tabela 3 – Composição química das amostras (análise multielementar sem padrões, FRX)

	Teores (% em massa)											
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	CaO	CuO	TiO ₂	As ₂ O ₃	SO ₃	PF
ATO	57,5	19,2	11,7	3,64	1,73	0,232	0,237	0,071	0,792	0,059	0,063	4,04
ATS	63,6	7,34	6,35	1,75	2,83	nd	3,94	0,122	0,54	nd	3,27	9,23
BTO	50,1	19,1	16,3	2,35	2,66	0,152	0,423	0,426	1,36	0,132	0,093	6,27
BTS	61,0	15,5	4,83	3,84	2,17	1,99	1,85	0,577	0,304	nd	2,75	4,42

Obs.: nd – não detectado

3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os procedimentos laboratoriais foram desenvolvidos nas dependências do Laboratório de Tratamento de Minérios e Resíduos Industriais (LTM) e no Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT), ambos do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da USP.

As análises químicas para as determinações dos teores de ouro foram realizadas em laboratório externo, na Intertek Brasil Ltda., unidade de Parauapebas, Pará. Demais análises químicas foram realizadas pelo laboratório químico do LCT, segundo procedimentos e controle de qualidade próprios de sua rotina analítica.

As atividades realizadas podem ser subdivididas em quatro etapas: preparação das amostras, fracionamento e separações minerais, extração hidrometalúrgica por cianetação e mineralogia quantitativa por MEV/EDS-MLA.

Inicialmente, as amostras foram cominuídas em britador de rolos, em circuito fechado com peneira, para redução granulométrica abaixo de 0,6 mm; e estes produtos foram homogeneizados em pilha alongada para obtenção de alíquotas com cerca de 25 kg de material por amostra subdivididas para os ensaios de caracterização tecnológica e cianetação. O restante do material foi arquivado.

O procedimento experimental da caracterização tecnológica, empregado nas quatro amostras, é apresentado na Figura 12 e descrito em detalhes na sequência.

Figura 12 – Fluxograma do procedimento experimental

Após essa primeira etapa, cada amostra foi novamente cominuída abaixo de 0,3 mm ($P_{80} \sim 0,21 \text{ mm}$) e novas alíquotas de 5 kg foram retiradas, cada qual direcionadas a diferentes protocolos de estudos. Duas delas (10 kg) foram direcionadas para análise granulométrica, uma (5 kg) para análises químicas e mineralógicas, uma para extração hidrometalúrgica (tal qual) e a última arquivada como contraparte da amostra inicial.

Com a alíquota dedicada à análise granulométrica, procedeu-se com o peneiramento a úmido em peneiras de aberturas nominais de 0,21, 0,15, 0,074 e 0,037 mm. Cada fração retida bem como o passante em 0,037 mm foram amostrados para

análises químicas (dosagem do teor de ouro por *fire assay* e composição química elementar por FRX) e para análises mineralógicas (MEV/MLA e DRX).

Em seguida, foi realizada a separação mineral por líquido denso (tetrabromoetano, TBE 2,95 g/cm³) nas frações granulométricas acima de 0,037 mm (a fração passante não foi direcionada a esta etapa). Esta separação gerou dois produtos: o flutuado e o afundado; os produtos afundados foram amostrados para análise mineralógica por MEV/MLA).

Ambos os produtos (flutuado e afundado) e o produto passante em 0,037 mm foram direcionados à etapa de extração hidrometalúrgica por cianeto de sódio, em polpa, com 40% de sólidos (em massa) e mantida sob agitação por 24h. O pH da solução foi ajustado com hidróxido de sódio, entre 11 e 12. A concentração inicial da solução de cianeto foi de 2.000 ppm.

Os produtos afundados, devido à menor massa, foram cianetados em erlenmeyer enquanto os produtos flutuados e o passante em 0,037 mm foram cianetados em garrafas plásticas com capacidade de 10 litros.

A alíquota tal qual de 5 kg direcionada para cianetação foi quarteada na metade e cada parte foi direcionada para a extração hidrometalúrgica, executada em paralelo (Figura 12).

Figura 13 – Procedimento experimental da cianetação de alíquota tal qual

O procedimento de cianetação foi realizado nos mesmos parâmetros utilizados na cianetação dos produtos flutuado, afundado e passante em 0,037 mm. A

solução foi periodicamente amostrada para o controle do teor de cianeto livre, por meio de titulação com AgNO_3 , garantindo uma concentração superior a 200, de forma a obter uma máxima recuperação potencial.

As amostragens sistemáticas também controlaram o teor de ouro para a determinação da sua curva de extração pelo tempo do ensaio decorrido.

3.3 MINERALOGIA QUANTITATIVA

Dois procedimentos de estudo foram empregados para a caracterização mineralógica das amostras, sendo:

- a) Produto afundado das separações minerais: caracterização dos grãos de ouro (associações minerais, distribuição de tamanho e composição química)
- b) Por fração granulométrica: dedicada à quantificação da assembleia mineralógica.

Para cada uma dessas abordagens, realizaram-se procedimentos específicos de preparações das amostras bem como as rotinas automatizadas de microscopia eletrônica de varredura.

3.3.1 Caracterização dos grãos de ouro

Os produtos afundados das separações minerais por líquido denso foram amostrados para confecção de seções polidas centrifugadas. Este tipo de preparação leva em consideração a densidade elevada do ouro proporcionando uma maior quantidade de partículas a serem analisadas por MEV-EDS.

As seções polidas centrifugadas são confeccionadas a partir da mistura da amostra com resina epóxi em um molde cilíndrico, que é levado à centrífuga para promover a segregação do material por densidade. Em seguida, a mistura é colocada em vaso de pressão por 12 horas, à pressão de injeção de ar de 4 Bar, para que todas as bolhas de ar sejam expulsas. Após a completa cura da resina, a seção é retirada de seu molde e a face com exposição da amostra é desbastada e polida em equipamento Tegramin, marca Struers para obtenção de uma superfície regular e plana, com partículas da amostra expostas e devidamente polidas (Figura 14).

Figura 14 – Procedimento de preparação das seções polidas centrifugadas

Para identificação dos grãos de ouro e suas associações, o contraste de seu número atômico (imagem de elétrons retroespalhados) e confirmação de sua composição química (espectro de raios X característicos por EDS) são as duas análises utilizadas pelo *software* de automação MLA, em rotina denominada SPL-LT. Além delas, o *software* também gera um espectro de EDS em cada fase hospedeira do grão de ouro, dentro de determinada área definida pelo usuário.

3.3.2 Quantificação da assembleia mineralógica

Para a determinação da mineralogia quantitativa de cada uma das amostras, as frações acima de 0,037 mm foram amostradas em amostrador rotativo para confecção de seções polidas monocamada. Este tipo de preparação foi escolhido por evitar a aglomeração das partículas a serem analisadas por MEV-EDS, promovendo uma dispersão homogênea e minimizando problemas de arrancamento das mesmas durante o polimento.

Para identificação das fases minerais e posterior quantificação, o contraste de número atômico (imagens de elétrons retroespalhados) e a composição química de cada fase (espectros de raios X característicos por EDS) foram as ferramentas utilizadas pelo software de automação MLA, em rotina denominada XBSE.

O material amostrado (~2g) para a confecção das seções polidas monocamada é cuidadosamente disperso em tampa de molde cilíndrico (25mm de diâmetro), de superfície totalmente plana, iniciando-se sua deposição pelo ponto central da tampa e, com movimentos circulares uniformes para que toda a massa amostrada seja dispersa em uma única camada. A tampa é então inserida no molde que fica pronto para receber resina epóxi e endurecedor, suficiente para cobrir a camada de amostra já disposta. A montagem é colocada em vaso de pressão por 12 horas, à pressão de injeção de ar de 4 Bar, para que todas as bolhas de ar sejam expulsas após a cura da resina, a seção é desmoldada e segue para as etapas de desbaste e polimento em equipamento Tegamin, marca Struers para obtenção de uma superfície regular e plana, com partículas da amostra expostas e devidamente polidas.

Figura 15 – Procedimento de preparação das seções monocamada

4 RESULTADOS

4.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA E SEPARAÇÕES MINERAIS

Os resultados obtidos na cominuição seguida da análise granulométrica, com as respectivas distribuições do ouro e de demais constituintes, são expostos na Tabela 4 e na Tabela 5.

Tabela 4 – Análise granulométrica e distribuição do ouro

Fração (mm)	% de massa retida				Teor de Au (ppm)				Distribuição de Au (%)			
	ATO	ATS	BTO	BTS	ATO	ATS	BTO	BTS	ATO	ATS	BTO	BTS
-0,30+0,21	16,6	25,1	20,7	15,9	1,91	18,9	0,67	0,053	19,0	37,6	18,7	5,1
-0,21+0,15	12,2	17,8	10,2	17,6	1,34	14,7	0,84	0,105	9,8	20,7	11,6	11,1
-0,15+0,074	16,0	22,3	10,9	31,1	1,90	16,9	1,25	0,109	18,3	29,8	18,4	20,4
-0,074+0,037	11,9	9,7	10,5	16,5	1,98	10,5	1,11	0,166	14,1	8,1	15,8	16,4
-0,037	43,3	25,1	47,8	18,8	1,50	1,91	0,55	0,415	38,8	3,8	35,5	46,9
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	1,67	12,6	0,74	0,166	100,0	100,0	100,0	100,0

A partir da análise granulométrica, nota-se distribuição da massa mais uniforme nas amostras ATS e BTS. As demais apresentam grande proporção de material fino (passante em 0,037 mm).

Os resultados dos teores de ouro foram calculados, pela ponderação dos teores das frações pelas respectivas massas, a partir dos resultados do balanço metalúrgico de forma a mitigar possíveis efeitos pepitas, procedimento confiável considerando as massas utilizadas bem como o procedimento de amostragem.

No intervalo -0,30+0,037 mm apenas a amostra BTS apresenta tendência de enriquecimento de teor em direção aos finos, enquanto que para as demais amostras não há tendência a ser atribuído.

Importante ressaltar a distribuição de ouro nos finos uma vez que tais produtos não são alvo dos estudos mineralógicos por MEV/MLA. As amostras ATO e BTO apresentam respectivamente 38,8 e 35,5% do ouro reportado neste produto. A mostra BTS, com 18,8% de massa, apresenta 46,9% do ouro nesta fração.

Tabela 5 – Análise granuloquímica (análise multielementar sem padrões, FRX)

Fração (mm)	% massa		Teores (% em massa)						Distribuição (% de massa)				
	ret.	ac.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CuO	SO ₃	PF	Si	Al	Fe	Cu	S
ATO													
-0,30+0,21	16,6	16,6	73,6	8,20	12,8	0,048	0,098	gf	20,1	8,3	18,2	12,8	21,9
-0,21+0,15	12,2	28,8	72,2	8,89	12,1	0,045	0,098	1,50	14,4	6,6	12,7	8,7	16,1
-0,15+0,074	16,0	44,9	71,9	8,89	11,9	0,050	0,090	2,14	18,9	8,6	16,4	12,7	19,4
-0,074+0,037	11,9	56,7	66,6	12,1	11,8	0,059	0,085	3,40	13,0	8,7	12,0	11,1	13,6
-0,037	43,3	100,0	47,4	25,8	11,0	0,080	0,050	6,71	33,6	67,8	40,8	54,8	29,1
Total calc.	100,0		61,0	16,5	11,7	0,063	0,074	3,83	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado			57,5	19,2	11,7	0,071	0,063	4,04					
ATS													
-0,30+0,21	25,1	25,1	70,5	4,9	6,04	0,027	3,02	7,62	28,5	16,0	22,6	14,4	22,1
-0,21+0,15	17,8	42,9	67,2	5,6	5,92	0,067	3,29	8,82	19,3	13,0	15,7	25,3	17,0
-0,15+0,074	22,3	65,2	63,8	6,1	6,93	0,049	3,95	9,37	22,9	17,8	23,0	23,2	25,6
-0,074+0,037	9,7	74,9	61,1	7,0	6,98	0,058	4,09	10,3	9,6	8,8	10,1	12,0	11,5
-0,037	25,1	100,0	48,7	13,5	7,67	0,047	3,23	13,3	19,7	44,4	28,7	25,1	23,7
Total calc.	100,0		62,0	7,7	6,72	0,047	3,43	9,90	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado			63,6	7,34	6,35	0,122	3,27	9,23					
BTO													
-0,30+0,21	20,7	20,7	59,8	11,1	17,7	0,268	0,102	4,00	23,2	13,5	23,1	15,3	25,2
-0,21+0,15	10,2	30,8	62,8	9,48	17,7	0,233	0,124	3,74	12,0	5,7	11,3	6,6	15,1
-0,15+0,074	10,9	41,7	60,1	11,0	17,8	0,266	0,110	4,12	12,3	7,0	12,2	8,0	14,3
-0,074+0,037	10,5	52,2	57,8	14,3	15,3	0,265	0,087	4,92	11,4	8,8	10,1	7,7	11,0
-0,037	47,8	100,0	45,6	23,0	14,3	0,470	0,060	8,63	41,0	64,9	43,2	62,4	34,4
Total calc.	100,0		53,1	16,9	15,8	0,360	0,083	6,30	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado			50,1	19,1	16,3	0,426	0,093	6,27					
BTS													
-0,30+0,21	15,9	15,9	57,9	18,0	5,24	0,318	3,30	4,27	14,9	17,9	18,6	9,7	20,9
-0,21+0,15	17,6	33,6	60,9	15,7	5,03	0,530	3,53	3,69	17,4	17,3	19,8	17,8	24,7
-0,15+0,074	31,1	64,7	63,2	15,0	4,34	0,589	2,53	3,15	31,8	29,1	30,1	34,9	31,1
-0,074+0,037	16,5	81,2	64,2	14,8	4,13	0,682	2,01	2,70	17,1	15,2	15,2	21,4	13,1
-0,037	18,8	100,0	61,7	17,5	3,89	0,450	1,37	3,58	18,8	20,6	16,3	16,1	10,2
Total calc.	100,0		61,8	16,1	4,48	0,525	2,52	3,43	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Total dosado			61,0	15,5	4,83	0,577	2,75	4,42					

Todas as amostras são compostas essencialmente por sílica com quantidades menores de alumina e óxidos de ferro. A proporção de SO₃ é significativa nas amostras ATS e BTS (3,02-4,09% e 1,37-3,53%, respectivamente).

Já o cobre (CuO), também dosado como óxido pela FRX, apresenta quantidades significativas nas amostras BTO e BTS com 0,233-0,470% e 0,318-0,682%.

Os resultados das separações minerais por líquidos densos, efetuados em cada amostra, acima de 0,037 mm, são apresentados na Tabela 6 e na Tabela 7, e detalhado graficamente por amostra no Gráfico 3 e no Gráfico 4.

Tabela 6 – Resultado das separações minerais por líquido denso (TBE), amostra ATO e ATS

Fração (mm)	ATO			ATS		
	Au (ppm)	% massa	Distr. Au (%)	Au (ppm)	% massa	Distr. Au (%)
-0,30+0,21						
Flutuado	0,58	14,5	5,0	1,53	18,9	2,3
Afundado	10,87	2,2	14,0	72,30	6,2	35,3
Total calculado	1,91	16,6	19,0	18,90	25,1	37,6
Total dosado	0,73			2,33		
-0,21+0,15						
Flutuado	0,53	10,8	3,4	1,05	13,0	1,1
Afundado	7,67	1,4	6,4	51,85	4,8	19,6
Total calculado	1,34	12,2	9,8	14,66	17,8	20,7
Total dosado	0,99			5,44		
-0,15+0,074						
Flutuado	0,62	14,1	5,2	0,99	16,0	1,2
Afundado	11,52	1,9	13,1	57,19	6,3	28,6
Total calculado	1,90	16,0	18,3	16,90	22,3	29,8
Total dosado	1,58			10,98		
-0,074+0,037						
Flutuado	0,68	10,4	4,2	0,27	6,9	0,1
Afundado	11,04	1,5	9,9	35,36	2,8	7,9
Total calculado	1,98	11,9	14,1	10,53	9,7	8,1
Total dosado	1,55			5,73		
Total +0,037						
Total flutuado	0,60	49,8	17,9	1,10	54,8	4,8
Total afundado	10,44	6,9	43,3	57,48	20,1	91,4
Total calculado	1,80	56,7	61,2	16,21	74,9	96,2

Tabela 7 – Resultado das separações minerais (TBE), amostra BTO e BTS

Fração (mm)	BTO			BTS		
	Au (ppm)	% massa	Distr. Au (%)	Au (ppm)	% massa	Distr. Au (%)
-0,30+0,21						
Flutuado	0,07	16,6	1,5	0,02	15,1	1,5
Afundado	3,11	4,1	17,2	0,70	0,8	3,5
Total calculado	0,67	20,7	18,7	0,05	15,9	5,1
Total dosado	0,95			0,07		
-0,21+0,15						
Flutuado	0,05	8,0	0,5	0,05	16,3	4,6
Afundado	3,70	2,2	11,0	0,79	1,4	6,5
Total calculado	0,84	10,2	11,6	0,10	17,6	11,1
Total dosado	0,63			0,09		
-0,15+0,074						
Flutuado	0,38	8,4	4,4	0,05	28,6	8,1
Afundado	4,22	2,4	14,0	0,81	2,5	12,3
Total calculado	1,25	10,9	18,4	0,11	31,1	20,4
Total dosado	0,65			0,10		
-0,074+0,037						
Flutuado	0,60	8,9	7,2	0,06	15,0	5,6
Afundado	4,06	1,6	8,6	1,24	1,5	10,8
Total calculado	1,11	10,5	15,8	0,17	16,5	16,4
Total dosado	1,01			0,12		
Total +0,037						
Total flutuado	0,24	41,9	13,6	0,04	75,0	19,8
Total afundado	3,64	10,3	50,8	0,89	6,2	33,2
Total calculado	0,91	52,2	64,5	0,11	81,2	53,1

A etapa de separação mineral permitiu a concentração do ouro com significativa redução de massa. As amostras ATO e BTS apresentam maiores enriquecimentos (teor de ouro no afundado em relação ao teor de ouro do total +0,037 mm).

O produto flutuado da amostra ATO responde por 49,8% da massa da amostra, que contém 17,9% do ouro contido (com teor de 0,60 ppm). O produto afundado da amostra ATS apresenta 20,1% da massa da amostra com 91,4% de todo o ouro contido, com teor de 57,5 ppm.

Gráfico 3 – Distribuição de massa e de ouro no produto afundado (% ensaio), ATO e ATS

Para as amostras ATO e ATS, considerando o produto afundado acima de 0,037 mm, observa-se que a ATO tem uma proporção de minerais densos ($d > 2,95$) menores que a ATS, e que há uma proporção de ouro associado as gangas leves ($d < 2,95$) ou à minerais portadores de ouro não liberados. A amostra ATS, pelo contrário, apresenta baixa associação do ouro com minerais leves.

Gráfico 4 – Distribuição de massa e de ouro no produto afundado (% ensaio), BTO e BTS

A amostra BTO apresenta ligeira diminuição na proporção de material denso, conforme menor granulometria, mas significativa queda na distribuição de ouro no produto afundado indicando associação preferencial com a ganga leve, e a amostra

BTS apresenta, abaixo de 0,21 mm, menor variação na proporção de material denso e ouro associados a estes produtos.

Tabela 8 – Sumário comparativo da separação mineral por líquido denso (TBE 2,95 g/cm³)

Produtos/ amostras (+0,037mm)	Distribuição de massa e de ouro nos produtos (% da amostra)							
	ATO		ATS		BTO		BTS	
	massa	Au	massa	Au	massa	Au	massa	Au
<u>Flutuado</u>								
Teor de Au (ppm)	-	0,60	-	1,10	-	0,24	-	0,04
Distrib. amostra	49,8	17,9	54,8	4,8	41,9	13,6	75,0	19,8
<u>Afundado</u>								
Teor de Au (ppm)	-	10,4	-	57,5	-	3,64	-	0,89
Distrib. amostra	6,9	43,3	20,1	91,4	10,3	50,8	6,2	33,2
enriquecimento		5,7		3,5		4,0		8,1
<u>Total +0,037 mm</u>								
Teor de Au (ppm)	-	1,80	-	16,2	-	0,91	-	0,11
Distrib. amostra	56,7	61,2	74,9	96,2	52,2	64,5	81,2	53,1

O aspecto importante a se ressaltar é a distribuição do ouro no produto afundado, uma vez que foi nesse produto que foram amostradas alíquotas para confecção das seções polidas para estudo das associações do ouro por MEV/MLA.

O enriquecimento proporcionado pela separação mineral ficou entre 3,5 e 8,1 vezes.

4.2 EXTRAÇÃO HIDROMETALÚRGICA POR CIANETAÇÃO

4.2.1 Produtos das separações minerais

4.2.1.1 Amostra ATO

O balanço de massa e metalúrgico da amostra ATO (Figura 16) apresenta o resultado do procedimento experimental realizado enquanto no Gráfico 5 está indicada a distribuição do ouro nas soluções e nos resíduos sólidos por fração granulométrica. Os resultados detalhados por fração encontram-se no APÊNDICE B.

Figura 16 – Balanço de massas e metalúrgico, amostra ATO

Os resultados mostram que dos 17,9% do ouro associados ao produto flutuado da separação densitária, 15,1% foram extraídos por cianetação (84,2% de recuperação). A proporção de ouro no afundado é de 43,3% do total da amostra, dos quais, 40,3% são passíveis de recuperação (93,0%).

O produto passante em 0,037 mm, responde por 43,3% da massa e a 38,8% do ouro, dos quais 37,3% são passíveis de serem recuperados (96,3%).

No total da amostra, 92,7% do ouro foram extraídos por cianetação.

Gráfico 5 – Distribuição de ouro nos produtos da cianetação (% ensaio), ATO

A amostra ATO, em todas as frações granulométricas nos três produtos (afundados, flutuados e finos), apresenta boa extração (distribuição do ouro nas soluções). Como tendência verifica-se o aumento da distribuição do ouro nas soluções conforme a redução da granulometria. As distribuições nos resíduos dos produtos leves (flutuados) estão relacionadas com grãos de ouro diminutos e inclusos na ganga silicatada.

4.2.1.2 Amostra ATS

O balanço de massa e metalúrgico da amostra ATS (Figura 17) mostra o resultado do procedimento experimental realizado, enquanto no Gráfico 6 está indicada a distribuição do ouro nas soluções e nos resíduos sólidos por fração granulométrica. Os resultados detalhados por fração encontram-se no APÊNDICE B.

Os resultados mostram que dos 4,8% do ouro associados ao produto flutuado da separação densitária, 4,3% foram extraídos por cianetação (89,5%). A proporção de ouro no afundado é de 91,4% do total da amostra, dos quais apenas 38,4% foram recuperados na cianetação (42,0%).

Os finos, em granulometria abaixo de 0,037 mm, com 25,1% da massa, contêm 3,8% do ouro da amostra, sendo 2,3% passíveis de recuperação (59,4%). No total da amostra, 44,9% do ouro são potencialmente extraídos por cianetação.

Figura 17 – Balanço de massa e metalúrgico, amostra ATS

Gráfico 6 – Distribuição de ouro nos produtos da cianetação, ATS

A amostra ATS, contrariamente à amostra ATO, apresentou baixas recuperações nos três produtos (afundados, flutuados e finos). O produto afundado, alvo dos estudos mineralógicos por MEV/MLA poderá indicar possíveis motivos da cianetação não ter sido eficiente. O produto flutuado e o passante em 0,037 mm apresentam comportamento não usual, com queda de recuperação conforme diminuição da granulometria.

4.2.1.3 Amostra BTO

O balanço de massa e metalúrgico da amostra BTO (Figura 18) mostra o resultado do procedimento experimental realizado enquanto o Gráfico 7 indica a distribuição do ouro nas soluções e nos resíduos sólidos por fração granulométrica. Os resultados detalhados por fração encontram-se no APÊNDICE B.

Figura 18 – Balanço de massa e metalúrgico, amostra BTO

Os resultados mostram que dos 13,6% do ouro associados ao produto flutuado da separação densitária, 12,0% do ouro foram extraídos por cianetação (87,9% de recuperação). A proporção de ouro no afundado é de 50,8% do total da amostra, sendo 40,2% passíveis de recuperação (79,2%).

Os finos abaixo de 0,037 mm (47,8% em massa) contêm 35,5% do ouro da amostra sendo 32,6% extraídos (91,8%) por cianetação. No total da amostra, 84,9% do ouro foram extraídos por cianetação.

Gráfico 7 – Distribuição de ouro nos produtos da cianetação, BTO

A amostra BTO apresenta boa recuperação (distribuição do ouro nas soluções) conforme redução da granulometria nos produtos afundados e nos flutuados. O ouro reportado no resíduo nas frações acima de 0,15 mm, flutuados, pode estar relacionado com grãos de ouro diminutos e inclusos na ganga silicatada, não acessados pela solução de cianeto.

4.2.1.4 Amostra BTS

O balanço de massa e metalúrgico da amostra BTS (Figura 19) mostra o resultado do procedimento experimental realizado enquanto o Gráfico 8 indica a distribuição do ouro nas soluções e nos resíduos sólidos por fração granulométrica. Os resultados detalhados por fração encontram-se no APÊNDICE B.

Os resultados da caracterização mostram que dos 19,8% do ouro associados ao produto flutuado da separação densitária, 18,9% foram extraídos por cianetação (recuperação de 95,5%). A proporção de ouro no afundado é de 33,2% do total da amostra, sendo 21,3% do ouro recuperados por cianetação (64,2%).

Os finos abaixo de 0,037 mm (18,8% em massa) são responsáveis por 46,9% do ouro da amostra sendo 40,7% potencialmente recuperados na cianetação (86,7%). No total da amostra, 81,0% do ouro foram extraídos por cianetação.

Figura 19 – Balanço de massa e metalúrgico, amostra BTS

Gráfico 8 – Distribuição de ouro nos produtos da cianetação, amostra BTS

A amostra ATO, em todas as frações granulométricas nos três produtos (afundados, flutuados e finos), apresenta boa recuperação (distribuição do ouro nas soluções). Como tendência verifica-se o aumento da distribuição do ouro nas soluções conforme a redução geral da granulometria.

4.2.2 Amostras cominuída

Os resultados comparativos da cianetação das alíquotas de material cominuído nas mesmas condições (amostra total, sem fracionamento), com determinação do teor e da recuperação do ouro, bem como da dosagem do cianeto consumido são apresentados na Tabela 9.

As curvas de extração do ouro, indicando a cinética de reação, são mostradas no Gráfico 9, e a análise granuloquímica dos resíduos está indicada na Tabela 10.

A amostra ATO apresentou recuperação média de 91,8% com consumo médio de cianeto de 1267 g/t e a amostra ATS, recuperação média de 88,8% com consumo médio de 3280 g/t.

A amostra BTO mostrou recuperação média de 85,3% com consumo médio de cianeto de 1263 g/t e a amostra BTS, recuperação média de 94,8% com consumo médio de 1432 g/t.

Tabela 9 – Estimativa da recuperação ouro por cianetação e consumo de NaCN

Amostra cominuída	Alíquota	Teor	Recuperação (%)	Consumo
		Au (ppm)	Au	NaCN (g/t)
Amostra ATO	A	1,46	91,5	1267
	B	1,62	92,0	1266
	MÉDIA	1,54	91,8	1267
Amostra ATS	A	6,84	88,7	2926
	B	6,55	89,0	3635
	MÉDIA	6,69	88,8	3280
Amostra BTO	A	0,71	82,4	1269
	B	1,01	88,1	1258
	MÉDIA	0,86	85,3	1263
Amostra BTS	A	1,00	97,2	2441
	B	1,00	92,3	2424
	MÉDIA	1,00	94,8	2432

Gráfico 9 – Curvas de extração do ouro para alíquotas Tal Qual

Com relação a cinética de reação, pode-se verificar que a amostra ATS apresentou maior velocidade de reação que as demais, atingindo recuperação superior a 75% em aproximadamente 5 horas enquanto a amostra BTO, de menor velocidade, levou mais de 40 horas para atingir a mesma recuperação.

A análise granulométrica dos rejeitos da cianetação está mostrada na Tabela 10 e na Tabela 11.

Tabela 10 – Análise granulométrica dos resíduos sólidos da cianetação, ATO e ATS

Alíquota (P ₈₀)	Fração (mm)	ATO			ATS		
		% massa	Au (ppm)	Distr Au %	% massa	Au (ppm)	Distr Au %
Garrafa A - 0,21 mm	+0,15	28,1	0,25	56,8	38,0	0,39	19,2
	-0,15+0,037	27,9	0,16	36,1	35,8	0,36	16,7
	-0,037	44,0	0,02	7,11	26,2	1,89	64,2
	Total calc.	100,0	0,12	100,0	100,0	0,77	100,0
Garrafa B - 0,21 mm	+0,15	28,9	0,29	65,1	62,9	0,37	32,3
	-0,15+0,037	26,2	0,12	24,4	27,3	0,67	25,4
	-0,037	44,9	0,03	10,5	9,73	3,14	42,3
	Total calc.	100,0	0,13	100,0	100,0	0,72	100,0
MÉDIA - 0,21 mm	+0,15	28,5	0,27	61,0	50,5	0,38	25,7
	-0,15+0,037	27,0	0,14	30,2	31,6	0,52	21,0
	-0,037	44,4	0,03	8,78	18,0	2,52	53,3
	Total calc.	100,0	0,13	100,0	100,0	0,75	100,0

A distribuição do ouro no rejeito da amostra ATO ocorre predominantemente nas frações grossas (+0,15 e -0,15+0,074 mm) com 91,2% do ouro enquanto a distribuição do ouro na amostra ATS está predominantemente na fração fina (-0,037 mm) com 53,3%.

Tabela 11 – Análise granulométrica dos resíduos sólidos da cianetação, BTO e BTS

Alíquota (P ₈₀)	Fração (mm)	BTO			BTS		
		% massa	Au (ppm)	Dist Au %	% massa	Au (ppm)	Dist Au %
Garrafa A - 0,21 mm	+0,15	25,7	0,42	86,7	36%	0,01	---
	-0,15+0,037	26,0	0,06	12,5	55%	0,01	---
	-0,037	48,3	0,00	0,78	9%	<0,01	---
	Total calc.	100,0	0,12	100,0	100%	---	---
Garrafa B - 0,21 mm	+0,15	25,6	0,41	86,9	42%	0,01	---
	-0,15+0,037	24,7	0,06	12,3	58%	0,01	---
	-0,037	49,8	0,002	0,82	0%	---	---
	Total calc.	100,0	0,12	100,0	100%	---	---
MÉDIA - 0,21 mm	+0,15	25,7	0,42	86,82	39%	0,01	---
	-0,15+0,037	25,3	0,06	12,38	56%	0,01	---
	-0,037	49,0	0,00	0,80	5%	<0,01	---
	Total calc.	100,0	0,12	100,00	100%	---	---

... impossível de determinar

A distribuição do ouro no rejeito da amostra BTO ocorre predominantemente na fração grossa (+0,15 mm) com 86,8% do ouro. Devido aos baixos teores nos resíduos da amostra BTS, não foi possível determinar a distribuição do ouro.

4.3 AMOSTRAGENS REALIZADAS

O erro fundamental de amostragem foi calculado com base nos teores de ouro, da massa total da amostra inicial (M_L) e da massa da alíquota utilizada no preparo das seções polidas para a caracterização dos grãos de ouro (M_s), para cada intervalo granulométrico considerado (Tabela 12). Os demais valores adotados, iguais para todas as amostras, e todas frações granulométricas, foram indicados na Tabela 1 (constante no item 2.4.2).

A amostra BTS, nas duas frações granulométricas mais grossas (-0,60+0,21 mm e -0,21+0,15 mm) apresentaram desvios significativos quando comparada com as demais amostras.

Tabela 12 – Cálculo do erro fundamental (SFE) na amostragem das seções polidas

Amostra	Fração (mm)	Au (ppm)	M_L (g)	M_s (g)	S_{FE}^2
ATO	-0,60+0,21	1,91	109,6	22	0,05
	-0,21+0,15	1,34	143,55	8	0,07
	-0,15+0,074	1,90	166,45	8	0,02
	-0,074+0,037	1,98	230,9	8	0,01
ATS	-0,60+0,21	18,9	428,3	16	0,02
	-0,21+0,15	14,7	331,0	12	0,02
	-0,15+0,074	16,9	438,4	8	0,01
	-0,074+0,037	10,5	197,0	8	<0,01
BTO	-0,60+0,21	0,67	282,9	34	0,08
	-0,21+0,15	0,84	121,6	12	0,07
	-0,15+0,074	1,25	220,7	8	0,02
	-0,074+0,037	1,11	248,3	8	0,01
BTS	-0,60+0,21	0,05	66,6	16	0,17
	-0,21+0,15	0,10	108,6	12	0,20
	-0,15+0,074	0,11	205,1	8	0,08
	-0,074+0,037	0,17	120,6	8	0,02

Os valores de S_{FE}^2 mostram, portanto, que a luz da teoria proposta por Gy, o procedimento de seleção de massas de amostra, para as amostras ATO, ATS e BTO, usadas no presente trabalho se mostrado mais adequado (menor erro).

4.4 MINERALOGIA QUANTITATIVA

4.4.1 Caracterização do ouro

4.4.1.1 Amostra ATO

A Tabela 13 apresenta o número de partículas portadoras de ouro e o número de grãos identificados que permitiram a quantificação das associações do ouro, bem como sua liberação por perímetro exposto e distribuição do tamanho dos grãos.

Tabela 13 – Sumário dos grãos de ouro identificados no produto afundado, ATO

Fração (mm)	Teor de ouro (ppm)	Distrib. de Au na amostra	seções analisadas	Partículas portadoras	Grãos de ouro
-0,60+0,21	10,9	14,0	11	36	86
-0,21+0,15	7,7	6,4	4	10	14
-0,15+0,074	11,5	13,1	4	11	13
-0,074+0,037	11,0	9,9	4	14	17

Foram identificadas ao todo 71 partículas portadoras de ouro (com um ou mais grãos de ouro em cada) e 130 grãos.

A liberação do ouro (exposição em perímetro) bem como suas associações (perímetro de contato com outros minerais) está sumarizada no Gráfico 10 e detalhada na Tabela 14.

Gráfico 10 – Associações do ouro (total +0,037 mm, produto afundado), ATO

Tabela 14 – Sumário das associações do ouro (MEV/MLA) no produto afundado, ATO

Fração (mm)	Associações (% em perímetro de contato)									
	Au Exp.	Ox. Fe	Qz	Al fosf	Caul	mica	Il.Rutilo	Psil	Monaz	outros
+0,21	4,8	63	8,4	6,8		8,4			5,7	
+0,15	5,7	30	1,5	17				39		7,36
+0,074	19	52	4,9	4,5	12	0,7	6,9			
+0,037	54	28	3,1	10	1,7	2,9				0,55
Total	43	35	3,9	9,1	3,2	3,0	1,2	0,6	0,5	0,77

Au Exp. - ouro que ocorre exposto no perímetro das partículas, Ox Fe – óxido de ferro, Qz - quartzo, Al fosf – alumínio fostato, Caul – caulinita, Il Rutilo - Imenorutilo, , Psil – psilomelano, Monaz – monazita Outros: cerianita, clorita, albita, scheelita, apatita, torita, pirita e galena.

Adicionalmente foi avaliada a proporção de ouro com potencial de recuperação, dada pela porcentagem em área dos grãos de ouro que apresentam perímetro exposto), a partir de medidas 2D por MEV/MLA. Tais resultados são apresentados no Gráfico 11.

Gráfico 11 – Fração em área do total de grãos com perímetro exposto, ATO

Na média, a porcentagem em área acessível é de 58,4%. Seguindo a diminuição das frações há aumento desta porcentagem, chegando a 99% para fração -0,074+0,037 mm.

A distribuição de tamanho de grãos de ouro identificados (diâmetro de círculo equivalente) está retratada no Gráfico 12. Aproximadamente 50% do ouro ocorre em grãos menores de 40 µm.

Gráfico 12 – Distribuição do tamanho dos grãos de ouro, ATO

4.4.1.2 Amostra ATS

A Tabela 15 apresenta o número de partículas portadoras de ouro e o número de grãos identificados que permitiram a quantificação das associações do ouro bem como sua liberação por perímetro exposto e distribuição do tamanho dos grãos.

Tabela 15 – Sumário das partículas portadoras de grãos de ouro, ATS

Fração (mm)	Teor de ouro (ppm)	Distrib. de Au na amostra	seções analisadas	Partículas portadoras	Grãos de ouro
-0,60+0,21	72,3	35,3	8	68	112
-0,21+0,15	51,9	19,6	6	62	107
-0,15+0,074	57,2	28,6	4	46	66
-0,074+0,037	35,4	7,9	4	89	110

Foram identificados ao todo 265 partículas portadoras de ouro (com um ou mais grãos de ouro em cada) e 395 grãos.

A liberação do ouro (exposição em perímetro) bem como suas associações (perímetro de contato com outros minerais) está sumarizada no Gráfico 13 e na Tabela 16.

Gráfico 13 – Associações do ouro (total +0,037 mm, produto afundado), ATS

Tabela 16 – Sumário das associações do ouro (total +0,037 mm, produto afundado), ATS

Fração (mm)	Associações (% em perímetro exposto)									
	Au Exp.*	Pirita	Sp.	Galena	Dolomita	Quartzo	Apatita	CCP	Clorita	Outros
+0,21	27	54	13	2,7		1,4	0,4	0,6	0,1	0,1
+0,15	32	59	3,7	2,7	0,8	0,7	0,9		0,4	0,6
+0,074	37	44	5,7	9,3	2,4	0,2	0,7	0,5		0,6
+0,037	48	37	4,2	3,9	1,5	0,3	0,7	0,7	0,6	2,2
Total	33	50	7,6	5,6	1,27	0,7	0,6	0,4	0,1	0,54

Exp – exposto, Sp. – esfalerita, CCP - calcopirita, Outros: CuS e muscovita

Adicionalmente foi avaliada a proporção de ouro, em área, com potencial de recuperação por cianetação (porcentagem em área dos grãos de ouro com perímetro exposto), a partir de medidas 2D por MEV/MLA. Tais resultados são apresentados no Gráfico 14.

Gráfico 14 – Fração em área do total de grãos com perímetro exposto, ATS

Todas as frações analisadas apresentam praticamente 100% de acessibilidade.

A distribuição de tamanho de grãos de ouro identificados (diâmetro de círculo equivalente) está retratada no Gráfico 15. Aproximadamente 60% do ouro ocorre em grãos menores de 50 μm .

Gráfico 15 – Distribuição do tamanho dos grãos de ouro, ATS

4.4.1.3 Amostra BTO

A Tabela 17 apresenta o número de partículas portadoras de ouro e o número de grãos identificados que permitiram a quantificação das associações do ouro bem como sua liberação por perímetro exposto e distribuição do tamanho dos grãos.

Tabela 17 – Sumário das partículas portadoras de grãos de ouro, BTO

Fração (mm)	Teor de ouro (ppm)	Distrib. de Au na amostra	seções analisadas	Partículas portadoras	Grãos de ouro
-0,60+0,21	3,11	17,2	17	33	41
-0,21+0,15	3,7	11	6	22	26
-0,15+0,074	4,2	14	4	2	2
-0,074+0,037	4,1	8,6	4	1	1

Foram identificados ao todo 58 partículas portadoras de ouro (com um ou mais grãos de ouro em cada) e 70 grãos.

A liberação do ouro (exposição em perímetro) bem como suas associações (perímetro de contato com outros minerais) está sumarizada no Gráfico 16 e na Tabela 18.

Gráfico 16 – Associações do ouro (total +0,037 mm, produto afundado), BTO

Tabela 18 – Sumário das associações do ouro (total +0,037 mm, produto afundado), BTO

Fração (mm)	Associações (% em perímetro de contato*)							
	Au Exp	Ox. Fe	QZ	FeKSO	Cu	As-BiS	FeAsBiSO	Outros
+0,21	1,7	54	27	12		1,2	2,1	2,3
+0,15	5,1	53	11	7,1	7,9	7,0	3,9	5,8
+0,074		100						
+0,037		100						
Total	2,9	58	15	10	3,7	3,7	2,5	3,7

Au Exp. - ouro que ocorre exposto no perímetro das partículas; Ox. Fe – óxido de ferro, Qz - quartzo, Outros – Al fosfato, CuS, scheelita e zircão

Adicionalmente foi avaliada a proporção de ouro, em área, com potencial de recuperação por cianetação (porcentagem em área dos grãos de ouro com perímetro exposto), a partir de medidas 2D por MEV/MLA. Tais resultados são apresentados no Gráfico 17.

Devido à baixa quantidade de grãos encontrados nas frações abaixo de 0,15 mm não foi possível a determinação da acessibilidade. Os poucos grãos encontrados estavam inclusos em óxidos de ferro. Acima de 0,15 mm a acessibilidade está compreendida entre 29 e 44%.

Gráfico 17 – Fração em área do total de grãos com perímetro exposto, BTO

A distribuição de tamanho de grãos de ouro identificados (diâmetro de círculo equivalente) está retratada no Gráfico 18. Aproximadamente 50% do ouro ocorre em grãos menores de 10 µm.

Gráfico 18 – Distribuição do tamanho dos grãos de ouro, BTO

4.4.1.4 Amostra BTS

A Tabela 19 apresenta o número de partículas portadoras de ouro e o número de grãos identificados que permitiram a quantificação das associações do ouro, bem como sua liberação por perímetro exposto e distribuição do tamanho dos grãos.

Tabela 19 – Sumário das partículas portadoras de grãos de ouro, BTS

Fração (mm)	Teor de ouro (ppm)	Distrib. de Au na amostra	seções analisadas	Partículas portadoras	Grãos de ouro
-0,60+0,21	0,7	3,5	8	37	38
-0,21+0,15	0,8	6,5	6	31	36
-0,15+0,074	0,8	12,3	4	25	28
-0,074+0,037	1,2	10,8	4	25	27

Foram identificados ao todo 118 partículas portadoras de ouro (com um ou mais grãos de ouro em cada) e 129 grãos.

A liberação do ouro (exposição em perímetro) bem como suas associações (perímetro de contato com outros minerais) está sumarizada no Gráfico 19 e na Tabela 20.

Gráfico 19 – Associações do ouro (total +0,037 mm, produto afundado), BTS

Tabela 20 – Sumário das associações do ouro (total +0,037 mm, produto afundado), BTS

Fração (mm)	Associações minerais (% em perímetro de contato)									
	Au exposto	pirita	CuS	calcopirita	outros sulfetos	mica	epidoto	albita	outros silicatos	outros
-0,30+0,21	29	30	9,7	9,4	0,6	11,8	6,1	1,4	2,1	
-0,21+0,15	20	30	23	16		5,6	2,7	0,6	0,6	1,7
-0,15+0,074	13	16	7,9	48		1,8	7		7,8	
-0,074+0,037	22	5,1	18	51			2,4		2,1	
Total +0,037	19	26	21	22		4,8	3,2	0,5	1,5	1,4

Nota: Au exp – ouro exposto, outros silicatos (clorita, albita e muscovita), outros sulfetos (arsenopirita, galena, esfalerita, calcocita-covelina, AsCoNiFeS e PbAsS)

Adicionalmente foi avaliada a proporção de ouro, em área, com potencial de recuperação por cianetação (porcentagem em área dos grãos de ouro com perímetro exposto), a partir de medidas 2D por MEV/MLA. Tais resultados são apresentados no Gráfico 20.

Gráfico 20 – Fração em área do total de grãos com perímetro exposto, BTS

Na média, a fração em área acessível é de 47%. Nas frações acima de 0,074 mm há diminuição na parcela acessível, de 74% reduzindo a 35%. Na fração abaixo desta, há aumento para 61%.

A distribuição de tamanho de grãos de ouro identificados (diâmetro de círculo equivalente) está retratada no Gráfico 21. Aproximadamente 70% do ouro ocorre em grãos menores de 6 μm .

Gráfico 21 – Distribuição do tamanho dos grãos de ouro, BTS

4.4.2 Mineralogia quantitativa

A composição mineralógica das quatro amostras foi determinada por MEV/EDS-MLA, considerando as frações acima de 0,037 mm, e com auxílio na identificação das fases minerais por DRX (APÊNDICE A).

Os resultados estão sumarizados por amostra nos gráficos subsequentes (Gráfico 22 e Gráfico 23), e detalhados nas tabelas seguintes (Tabela 21 e Tabela 22).

Gráfico 22 – Composição mineralógica (total >0,037 mm), amostra ATO e ATS

Considerando o intervalo acima de 0,037 mm, a amostra ATO é composta predominantemente por quartzo (60%), mica (13%, muscovita), feldspatos (potássico e plagioclásio, 4%), outros silicatos (clorita e albita, 11%) e óxidos de ferro (10%). Outros minerais perfazem 2% da amostra.

No mesmo intervalo, a amostra ATS é composta predominantemente por quartzo (69%), outros silicatos (clorita e albita, 17%), pirita (3%) e dolomita (10%). Outros minerais respondem por 1%.

Tabela 21 – Composição mineralógica (total +0,037 mm / fração granulométrica), ATO e ATS

Mineral	Minerais (% massa)				
	Total +0,037 mm	+0,21	-0,21+0,15	-0,15+0,074	-0,074+0,037
Amostra ATO					
% massa	56,7	16,7	12,2	16,0	11,9
quartzo	60	62	60	60	56
mica	13	13	13	13	15
clorita	4,5	3,7	3,6	4,3	6,8
caulinita	4,1	2,8	4,0	4,5	5,5
plagioclásio	3,0	3,5	3,3	2,7	2,5
K-feldspato	1,1	1,2	1,3	1,1	0,9
turmalina	1,2	1,1	1,2	1,0	1,3
piroxênio	0,7	0,7	0,9	0,7	0,5
grossulária	0,7	0,3	0,7	0,9	1,2
óxidos de ferro	9,5	10,2	9,4	9,6	8,5
TiO ₂	0,4	0,3	0,3	0,4	0,4
ilmenorutilo	0,2	0,2	0,2	0,4	0,2
psilomelano	0,2	0,3	0,2	0,2	0,1
Al-fosfatos	0,2	0,1	0,2	0,2	0,1
brannerita	0,3	0,2	0,4	0,4	0,4
FeAsBiSO	0,4	0,2	0,3	0,2	0,7
As-BiS	0,2	0,1	0,2	0,3	0,2
outros ¹	0,4	0,4	0,3	0,4	0,6
Amostra ATS					
% massa	80,2	27,6	19,7	22,1	10,8
quartzo	69	75	68	66	61
mica	13	9,7	14	14	17
dolomita	10	9,0	11	11	11
clorita	3,6	3,2	3,5	3,7	4,6
pirita	2,7	2,1	2,7	2,9	3,8
plagioclásio	0,5	0,4	0,5	0,6	0,8
apatita	0,3	0,2	0,3	0,3	0,3
esfalerita	0,2	0,1	0,3	0,2	0,3
galena	0,2	0,1	<0,1	0,3	0,3
outros ²	0,3	0,2	0,2	0,4	0,5

Outros 1: cerianita, scheelita, apatita, monazita, zircão, óxidos de MnFe, torita, FeKSO, FeBa-AsO, calcita, pirita e galena. Outros 2: calcopirita, óxidos de ferro-cromo, Al-fosfatos e outros silicatos (TiKAlSiO, KCaMgAlSiO)

Gráfico 23 – Composição mineralógica (total +0,037 mm), amostra BTO e BTS

Considerando o intervalo acima de 0,037 mm, a amostra BTO é composta predominantemente por quartzo (51%), mica (17%), feldspatos (4%), outros silicatos (8%), óxidos de ferro (5%), pirita (10%), outros sulfetos (3%) e outros minerais (2%).

No mesmo intervalo, a amostra BTS é composta predominantemente por pirita (57%), calcopirita (18%), outros sulfetos (7%), quartzo (7%), mica (4%) e feldspatos (potássico e plagioclásio, 4%) também são presentes e outros minerais respondem por 3%.

Tabela 22 – Composição mineralógica (total +0,037 mm / fração granulométrica), BTO e BTS

Mineral	Minerais (% massa)				
	Total +0,037 mm	+0,21	-0,21+0,15	-0,15+0,074	-0,074+0,037
Amostra BTO					
% massa	58,1	20,6	10,2	10,9	10,5
quartzo	51	49	51	53	52
mica	17	20	16	14	15
clorita	4,7	3,8	4,2	4,2	7,5
turmalina	3,0	3,2	2,9	2,8	2,8
plagioclásio	2,9	2,9	2,5	2,9	3,3
K-feldspato	1,2	1,3	1,1	1,1	1,1
caulinita	0,5	0,5	0,3	0,7	0,7
grossulária	0,2	0,1	0,1	0,2	0,3
óxidos de ferro	5,6	5,7	5,7	5,5	5,2
ilmenorutilo	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
TiO ₂	0,3	0,2	0,4	0,4	0,4
pirita	9,6	10	11	11	6,7
As-BiS	1,0	0,6	1,1	1,4	1,0
galena	0,6	0,6	0,6	0,5	0,4
As-pirita	0,5	0,4	0,9	0,6	0,4
CuAsFeS	0,4	0,4	0,7	0,5	0,4
CuS	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
FeAsBiSO	0,4	0,2	0,2	0,3	1,1
FeKSO	0,2	0,2	0,1	0,2	0,3
Al-fosfatos	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1
apatita	0,1	0,1	0,1	0,1	0,3
UTiFe	0,2	0,1	0,2	0,4	0,3
torita	0,1	0,1	0,0	0,2	0,4
outros	0,6	0,5	0,8	0,6	0,7
Amostra BTS					
% massa	81,2	15,9	17,6	31,1	16,5
pirita	57	57	57	57	55
calcopirita	18	4,5	14	23	29
CuS	6,9	1,4	4,0	9,0	11
quartzo	6,8	16	10	3,4	1,0
mica	4,0	10	5,5	1,4	1,2
albita	3,9	7,0	4,1	3,5	1,4
FeCa-AlSiO	3,0	3,6	5,0	2,9	0,3
titanita	0,1	0,1	0,1	0,1	<0,1
pirrotita	0,1	0,1	<0,1	0,1	<0,1
molibdenita	0,1				0,2
apatita	0,1	0,0	0,2		0,1
outros	<0,1	0,1	<0,1		

Outros: calcopirita, cerianita, molibdenita, scheelita, torita, apatita, monazita, esfalerita, calcita e zircão

4.5 SUMÁRIO DOS RESULTADOS

O sumário dos resultados das análises granulométricas e separações minerais seguida das cianetações dos produtos obtidos são mostrados na Tabela 23 e na Tabela 24.

Tabela 23 – Sumário dos resultados da análise granulométrica seguida da separação mineral

Produtos/ amostra	Distribuição de massa e de ouro nos produtos							
	ATO		ATS		BTO		BTS	
	massa	Au	massa	Au	massa	Au	massa	Au
Flutuado (>0,037)	49,8	17,9	54,8	4,8	41,9	13,6	75,0	19,8
Afundados (>0,037)	6,9	43,3	20,1	91,4	10,3	50,8	6,2	33,2
Finos (<0,037)	43,3	38,8	25,1	3,8	47,8	35,5	18,8	46,9

Tabela 24 – Sumário dos resultados da cianetação

Produtos/ amostra	Teores (ppm) e distribuição de Au (%) nos produtos							
	ATO		ATS		BTO		BTS	
	(ppm)	%	(ppm)	%	(ppm)	%	(ppm)	%
<u>Flutuado (>0,037)</u>								
Solução	0,34	84,2	0,65	67,2	0,14	87,9	0,028	95,5
Resíduo	0,09	15,8	0,12	32,8	0,03	12,1	0,002	4,5
Total	0,60	100,0	1,10	100,0	0,24	100,0	0,044	100,0
<u>Afundado (>0,037)</u>								
Solução	6,47	93,0	16,1	19,9	1,92	79,2	0,383	64,2
Resíduo	0,73	7,0	33,3	80,1	0,76	20,8	0,320	35,8
Total	10,4	100,0	57,5	100,0	3,65	100,0	0,894	100,0
<u>Finos (<0,037)</u>								
Solução	0,96	96,3	0,76	92,4	0,34	91,8	0,240	86,7
Resíduo	0,06	3,7	0,78	7,6	0,05	8,2	0,055	13,3
Total	1,50	100,0	1,91	100,0	0,55	100,0	0,415	100,0
<u>Total</u>								
Solução	1,03	92,7	3,78	44,9	0,42	89,4	0,090	81,0
Resíduo	0,12	7,3	6,96	55,1	0,11	15,1	0,032	19,0
Total	1,67	100,0	12,6	100,0	0,74	100,0	0,167	100,0

A extração potencial obtida é estimada pela distribuição do ouro na solução resultante da etapa de cianetação. A amostra ATO apresenta maior recuperação com

92,7% seguida por BTO com 89,4%. A amostra BTS apresenta recuperação de 81,0% e a ATS com baixíssima recuperação de 44,9%.

Os produtos fluviados apresentam recuperações entre 67,2 e 95,5%. As menores recuperações estão relacionadas com a presença de ouro de baixíssimas granulações e/ ou incluso em silicatos.

Os produtos finos, abaixo de 0,037 mm, apresentam recuperações acima de 90%, com exceção da amostra BTS com recuperação de 86,7%. Apesar das inúmeras possibilidades de refratariedade, será de se esperar maiores recuperações visto que a liberação (acessibilidade) do ouro é maior.

Por fim, os produtos afundados, material com maiores complexidades mineralógicas apresentam recuperações bastante distintas. A amostra ATO apresenta recuperação de 93,0% enquanto a amostra ATS apresenta recuperação de apenas 19,9%. As demais amostras, BTO e BTS, apresentam respectivamente recuperações de 79,2 e 64,2%.

O sumário comparativo das associações do ouro é mostrado na Tabela 25 e o sumário da composição mineralógica está indicado na Tabela 26, ambos obtidos pelas rotinas de caracterização mineralógica por MEV/MLA.

Tabela 25 – Sumário comparativo da exposição e associações dos grãos de ouro

Amostras	Associações do Au (% perímetro de contato / total +0,037 mm)				
	Au exp	óxidos	silicatos	sulfetos	fosfatos
ATO	43	36	11	0,2	9,6
ATS	33		1,0	63	0,6
BTO	2,9	59	16	21	
BTS	19		10	70	

As amostras de alto teor (ATO e ATS) apresentam maiores exposições de ouro por perímetro (43 e 33%, respectivamente) enquanto a amostra BTO apresenta apenas 2,9%. As amostras ATS e BTS apresentam associação predominantemente com sulfetos enquanto ATO e BTO apresentam associações mais significativas com óxidos.

Tabela 26 – Sumário comparativo da composição mineralógica

Amostras	Composição mineralógica (total +0,037 mm)					
	quartzo	outros silicatos	óxidos	sulfetos	fosfatos	carbonatos
ATO	60	28	11	0,6	0,2	
ATS	69	17		3,1	0,3	10
BTO	51	30	6	13	0,2	0,1
BTS	6,8	11		82	0,1	

As amostras são compostas predominantemente por quartzo e demais silicatos, à exceção da BTS, composta em sua maioria por sulfetos. A amostra ATS apresenta 10% de carbonato (dolomita) e a amostra BTS é composta

O Gráfico 24 mostra comparativamente as distribuições granulométricas dos grãos de ouro (total +0,037 mm) para as quatro amostras.

Gráfico 24 – Distribuição do tamanho dos grãos de ouro

As amostras de alto teor (ATS e ATO) apresentam maior granulometria, com 40% do ouro ocorrendo acima de 50 µm.

Já a amostra BTO apresenta ocorrência do ouro abaixo de 20 µm e a amostra BTS, com granulometria do ouro bastante fina, apresenta a totalidade do ouro abaixo de 8 µm.

5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 REPRESENTATIVIDADE DAS AMOSTRAS

A abordagem de Gy (PITARD, 1993) neste trabalho foi aplicada para orientar a representatividade das alíquotas amostradas para a confecção das seções polidas para os estudos de mineralogia quantitativa.

O erro fundamental foi determinado em relação ao teor de ouro. Essa assunção é aceitável uma vez que o desvio relativo é pequeno para os minerais com ocorrências maiores (ordem de porcentagem) e maior para os minerais que ocorrem em pequenas quantidades (notadamente neste caso, o ouro). Este aumento (maior erro fundamental) obriga, necessariamente, sempre uma maior coleta de material (ou seja, maior massa) para representar a fase de menor teor. Ou seja, satisfazendo critério de representatividade para o ouro, garante-se a representatividade como um todo.

O procedimento de concentração por líquido denso permitiu a obtenção de um produto com menor massa e maior conteúdo de ouro e, nas granulometrias do procedimento (abaixo de 0,6 mm) torna a variância do erro fundamental dentro de valores aceitáveis.

A proporcionalidade do erro fundamental ao diâmetro das partículas também assegura menor massa para frações granulométricas mais finas, fato realizado nas preparações das seções. Conforme redução granulométrica, menor o número de seções polidas.

5.2 MINERALOGIA E EXTRAÇÃO DO OURO

A identificação da composição mineralógica e, principalmente, das associações do ouro são fundamentais para o direcionamento do processamento do minério. São apresentados comparativamente, por amostra, os resultados da extração de ouro por cianetação, a exposição e consequente acessibilidade dos grãos de ouro e as principais associações do ouro (Gráfico 25 ao Gráfico 28).

Gráfico 25 – Comparação de recuperação e acessibilidade 2D, sumário das associações, ATO

Para a amostra ATO, os resultados de extração potencial obtidos na cianetação maiores que 85% em todas as frações granulométricas, mesmo naquelas em que o sistema MLA identificou baixa exposição do ouro.

Verificando a ocorrência do ouro, predominam associações com óxidos de ferro e silicatos, minerais que notoriamente não apresentam comportamento deletério na cianetação como quando comparados com sulfetos.

Gráfico 26 – Comparação de recuperação e acessibilidade 2D, sumário das associações, ATS

Contrariamente à amostra anterior (ATO), a amostra ATS apresenta em todas as frações alto potencial de recuperação (alta acessibilidade), com quase a totalidade

dos grãos com o mínimo de exposição de forma a torná-lo recuperável. Entretanto, o observado na extração por cianeto, foram baixas recuperações, com ligeira queda nas frações menores.

Observando-se a mineralogia, há predominância na associação do ouro com sulfetos, principalmente pirita, mineral que notoriamente apresenta problemas no processamento.

Gráfico 27 – Comparação da recuperação e acessibilidade 2D, sumário das associações, BTO

Considerando as frações acima de 0,15 mm, apesar da baixa exposição do ouro (2 e 5%), o MLA quantificou extrações potenciais baixas, mas que, sob extração por cianetação, atingiram recuperações bem superiores. Observando as associações do ouro, estão predominantes com óxidos e silicatos.

As frações abaixo de 0,15 mm, pela baixa contagem de grãos de ouro não forneceu espaço amostral suficiente para estudos estatísticos. Os grãos encontrados associam-se a óxidos.

Gráfico 28 – Comparação da recuperação e acessibilidade 2D, sumário das associações, BTS

O MLA quantificou acessibilidades decrescente em direção aos finos, mesmo comportamento observado na recuperação por cianeto. Observando as associações do ouro, estas são predominantes com sulfetos.

5.3 CONSIDERAÇÕES PERTINENTES AO PROCESSAMENTO DO OURO

Considerando os resultados dos estudos de caracterização mineralógica como parâmetros iniciais indicativos para o desenvolvimento de rota de beneficiamento mineral ou mesmo diagnóstico de processamento existente, algumas considerações podem ser levantadas a luz dos resultados.

A distribuição da massa e do ouro nos produtos obtidos no procedimento experimental proposto é mostrado na Tabela 27.

Tabela 27 – Sumário da recuperação nos produtos das separações minerais e na amostra total

ALÍQUOTAS	Extração de Au (%)				Consumo NaCN (g/t)			
	ATO	ATS	BTO	BTS	ATO	ATS	BTO	BTS
Produtos*	92,7	44,9	89,4	81,0	---	---	---	---
Amostra total	91,8	88,8	85,3	94,8	1.267	3.280	1.263	2.432

Obs.: n.d. – consumo de cianeto não dosado (concentração inicial de 2.000 g/t)

A amostra ATO apresentou extrações altas de ouro (acima de 90%) nos produtos afundados e finos (-0,037 mm). Quando comparado com a recuperação

no processo efetuado na alíquota Tal Qual, obteve praticamente mesma recuperação, com consumo de cianeto menor.

Mesmo apresentando baixa acessibilidade nas frações de maior granulometria, a recuperação foi acima de 89%, nas frações acima de 0,15 mm. As associações predominantemente com óxidos e silicatos não acarretam efeitos prejudiciais, e a parcela de ouro não recuperada remanescente pode ser por ocorrência inclusa em partículas portadoras, fato confirmado pelo aumento da recuperação do ouro com aumento da cominuição da amostra.

A amostra ATS apresenta parcela expressiva do ouro associada à minerais densos (sulfetos). Apesar desta informação não ser garantia de eficiência em processos de separações densitárias, sugere-se avaliar a concentração densitária na carga circulante da moagem como modo de obtenção de produto com alto teor de ouro.

O produto afundado desta amostra (ATS) apresentou baixíssima recuperação do ouro na cianetação, mesmo com acessibilidade praticamente total do ouro. Observando a recuperação no ensaio Tal Qual, a recuperação foi dobrada pelo aumento na concentração de cianeto (64%).

Com estes resultados, e com o conhecimento de ocorrência de ouro em granulometria grossa (maior do que 50 μm) pode-se supor então a possibilidade de necessidade de aumento da quantidade de cianeto, ou maior tempo de residência do material no processo de cianetação. A análise do rejeito nota-se a parcela alta de ouro nos finos, podendo supor efeito deletério para algum constituinte do material.

A amostra BTO apresenta, nas frações consideradas, baixa exposição do ouro e conseqüente baixa acessibilidade, mas as recuperações obtidas são acima da estimada. Como ocorre ouro associado a sulfetos, associação de ocorrência de baixas recuperações, este fato pode explicar a distribuição de ouro no rejeito.

Comparando as recuperações obtidas no procedimento experimental com as alíquotas Tal Qual, observa-se menor recuperação na alíquota Tal Qual, mas com menor consumo de reagentes.

A amostra BTS apresentou na cianetação da alíquota Tal Qual maior extração, apesar do aumento no consumo de cianeto.

6 CONCLUSÕES

O procedimento de caracterização tecnológica de mineralizações auríferas estabelecido neste trabalho alia estudo mineralógico por análise automatizada de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) a procedimentos laboratoriais de extração hidrometalúrgica do ouro. Este método, aplicado a quatro amostras de regiões brasileiras distintas, mostrou que os resultados obtidos por MEV/MLA, se não analisados cuidadosamente e à luz da outra técnica proposta, pode levar a conclusões equivocadas sobre a determinação da recuperação potencial de ouro.

Uma das quatro amostras estudadas, minério sulfetado com maior teor de ouro (ATS), quando analisadas por MEV/MLA, apresentou alta porcentagem de ouro exposto (perímetro exposto), porém, quando submetida ao processo de cianetação, não apresentou recuperação condizente com sua exposição. Outras duas amostras (ATO e BTS) tiveram comportamento contrário: mostraram baixa proporção de exposição de ouro quando analisadas por MEV/MLA e suas recuperações, frente à cianetação, foram maiores do que esperadas pela exposição do ouro.

Dessa forma, fica claro que, apenas com a combinação dos dois procedimentos, um de análise mineralógica e outro laboratorial, de bancada, é possível obter visão global do comportamento do minério auríferos quando submetidos à processos de cianetação. A técnica MEV/MLA fornece um panorama da ocorrência mineralógica e associações do ouro, informação pertinente para direcionar o processamento.

A baixa extração observada na amostra sulfetada de alto teor (ATS) requer análise cuidadosa para diagnóstico do motivo. Necessita de estudo mais detalhado quanto a mineralogia da amostra, visto que a presença de alguns minerais pode acarretar efeitos deletérios baixando a extração do ouro. Além disso, pelos resultados da granulometria dos grãos de ouro, a presença de grãos acima de 0,50 μm , pode-se supor grãos grandes com baixa cinética de reação, necessitando de mais tempo e/ ou maior concentração de cianeto.

A assunção do comportamento das amostras ATO e BTS é que os resultados obtidos pela análise automatizada de imagens de MEV/EDS por MLA referem-se a duas dimensões, gerando dados de acessibilidade potencial inferiores à realidade

tridimensional (valores máximos de extração). Por isso, pode-se entender que os valores de recuperação do ouro por cianetação são maiores do que a proporção de ouro exposto no perímetro das partículas visto nos resultados das análises por MLA.

Adicionalmente, microfissuras nos minerais portadores de ouro e na ganga podem aumentar ainda mais a extração do ouro por cianetação, tais microfissuras não consideradas nas rotinas de análises de imagens.

A análise de imagens automatizada é uma técnica estatisticamente robusta, com emprego assegurado no diagnóstico de problemas recorrentes no processamento, bem como no estudo e conhecimento da variabilidade mineralógica presente no minério estudado. Permite a identificação da forma de ocorrência do ouro e dos possíveis minerais que podem ser consumidores de cianeto, informação importante quando da execução da cianetação e da estimativa de recuperação do ouro.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, F. F. M. et al. Brazilian structural provinces: an introduction. **Earth science reviews**, v. 17, p. 1–29, 1981.

BARBERY, G. **Mineral Liberation : Measurement, Simulation and Practical use in Mineral Processing**. Pennsylvania: Les Editions GB, 1991.

BHAPPU, R. P. Hydrometallurgical processing of precious metal ores. **Mineral processing and extractive metallurgy review**, v. 6, p. 67–80, 1996.

BRANDÃO, P. R. G. et al. **Caracterização mineralógica e tecnológica**. Belo Horizonte: [s.n.].

BRANDÃO, P. R. G. et al. Caracterização mineralógica e tecnológica. In: VALADÃO, G. E. S.; DE ARAÚJO, A. C. (Eds.). . **Introdução ao tratamento de minérios**. 1. ed. Belo Horizonte: UFMG, 2007b. p. 27–60.

BURT, R. O. **Gravity concentration technology**. Amsterdam: Elsevier, 1984. v. 5

CHAUVIN, W. J. **Quantitative energy dispersive X-ray microanalysis** Short Course in Applications of Electron Microscopy in the Earth Sciences Mineralogical Association of Canada, , 1985.

CHAVES, A. P.; CHAVES FILHO, R. C. **Teoria e prática do tratamento de minérios. Separação densitária**. São Paulo - SP: Oficina de textos, 2013.

CHRYSSOULIS, S. L.; CABRI, L. J. Significance of gold mineralogical balances in mineral processing. **Mineral processing and extractive metallurgy review**, v. section C, p. C1–C10, 1990.

CIMINELLI, V. S. T.; GOMES, Á. D. Princípios da cianetação. In: TRINDADE, R. DE B. E.; BARBOSA FILHO, O. (Eds.). . **Extração de ouro: princípios, tecnologia e meio ambiente**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2002. p. 51–86.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. 2. ed. Reading, MA: [s.n.].

DAMASCENO, E. C. **Disponibilidade, suprimento e demanda de minérios para metalurgia**. 1. ed. RIO DE JANEIRO: CETEM/MCT, 2006.

EVELIN, S. S. **Viabilização da recuperação de ouro de minério primário por lixiviação em pilha mediante o uso de britadores não convencionais.** [s.l.] São Paulo, 2000.

EWING, G. W. **Métodos instrumentais de análise química.** 1. ed. [s.l: s.n.]. v. 1

FANDRICH, R. et al. Modern SEM-based mineral liberation analysis. **International Journal of Mineral Processing**, v. 84, p. 310–320, 2007.

FORMOSO, M. L. L. Difractometria de raios-X. In: GOMES, C. B. (Ed.). . **Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia.** São Paulo: Blucher/Pró-Minério, 1984. p. 1–43.

FORTUNA, E. **Mercado financeiro - produtos e serviços.** 19. ed. [s.l.] Qualitymark, 2010.

FREITAS, L. R.; COSTA, R. S. Recuperação do ouro dissolvido. In: TRINDADE, R. B. E.; BARBOSA FILHO, O. (Eds.). . **Extração de ouro: princípios, tecnologia e meio ambiente.** 1. ed. RIO DE JANEIRO: CETEM/MCT, 2002. p. 95–133.

GAUDIN, A. M. **Principles of mineral dressing.** New York: MacGraw-Hill, 1932.

GOES, M. A. C.; LUZ, A. B.; POSSA, M. V. Amostragem. In: **Tratamento de Minérios.** RIO DE JANEIRO: CETEM-MCT, 2010. p. 965.

Gold placers - technical resource document. Extraction and beneficiation of ore and minerals. . Washington: [s.n.].

GOLDSTEIN, J. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists, and geologists.** 2 ed ed. New York: Plenum Press, 2003. v. 1

GOTTLIEB, P. et al. Using quantitative electron microscopy for process mineralogy applications. **Jom**, v. 52, n. 4, p. 24–25, 2000.

GRANATO, M. Metalurgia extrativa do ouro. **Tecnologia Mineral**, v. 37, p. 79, 1986.

GU, Y. Automated scanning electron microscope based liberation analysis. **Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering**, v. 2, p. 33–41, 2003.

HABASHI, F. **Kinetics and mechanism of gold and silver dissolution in cyanide solution** *Bulletin, Bureau of Mines and Geology* Butte, 1967.

HARRIS, D. C. The Mineralogy of gold and its relevance to gold recoveries. **Mineralium Deposita**, v. 25, n. 1, p. 3–7, 1990.

HEIDER, M.; ANDRADE, R. H. P. **Sumário mineral: ouro** DNPM. RIO DE JANEIRO: [s.n.].

HENLEY, K. J. Ore-dressing mineralogy—a review of techniques, applications and recent developments. **Spec. Publ. Geo. Soc. S. Afr**, v. 7, p. 175–200, 1983a.

HENLEY, K. J. **Ore dressing mineralogy - a review of techniques, applications and recent developments** Adelaide Spec Publ Geo Soc, , 1983b.

HENLEY, K. J. A review of recent developments in the process mineralogy of gold. **Extractive metallurgy of gold and base metals**, 1992.

HOUGH, R. M.; BUTT, C. R. M.; FISCHER-BÜHNER, J. The crystallography, metallography and composition of gold. **Elements**, v. 5, n. 5, p. 297–302, 2009.

JENKINS, R.; SNYDER, R. **Introduction to X-ray powder diffractometry**. [s.l.] John Wiley & Sons, , 1996. v. 138

JONES, M. P. **Applied mineralogy - a quantitative approach**. United States: Graham & Trotman, 1987.

KLUG, H. P.; ALEXANDER, L. E. **X ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials**. 2. ed. New York: John Willey, 1974.

KNELSON, B.; JONES, R. A new generation of Knelson concentrators. A total secure system goes on line. **Minerals Engineering**, v. 7, p. 201–207, 1994.

KOJONEN, K.; JOHANSON, B. Determination of refractory gold distribution by microanalysis, diagnostic leaching and image analysis. **Mineralogy and petrology**, v. 7, p. 201–207, 1994.

LA BROOY, S. R.; LINGE, H. G.; WALKER, G. S. Review of gold extraction

from ores. **Minerals Engineering**, v. 7, n. 10, p. 1213–1241, 1994.

LEÃO, V. A.; COSTA, R. S.; CIMINELLI, V. S. T. **Cyanide recycling using ion exchange resins. Application to the treatment of gold copper ores**XVI International mineral processing congress. **Anais...**2000

LORENZEN, L. Some guidelines to the design of a diagnostic leaching experiment. **Minerals Engineering**, v. 8, n. 3, p. 247–256, 1995.

MONTE, M. B. M.; LINS, F. A. F. Flotação de ouro. In: **Teoria e prática do tratamento de minérios**. São Paulo: [s.n.]. p. 123–155.

MONTE, M. B. M.; LINS, F. A. F. Flotação de ouro. In: CHAVES, A. P. (Ed.). . **Teoria e prática do tratamento de minérios**. São Paulo: Signus, 2006. v. 4p. 123–155.

NARDI, R. P. **Análise crítica do desenvolvimento de processos de cianetação em tanques agitados**. [s.l.] Universidade de São Paulo, 2000.

NEUMAN, R.; SCHNEIDER, C. L.; NETO, A. A. Caracterização tecnológica de minérios. In: SAMPAIO, J. A. (Ed.). . **Tratamento de Minérios**. 4°. ed. [s.l.] CETEM, 2004. p. 55–109.

NICOL, M. J.; FLEMING, C. A.; PAUL, R. L. The Chemistry of the Extraction of Gold. In: STANLEY, G. G. (Ed.). . **The extractive metallurgy of gold in South Africa**. 1. ed. Johannesburg: The South Africa Institute of Mining and Metallurgy, 1987. p. 831–905.

OKAMOTO, H.; MASSALSKI, T. B. The Au-Hg (Gold-Mercury) system. **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 10, n. 1, p. 50–58, 1989.

OLIVEIRA, M. L. M.; AQUINO, J. A. Amostragem. In: **Tratamento de minérios: práticas laboratoriais**. [s.l.] CETEM-MCT, 2007. p. 3–36.

PATERSON, C. J. Ore depositis of gold and silver. **Mineral processing and extractive metallurgy review**, p. 43–66, 1990.

PERES, A. E. C. et al. Beneficiamento de minérios de ouro. In: TRINDADE, R. B. E.; BARBOSA FILHO, O. (Eds.). . **Extração de ouro: princípios, tecnologia e meio ambiente**. 1. ed. RIO DE JANEIRO: CETEM/MCT, 2002. p. 15–50.

PETRUK, W. **Short Course on Image Analysis Applied to Mineral and Earth Sciences**. Ottawa: Mineral Association of Canada, 1989.

PETRUK, W. **Measurements of mineral liberation in connection with mineral beneficiation** **Process Mineralogy IX** The Minerals, Metals & Materials Society, , 1990.

PETRUK, W. **Applied mineralogy in the mining industry**. 1. ed. Ottawa: Elsevier Science Publishers B.V., 2000a.

PETRUK, W. **Applied Mineralogy in the Mining Industry**. 1. ed. [s.l.] Elsevier Science, 2000b.

PITARD, F. F. **Pierre Gy's sampling theory and sampling practice: heterogeneity, sampling correctness, and statistical process control**. [s.l.] CRC Press, 1993.

PORPHÍRIO, N. H.; BARBOSA, M. I. M.; BERTOLINO, L. C. Parte I - Caracterização tecnológica de minérios. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. (Eds.). . **Tratamento de Minérios**. 4a edição ed. RIO DE JANEIRO: CETEM, 2004.

PORTO, C. G.; PALERMO, N.; PIRES, F. R. M. Panorama da exploração e produção de ouro no Brasil. In: TRINDADE, R. DE B. E.; BARBOSA FILHO, O. (Eds.). . **Extração de ouro: princípios, tecnologia e meio ambiente**. 1. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2001. p. 1–23.

RUSS, J. C. **Practical stereology**. [s.l.] Plenum, 1986.

RUSS, J. C. **The image-processing handbook**. 6. ed. Raleigh: CRC Press, 2011.

SAMPAIO, C. H.; TAVARES, L. M. M. **BENEFICIAMENTO GRAVIMÉTRICO - Uma introdução aos processos de concentração mineral e reciclagem de materiais por densidade**. PORTO ALEGRE: EDITORA DA UFRGS, 2005.

SANT'AGOSTINO, L. M. **Caracterização tecnológica de um depósito mineral - Um estudo de caso: O nióbio de Catalão I, Goiás**. São Paulo: Universidade de São Paulo - USP, 1996.

SANT'AGOSTINO, L. M.; KAHN, H. **Metodologia para Caracterização Tecnológica de Matérias Primas Minerais**. São Paulo: Universidade de São Paulo, 1997.

SCHNEIDER, C. L. et al. Improved transformation technique for the prediction of liberation by a random fracture model. **Powder Technology**, v. 67, n. 1, p. 103–111, 1991.

SILVA, C. R. L.; LUIZ, S. **Economia e mercados**. 15. ed. São Paulo: Ed. Saraiva, 2010.

SOBRAL, L. G.; GRANATO, M. **Dosagem de ouro**. [s.l: s.n.].

SPENCER, S.; SUTHERLAND, D. Stereological correction of mineral liberation grade distributions estimated by single sectioning of particles. **Image Anal Stereol**, v. 19, p. 175–182, 2000.

Supply and demand of gold. Disponível em: <<http://www.gold.org/supply-and-demand>>. Acesso em: 1 ago. 2015.

SUSZCZYNSKI, É. F. **Os recursos minerais reais e potenciais do Brasil e sua metalogenia**. 1. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 1975.

SUTHERLAND, D. N.; GOTTLIEB, P. Application of automated quantitative mineralogy in mineral processing. **Minerals Engineering**, v. 4, n. 7-11, p. 753–762, 1991.

TAGGART, A. F. **Handbook of mineral dressing**. New York: John Wiley & Sons, 1944. v. 1

TASSINARI, M. M. M. L. **Caracterização tecnológica de minérios auríferos: um estudo de caso, o minério da jazida de Salamonge, AP**. [s.l.] Universidade de São Paulo, 1996.

TORRES, V. M. **Diagnóstico de lixiviação para minérios de ouro**. [s.l.] Universidade de São Paulo, 1996.

ULIANA, D. **Análises mineralógicas quantitativas bi e tridimensionais na caracterização de minérios de ferro**. [s.l.] Universidade de São Paulo, 2014.

VAUGHAN, J. P. The process mineralogy of gold: The classification of ore

types. **Jom**, v. 56, n. 7, p. 46–48, 2004.

VILLARREAL, R. **A contra-revolução monetarista**. [s.l.] Record, 1984.

XAVIER, R. P. Principais domínios metalogenéticos do ouro: representatividade no tempo geológico, sua distribuição espacial e importância econômica. **Revista IG**, v. 6, p. 69–90, 1985.

YANNOPOULOS, J. **The extractive metallurgy of gold**. Nova York: Van Norstrand, 1991.

APÊNDICE A – Difratomogramas das amostras estudadas

Gráfico 29 – Difrátograma da amostra ATO

Gráfico 30 – Difrátograma da amostra ATS

APÊNDICE B – Resultados da extração hidrometalúrgica do ouro

Tabela 28 – Cianetação dos produtos leves da separação mineral e do produto passante em 0,037 mm, amostras ATO e ATS

Fração (mm) Produto	Teor de Au (ppm)		Distrib. no ensaio (%)		Distrib. na amostra (%)	
	ATO	ATS	ATO	ATS	ATO	ATS
-0,30+0,21						
Solução	0,32	0,93	82,3	91,5	4,1	2,1
Resíduo	0,10	0,13	17,7	8,5	0,9	0,2
Total calculado	0,58	1,53	100,0	100,0	5,0	2,3
-0,21+0,15						
Solução	0,29	0,64	81,0	91,4	2,8	1,0
Resíduo	0,10	0,09	19,0	8,6	0,6	0,1
Total calculado	0,53	1,05	100,0	100,0	3,4	1,1
-0,15+0,074						
Solução	0,35	0,57	83,8	86,8	4,4	1,1
Resíduo	0,10	0,13	16,2	13,2	0,8	0,2
Total calculado	0,62	0,99	100,0	100,0	5,2	1,2
-0,074+0,037						
Solução	0,41	0,12	89,7	66,7	3,8	0,1
Resíduo	0,07	0,09	10,3	33,3	0,4	0,0
Total calculado	0,68	0,27	100,0	100,0	4,2	0,1
Total +0,037						
Solução	0,34	0,65	84,2	89,5	15,1	4,3
Resíduo	0,09	0,12	15,8	10,5	2,8	0,5
Total calculado	0,60	1,10	100,0	100,0	17,9	4,8
-0,037						
Solução	0,96	0,76	96,3	59,4	37,3	2,3
Resíduo	0,06	0,78	3,7	40,6	1,4	1,5
Total calculado	1,50	1,91	100,0	100,0	38,8	3,8

Tabela 29 – Cianetação dos produtos leves da separação mineral e do produto passante em 0,037 mm, amostra BTO e BTS

Fração (mm) Produto	Teor de Au (ppm)		Distrib. no ensaio (%)		Distrib. na amostra (%)	
	BTO	BTS	BTO	BTS	BTO	BTS
-0,30+0,21						
Solução	0,02	0,01	35,8	88,2	0,5	1,4
Resíduo	0,04	0,00	64,2	11,8	1,0	0,2
Total calculado	0,07	0,02	100,0	100,0	1,5	1,5
-0,21+0,15						
Solução	0,01	0,03	27,8	95,7	0,1	4,4
Resíduo	0,04	0,00	72,2	4,3	0,4	0,2
Total calculado	0,05	0,05	100,0	100,0	0,5	4,6
-0,15+0,074						
Solução	0,25	0,03	96,1	95,7	4,2	7,7
Resíduo	0,02	0,00	3,9	4,3	0,2	0,3
Total calculado	0,38	0,05	100,0	100,0	4,4	8,1
-0,074+0,037						
Solução	0,39	0,04	98,3	96,8	7,1	5,4
Resíduo	0,01	0,00	1,7	3,2	0,1	0,2
Total calculado	0,60	0,06	100,0	100,0	7,2	5,6
Total +0,037						
Solução	0,14	0,03	87,9	95,5	12,0	18,9
Resíduo	0,03	0,00	12,1	4,5	1,7	0,9
Total calculado	0,24	0,04	100,0	100,0	13,6	19,8
-0,037						
Solução	0,34	0,24	91,8	86,7	32,6	40,7
Resíduo	0,05	0,06	8,2	13,3	2,9	6,2
Total calculado	0,55	0,42	100,0	100,0	35,5	46,9

Tabela 30 – Cianetação dos produtos pesados da separação mineral, amostra ATO e ATS

Fração (mm) Produto	Teor de Au (ppm)		Distrib. no ensaio (%)		Distrib. na amostra (%)	
	ATO	ATS	ATO	ATS	ATO	ATS
-0,30+0,21						
Solução	6,62	15,83	91,5	32,8	12,8	11,6
Resíduo	0,94	48,55	8,5	67,2	1,2	23,7
Total calculado	10,85	72,30	100,0	100,0	14,0	35,3
-0,21+0,15						
Solução	4,54	17,66	88,8	51,1	5,7	10,0
Resíduo	0,86	25,36	11,2	48,9	0,7	9,6
Total calculado	7,67	51,85	100,0	100,0	6,4	19,6
-0,15+0,074						
Solução	7,23	18,06	94,2	47,4	12,3	13,5
Resíduo	0,67	30,10	5,8	52,6	0,8	15,1
Total calculado	11,52	57,19	100,0	100,0	13,1	28,6
-0,074+0,037						
Solução	7,08	9,54	96,2	40,5	9,5	3,2
Resíduo	0,42	21,05	3,8	59,5	0,4	4,7
Total calculado	11,04	35,36	100,0	100,0	9,9	7,9
Total +0,037						
Solução	6,47	16,08	93,0	42,0	40,3	38,4
Resíduo	0,73	33,36	7,0	58,0	3,0	53,1
Total calculado	10,44	57,48	100,0	100,0	43,3	91,4

Tabela 31 – Cianetação dos produtos pesados da separação mineral, amostra BTO e BTS

Fração (mm) Produto	Teor de Au (ppm)		Distrib. no ensaio (%)		Distrib. na amostra (%)	
	BTO	BTS	BTO	BTS	BTO	BTS
-0,30+0,21						
Solução	1,24	0,35	58,3	75,1	10,0	2,7
Resíduo	1,43	0,17	41,7	24,9	7,2	0,9
Total calculado	3,11	0,70	100,0	100,0	17,2	3,5
-0,21+0,15						
Solução	2,04	0,38	82,7	72,1	9,1	4,7
Resíduo	0,64	0,22	17,3	27,9	1,9	1,8
Total calculado	3,70	0,79	100,0	100,0	11,0	6,5
-0,15+0,074						
Solução	2,55	0,22	90,7	40,8	12,7	5,0
Resíduo	0,39	0,48	9,3	59,2	1,3	7,3
Total calculado	4,22	0,81	100,0	100,0	14,0	12,3
-0,074+0,037						
Solução	2,64	0,68	97,5	82,4	8,4	8,9
Resíduo	0,10	0,22	2,5	17,6	0,2	1,9
Total calculado	4,06	1,24	100,0	100,0	8,6	10,8
Total +0,037						
Solução	1,92	0,38	79,2	64,2	40,2	21,3
Resíduo	0,76	0,32	20,8	35,8	10,6	11,9
Total calculado	3,65	0,89	100,0	100,0	50,8	33,2

APÊNDICE C – Imagens de grãos de ouro identificados (MLA e BSE)

Figura 20 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATO -0,60+0,21 mm

Figura 21 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATO -0,21+0,15 mm

Figura 22 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATO -0,15+0,074 mm

Figura 23 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATO -0,074+0,037 mm

Au		As-BiS		galena
UTiFe		cerianita		oxidos-Fe
psilomelano		ilmenorutilo		quartzo
mica		caulinita		clorita
grossularia		monazita		Al-fosfatos
Outros				

Figura 24 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATS -0,60+0,21 mm

Figura 25 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATS -0,21+0,15 mm

Figura 26 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATS -0,15+0,074 mm

Figura 27 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, ATS -0,074+0,037 mm

Figura 28 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, BTO -0,60+0,21 mm

Figura 29 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, BTO -0,21+0,15 mm

Figura 30 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, BTO -0,15+0,074 mm

Figura 31 – Imagens do grão identificado, BTO -0,074+0,037 mm

Au		As-BiS		Cu
CuS		FeAsBiSO		scheelita
oxidos-Fe		quartzo		zircao
Al-fosfatos		FeKSO		Outros

Figura 32 – Algumas imagens dos grãos de ouro identificados, BTS -0,60+0,21

Figura 33 – Algumas imagens de grãos de ouro identificados, BTS -0,21+0,15 mm

Figura 34 – Algumas imagens de grãos de ouro identificados, BTS -0,15+0,074 mm

Figura 35 – Algumas imagens de grãos de ouro identificados, BTS -0,074+0,037 mm