

HENRIQUE KAHN

CARACTERIZAÇÃO E DESENVOLVIMENTO DE
PROCESSO DE BENEFICIAMENTO DO MINÉRIO
PRIMÁRIO DE PITINGA, AM - CRIOLITA, ESTANHO,
ZIRCÔNIO, NIÓBIO, ÍTRIO E TERRAS RARAS

Tese apresentada à Escola
Politécnica da USP para a
obtenção do título de
Doutor em Ciências de
Engenharia

São Paulo, 1991

HENRIQUE KAHN

Geólogo, Instituto de Geociências da USP, 1977
Mestre em Geologia, Instituto de Geociências da USP, 1988

CARACTERIZAÇÃO E DESENVOLVIMENTO DE
PROCESSO DE BENEFICIAMENTO DO MINÉRIO
PRIMÁRIO DE PITINGA, AM - CRIOLITA, ESTANHO,
ZIRCÔNIO, NIÓBIO, ÍTRIO E TERRAS RARAS

Orientador: Prof. Dr. Arthur Pinto Chaves

Tese apresentada à Escola
Politécnica da USP para a
obtenção do título de
Doutor em Ciências de
Engenharia

São Paulo, 1991

INDICE

	página
RESUMO.....	xvi
ABSTRACT.....	xviii
AGRADECIMENTOS.....	xx
NOTAS SOBRE A REDAÇÃO.....	xxii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. INFORMAÇÕES SOBRE A GEOLOGIA DA MINA DE PITINGA, AM.....	4
2.1. Introdução.....	4
2.2. Granito Madeira.....	5
2.3. Granito Água Boa.....	8
2.4. Mineralizações Associadas ao Granito Madeira.....	13
2.4.1. Depósitos Aluvionares.....	14
2.4.2. Coberturas Colúvio-Eluvionares.....	16
2.4.3. "Granito Cinza".....	16
2.4.4. "Granito Vermelho".....	17
2.4.5. "Veios" de Criolita.....	17
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
3.1. Cassiterita e Minerais Pesados Associados.....	18
3.1.1. Depósitos Aluvionares.....	19
3.1.2. Mineralizações Primárias.....	23
3.1.3. Métodos de Beneficiamento Adotados em Pitinga, AM.....	25
3.2. Criolita.....	31
3.2.1. Introdução.....	31
3.2.2. Concentração de Criolita.....	36

3.2.3. Beneficiamento da Criolita de Ivigtut.....	37
4. AMOSTRAS ESTUDADAS.....	42
5. CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA "GRANITO CINZA 1".....	46
5.1. Metodologia Adotada.....	46
5.2. Resultados de Análise Granulométrica e Química por Fração.....	48
5.3. Composição Mineralógica e Grau de Liberação.....	50
5.3.1. Cassiterita.....	57
5.3.2. Zirconita.....	57
5.3.3. Minerais Portadores de Nióbio.....	59
5.3.4. Xenotima.....	59
5.3.5. Fluoretos.....	60
5.3.6. Silicatos.....	61
5.3.7. Sulfetos e Outros Óxidos.....	62
5.4. Conclusões e Indicações de Alternativas de Beneficiamento.....	63
6. CARACTERÍSTICAS DAS DEMAIS AMOSTRAS ESTUDADAS.....	65
6.1. Composição Mineralógica Estimada.....	65
6.2. Determinação de Índice de Moabilidade (WI).....	67
7. CONCENTRAÇÃO DOS MINERAIS PESADOS.....	68
7.1. Estudos com Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos".....	68
7.1.1. Metodologia Adotada.....	68
7.1.2. Concentração Densitária.....	71
7.1.3. Separação Eletrostática.....	77

7.1.4. Separação Magnética.....	85
7.1.5. Características dos Produtos Finais Obtidos..	89
7.2. Ensaio Complementares em Escala Semi-contínua com a Amostra "Granito Cinza 2".....	91
7.2.1. Metodologia Adotada.....	91
7.2.2. Concentração Densitária.....	95
7.2.3. Ensaio Exploratórios para Recuperação de Ouro.....	102
8. CONCENTRAÇÃO DE CRIOLITA.....	104
8.1. Metodologia Adotada.....	104
8.1.1. Preparação da Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos".....	106
8.1.2. Preparação da Amostra "Granito Cinza 2".....	107
8.1.3. Solubilização da Criolita.....	109
8.1.4. Procedimentos Adotados para os Ensaio de Flotação.....	114
8.1.5. Sequência de Realização dos Ensaio.....	120
8.1.6. Critérios para Apresentação e Avaliação de Resultados.....	122
8.2. Ensaio de Flotação Aniônica com a Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos".....	125
8.2.1. Sumário dos Ensaio Realizados.....	125
8.2.2. Conclusões e Considerações Gerais Sobre os Ensaio Exploratórios de Flotação Aniônica...	127
8.3. Ensaio Sistemáticos de Flotação Aniônica com a Amostra "Granito Cinza 2".....	130
8.3.1. Variação de pH e Forma de Adição do Coletor..	130
8.3.2. Influência da Temperatura.....	131
8.3.3. Influência da Porcentagem de Sólidos.....	132

8.3.4. Ensaio com Variação da Dosagem de NaF.....	133
8.3.5. Pesquisa de Modificadores.....	133
8.3.6. Ensaio com Variação dos Níveis de Dosagem de Fluossilicato de Sódio Paralelamente ao Emprego de Diferentes Variedades de "Tall Oil".....	136
8.3.7. Misturas de "Tall Oil" com Outros Reagentes..	137
8.3.8. Conclusões sobre os Ensaio de Flotação Estagiada.....	137
8.3.9. Ensaio com Estágios "Cleaner".....	139
8.4. Ensaio de Flotação Catiônica.....	144
8.4.1. Ensaio Iniciais.....	144
8.4.2. Ensaio com Estágios "Cleaner" e Recirculação de Massas.....	146
8.4.3. Considerações e Conclusões sobre os Ensaio de Flotação Catiônica.....	150
8.5. Ensaio de Flotação Aniônica com Sulfonato de Petróleo.....	151
8.5.1. Ensaio de Flotação Estagiada.....	151
8.5.2. Ensaio com Estágios "Cleaner".....	153
8.5.3. Ensaio com Estágios "Cleaner" e Recirculação de Massas.....	155
8.5.4. Conclusões sobre os Ensaio de Flotação Aniônica com Sulfonato de Petróleo.....	157
8.6. Estudo de Alternativas de Cominuição do Minério.....	157
8.6.1. Ensaio de Flotação Estagiada.....	159
8.6.2. Ensaio com Três Etapas de Flotação.....	159
8.6.3. Conclusões sobre a Alternativa de Cominuição Mais Grosseira (menos 0,297 mm).....	160
8.7. Caracterização dos Concentrados Obtidos.....	162

8.8. Ensaio para a Redução dos Teores de Ferro.....	164
8.8.1. Separação Magnética de Alta Intensidade Via Úmida.....	164
8.8.2. Ensaio de Lixiviação Clorídrica.....	166
8.9. Conclusões e Considerações.....	167
9. CONCLUSÕES.....	169
9.1. Concentração dos Minerais Pesados.....	170
9.2. Concentração de Criolita.....	172
10. PROPOSIÇÃO DE CIRCUITO PARA ENSAIOS EM ESCALA PILOTO....	175
9.1. Concentração dos Minerais Pesados.....	175
9.2. Concentração de Criolita.....	180
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	185
APÊNDICE.....	197

ÍNDICE DE FIGURAS

	página
FIGURA 1 - Mapa geológico da região de Pitinga, AM.....	6
FIGURA 2 - Mapa de distribuição dos depósitos primários e secundários associados aos Granitos Madeira e Água Boa.....	15
FIGURA 3 - Fluxograma genérico da concentração primária de cassiterita.....	20
FIGURA 4 - Fluxograma genérico da concentração secundária de cassiterita.....	21
FIGURA 5 - Fluxograma geral da concentração primária ("PL") do minério coluvionar do Granito Madeira.....	27
FIGURA 6 - Fluxograma de beneficiamento a seco dos "middlings" da reconcentradora de Pitinga.....	30
FIGURA 7 - Estrutura molecular da criolita.....	32
FIGURA 8 - Localização das ocorrências conhecidas de criolita.....	33
FIGURA 9 - Fluxograma da concentração de criolita em Copenhague.....	38
FIGURA 10 - Localização dos furos de sondagens considerados na composição das amostras estudadas.....	44
FIGURA 11 - Procedimento experimental adotado na caracterização da amostra "Granito Cinza 1"..	47
FIGURA 12 - Amostra "Granitos Cinza e Vermelho" - esquema de procedimento experimental.....	69
FIGURA 13 - Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" - fluxograma dos ensaios de concentração densitária.....	76

FIGURA 14	- Esquema de procedimento experimental dos ensaios de separação eletrostática.....	78
FIGURA 15	- Amostra "Granito Cinza 2" - esquema de procedimento experimental.....	93
FIGURA 16	- Amostra "Granito Cinza 2" - fluxograma dos ensaios de concentração densitária.....	95
FIGURA 17	- Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" - esquema de preparação dos rejeitos densitários para os ensaios descontínuos de flotação.....	106
FIGURA 18	- Amostra "Granito Cinza 2" - sumário do balanço do flúor nas etapas de concentração densitária e de deslamagem.....	111
FIGURA 19	- Solubilidade de criolita em soluções aquosas de sais de alumínio e ferro.....	113
FIGURA 20	- Correlação entre teores dosados de F e SiO ₂	124
FIGURA 21	- Amostra "Granito Cinza 2" - teores de flúor versus recuperação de flúor para os modificadores mais seletivos.....	135
FIGURA 22	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de flúor versus recuperação de flúor nos ensaios com estágios "cleaner".....	143
FIGURA 23	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de flúor versus recuperação de flúor nos ensaios iniciais de flotação catiônica.....	145
FIGURA 24	- Esquema de recirculação de massas adotado nos ensaios de flotação catiônica.....	147
FIGURA 25	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de flúor versus recuperação de flúor nos ensaios de flotação catiônica com recirculação de massas.....	148

FIGURA 26	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de cálcio versus recuperação de flúor nos ensaios de flotação catiônica.....	149
FIGURA 27	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de sílica versus recuperação de flúor nos ensaios de flotação catiônica.....	149
FIGURA 28	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de cálcio versus recuperação de flúor nos ensaios de flotação estagiada com sulfonato de petróleo....	152
FIGURA 29	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de sílica versus recuperação de flúor nos ensaios de flotação estagiada com sulfonato de petróleo....	152
FIGURA 30	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de cálcio versus recuperação de flúor nos ensaios de flotação com sulfonato de de petróleo e estágios "cleaner".....	154
FIGURA 31	- Amostra "Granito Cinza 2" - teor de sílica versus recuperação de flúor nos ensaios de flotação com sulfonato de petróleo e estágios "cleaner".....	154
FIGURA 32	- Esquema de recirculação de massas adotado no ensaio de flotação aniônica com sulfonato de petróleo.....	156
FIGURA 33	- Amostra "Granito Cinza 2" - alternativa de cominuição do minério a menos 0,297 mm, teores de F, Ca e SiO ₂ versus recuperação de flúor.....	161
FIGURA 34	- Alternativas de cominuição a serem estudadas....	176
FIGURA 35	- Proposição de circuito para a concentração dos minerais pesados.....	177

FIGURA 36 - Proposição de circuito para a concentração de
criolita..... 181

ÍNDICE DE TABELAS

	página
TABELA 1 - Composição química das amostras estudadas.....	45
TABELA 2 - Amostra "Granito Cinza 1" - análise granulométrica e química por faixa.....	49
TABELA 3 - Amostra "Granito Cinza 1" - composição mineralógica estimada.....	50
TABELA 4 - Amostra "Granito Cinza 1" - estimativa do grau de liberação.....	51
TABELA 5 - Composição de concentrados purificados de zirconita e xenotima.....	58
TABELA 6 - Análises de microsonda em algumas espécies de silicatos.....	61
TABELA 7 - Amostra "Granito Cinza 1" - teores e grau de liberação dos minerais úteis.....	63
TABELA 8 - Composição mineralógica estimada.....	66
TABELA 9 - Partição estimada do flúor	66
TABELA 10 - Amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" - análises granulométricas e químicas por faixa dos produtos do ensaio "rougner" em espiral.....	73
TABELA 11 - Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" teores e recuperações para o concentrado de pesados.....	75
TABELA 12 - Amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" - análises granulométricas e químicas por faixa dos concentrados de pesados.....	81
TABELA 13 - Amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" - separação em meio denso dos concentrados de pesados.....	82

TABELA	14	- Amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" - ensaios de separação eletrostática com o concentrado de pesados cominuído a - 0,297 mm...	83
TABELA	15	- Sumário comparativo dos ensaios de separação eletrostática.....	84
TABELA	16	- Condições operacionais adotadas na separação magnética em Frantz.....	86
TABELA	17	- Amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" - separação magnética dos produtos finais da separação eletrostática.....	87
TABELA	18	- Amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" - teores e recuperações dos produtos finais.....	90
TABELA	19	- Amostra "Granito Cinza 2" - ensaios de concentração densitária.....	97
TABELA	20	- Amostra "Granito Cinza 2" - análises granulométricas e químicas por faixa dos produtos do ensaio "rougher"+"scavenger" em espirais.....	98
TABELA	21	- Amostra "Granito Cinza 2" - teores e recuperações para os concentrados de pesados....	100
TABELA	22	- Amostra "Granito Cinza 2" - composição dos concentrados de mesa vibratória.....	101
TABELA	23	- Amostra "Granito Cinza 2" - teores de ouro nos concentrados de pesados e ensaios de cianetação em tanque agitado.....	103
TABELA	24	- Teores de flúor e de criolita nos rejeitos da concentração densitária.....	105
TABELA	25	- Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" - deslamagem dos rejeitos densitários.....	108

TABELA	26	- Amostra "Granito Cinza 2" - deslamagem dos rejeitos densitários.....	108
TABELA	27	- Condições adotadas nas etapas de condicionamento e flotação.....	120
TABELA	28	- Sequência dos ensaios descontínuos de flotação..	121
TABELA	29	- Teores médios calculados de flúor nas alimentações dos ensaios de flotação.....	122
TABELA	30	- Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" - sumário dos melhores resultados dos ensaios de flotação.....	128
TABELA	31	- Amostra "Granito Cinza 2" - melhores resultados dos ensaios de flotação aniônica estagiada.....	138
TABELA	32	- Amostra "Granito Cinza 2" - principais características dos concentrados "rougher".....	140
TABELA	33	- Amostra "Granito Cinza 2" - sumário dos resultados de caracterização do concentrado "rougher", ensaio 102.....	141
TABELA	34	- Amostra "Granito Cinza 2" - principais características da alimentação e concentrado do ensaio de flotação com sulfonato de petróleo e recirculação de massas.....	155
TABELA	35	- Deslamagem do minério cominuído a menos 0,297 mm	158
TABELA	36	- Amostra "Granito Cinza 2" - principais características dos concentrados obtidos nas três etapas de flotação.....	160
TABELA	37	- Análise granulométrica e química por fração do concentrado de criolita do ensaio 113A.....	162
TABELA	38	- Características dos concentrados de flotação comparadas às especificações de mercado.....	163

TABELA 39 - Separação magnética de alta intensidade via úmida dos concentrados de criolita.....	166
TABELA 40 - Características dos resíduos de lixiviação comparadas às especificações de mercado.....	167
TABELA 41 - Amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" - principais características dos produtos obtidos.	171
TABELA 42 - Amostra "Granito Cinza 2" - principais características dos pré-concentrados de pesados.	171
TABELA 43 - Principais características dos produtos obtidos nas várias etapas de concentração da criolita...	174

INDICE DE FOTOMICROGRAFIAS

	página
FOTOMICROGRAFIA n 1 - Granito Cinza com criolita intersticial.....	9
FOTOMICROGRAFIA n 2 - Granito Cinza com thomsenolita-pachnolita intersticial.....	9
FOTOMICROGRAFIA n 3 - Granito Cinza. Criolita intersticial ao quartzo, feldspato e mica.....	10
FOTOMICROGRAFIA n 4 - Granito Cinza com thomsenolita-pachnolita.....	10
FOTOMICROGRAFIA n 5 - Graões de zirconita zonados com óxidos de ferro nas bordas; "pirocloro" envolto por criolita e criolita intersticial.....	11
FOTOMICROGRAFIA n 6 - Cassiterita com criolita associada, em massa de silicatos.....	11
FOTOMICROGRAFIA n 7 - Zirconita com bordas apresentando zoneamento e inclusões de óxidos de ferro.....	12
FOTOMICROGRAFIA n 8 - "Pirocloro" com auréola de fluoretos e zirconita zonada, com bordas apresentando inclusões de óxidos de ferro; criolita intersticial e nas bordas da zirconita.....	12
FOTOMICROGRAFIA n 9 - Cassiterita com microinclusões de silicatos e de columbita-tantalita ao lado de zirconita e torita.....	52
FOTOMICROGRAFIA n 10 - Idem fotomicrografia nº 10.....	52
FOTOMICROGRAFIA n 11 - Agregado intercrescido de columbita-tantalita com pirocloro, ao lado de grãos de oxi-hidróxidos de ferro.....	53
FOTOMICROGRAFIA n 12 - Idem fotomicrografia nº 11.....	53

FOTOMICROGRAFIA n 13 - Grão misto de "niobato" com feldspato. "Niobato" mostrando zoneamento, núcleo de pirocloro com auréola de columbita-tantalita.....	54
FOTOMICROGRAFIA n 14 - Idem fotomicrografia nº 13.....	54
FOTOMICROGRAFIA n 15 - Grãos mistos de zirconita e cassiterita com silicatos.....	55
FOTOMICROGRAFIA n 16 - Grãos de zirconita com zoneamento nas bordas e inclusões de natureza diversa.....	55
FOTOMICROGRAFIA n 17 - Grão de zirconita apresentando bordas com feições de zoneamento, além de inclusões de opacos.....	56
FOTOMICROGRAFIA n 18 - Agregado de titano-magnetita intercrescido com silicatos. Ilmenita como ex-solução e nas bordas da magnetita.....	56

RESUMO

Os estudos visando o aproveitamento dos minerais de interesse econômico associados ao Granito Madeira, Pitinga, AM, foram subdivididos em três etapas.

A primeira etapa compreendeu a realização de estudos de caracterização tecnológica, com um detalhado estudo mineralógico enfocando a forma de ocorrência e granulometria de liberação dos minerais de interesse. Foi identificado pela primeira vez a presença de criolita, mineral raro, cujo valor agregado supera o conjunto de todos os demais minerais de interesse econômico. Verificou-se que a granulometria de liberação dos minerais pesados era muito distinta; valores de 80 % são observados para a zirconita acumulada abaixo de 0,595 mm, para a cassiterita abaixo de 0,297 mm e para os minerais de nióbio abaixo de 0,149 mm.

A segunda etapa compreendeu, essencialmente, a realização de estudos de desenvolvimento de processo de concentração dos minerais pesados, incluindo ensaios de concentração densitária e separações eletrostática e magnética. Foram estabelecidas as características dos concentrados passíveis de serem obtidos e suas respectivas recuperações metalúrgicas, bem como definido um fluxograma de beneficiamento a ser confirmado em escala piloto.

A terceira etapa teve por enfoque principal o desenvolvimento de uma rota de processo para a concentração da criolita, a qual, embora ainda não otimizada, é sumariada a seguir:

- deslamagem dos rejeitos da concentração densitária, seguido de flotação aniônica direta, mediante a utilização de "tall oil" como coletor e amido de milho e como depressor;
- remoagem do concentrado "rougher" a menos 0,074 mm, em circuito fechado com classificação, seguido de flotação

- reversa do concentrado "rougher" remoído, com coletor catiônico, Armacflote MIC-66 (marca Akzo);
- descoleta do concentrado da flotação catiônica, seguido de flotação aniônica com sulfonato de petróleo, Aero 840 (marca Cyanamid), para a separação entre a criolita e os demais minerais de flúor portadores de cálcio;
 - separação magnética de alta intensidade via úmida, "WHIMS", do concentrado da última etapa de flotação (com 0,5 % a 0,7 % de Fe_2O_3), visando minimizar os teores de ferro;
 - lixiviação clorídrica do produto não-magnético, com a redução suplementar dos teores de ferro, atingindo valores de 0,16 a 0,20 % de Fe_2O_3 .

ABSTRACT

Studies at the Pitinga primary ore involved three stages. The first one consisted of detailed mineralogical studies emphasising the occurrence patterns and the degree of liberation of the minerals in the granitic ground ore. Cryolite in the Pitinga ore was then identified for the first time. The liberation sizes for heavy minerals are quite distinct; a liberation degree of 80 % was observed for zircon accumulated under 0,595 mm, for cassiterite under 0,297 mm and for niobium minerals under 0,149 mm.

The second stage comprised essentially mineral dressing studies to concentrate the heavy minerals. Discontinuous gravity concentration, electrostatic and magnetic separation tests were performed to establish the characteristics of the mineral concentrates and their recoveries, as well as to define a plant flowsheet to be confirmed in continuous pilot plant tests.

The definition of a mineral processing route for cryolite concentration was the main object of the last stage. The following sequence of procedures, to be further investigated, was established:

- disliming of gravity concentration tailings, followed by direct anionic flotation of fluorine minerals, using tall oil as collector and starch as depressant;
- regrinding of the rougher concentrate to minus 0,074 mm, in a closed circuit with classification, followed by reverse cationic flotation to remove silicates, with Armacflote MIC-66 (Akzo trade mark);
- remotion of the cationic collector and subsequence anionic flotation with petroleum sulfonate as collector (Aero 840,

- Cyanamid trade mark), to separate cryolite from the other fluorine minerals and small amounts of silicates;
- wet high intensity magnetic separation (WHIMS) on the obtained flotation concentrate;
 - dilute hydrochloric acid leaching of the non-magnetic product from WHIMS to reduce the iron contamination levels to around 0,16 % to 0,25 % Fe₂O₃.

AGRADECIMENTOS

O autor expressa os seus mais sinceros agradecimentos a todas as pessoas e Instituições que direta ou indiretamente colaboraram para a realização deste trabalho.

À Mineração Taboca S. A. por permitir a utilização nesta tese dos resultados experimentais dos estudos de caracterização tecnológica e de desenvolvimento de processo de beneficiamento para o aproveitamento dos vários minerais de interesse associados ao Granito Madeira, Pitinga, AM. Em especial ao engenheiro Jairo Augusto Reis, Superintendente de Projetos Especiais e de Desenvolvimento, ao engenheiro Rotênio Castelo Chaves Filho, Assessor de Diretoria, e ao geólogo José Thadeu Teixeira, Superintendente de Geologia, que souberam entender, apoiar e incentivar o interesse acadêmico e a importância de sua publicação e discussão. À geóloga Lilia M. Sant'Agostino e ao engenheiro Antonio Carlos Nunes pelas informações relativas aos processos de concentração adotados na mina de Pitinga.

À Paulo Abib Engenharia S.A. pelas facilidades oferecidas para a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Arthur Pinto Chaves pelas sugestões e orientação amigável e preciosa na elaboração da presente tese.

Ao engenheiro José Luis Beraldo, Diretor Técnico da Paulo Abib Engenharia S. A., um dos principais responsáveis pelo meu aperfeiçoamento e especialização nas áreas de caracterização tecnológica e desenvolvimento de processos de beneficiamento, pelo acompanhamento na realização dos trabalhos e orientação nos momentos mais decisivos.

Aos colegas do Departamento de Engenharia de Minas da EPUSP pelo incentivo e apoio recebidos, em particular ao Prof. Dr.

Antonio Stellin Jr. e ao Prof. Dr. Helmut Born, pelas sugestões por ocasião do exame de qualificação, e ao Prof. Laurindo de Salles Leal Filho, pela leitura, crítica e comentários ao capítulo 8 desta tese.

Ao Consulado da Dinamarca em São Paulo, em nome do Cônsul-Geral Jorgen Bjorn Kullmann, ao engenheiro K. E. Aunsholt, Vice-Presidente da Kriolitselskabet Oresund A/S, e ao geólogo Jens Gothemborg pelo auxílio na obtenção de valiosas referências bibliográficas sobre o depósito de criolita de Ivigtut, Groenlândia, dentre outras ocorrências, bem como pelas informações prestadas em relação ao mercado e beneficiamento de criolita.

À equipe técnica da Paulo Abib Engenharia S. A. envolvida no presente trabalho, mais particularmente aos engenheiros Monica Speck Cassola, Odi de Abreu Sampaio Leme e Rui Proença, aos geólogos Carlos Alberto Ikeda Oba e Maria Manuela M. Lé Tassinari, aos químicos Giuliana Ratti e Marcos Henrique Gibim e aos técnicos Cláudio Soares Porto, Antonio Luis Toseli, Jailson Cardoso, José Ronaldo de Oliveira e Maria do Carmo Karan.

À D. Maria Cristina Martinez Bonesio pelo auxílio na organização das referências bibliográficas.

À minha esposa, Delaine Guimarães Kahn, pelo incentivo e apoio para a realização deste trabalho.

NOTAS SOBRE A REDAÇÃO

Na redação desta tese foram utilizados certos termos em inglês, por não haver uma tradução satisfatória para os mesmos, ou concordância quanto à nomenclatura a ser utilizada. Alguns destes são referidos a seguir: "rougner", "scavenger", "cleaner", "middlings", "oversize", "undersize", "underflow", "overflow" e "tall oil", dentre outros.

As unidades utilizadas foram, sempre que possível, no Sistema Internacional de Unidades. Faz-se exceção a unidade adotada para o índice de moabilidade, "work index" (WI), que foi mantida em kWh/sht (quilowatt hora por tonelada curta) devido à larga difusão dos valores de WI nesta unidade. O símbolo para a unidade de temperatura não pode ser utilizado, por restrições do editor de texto empregado para a redação desta tese, Wordstar; esta é referida sempre em graus Celsius.

Todas as diluições de polpa referem-se a porcentagem em peso.

O editor de texto e outros aplicativos adotados para a elaboração de planilhas de resultados e figuras impuzeram certas restrições na redação do texto, algumas das quais mencionadas na sequência:

- as fórmulas químicas e de composição dos minerais tiveram que ser escritas como SiO₂ (sílica), SnO₂ (cassiterita ou óxido de estanho), Na₃AlF₆ (criolita), etc.
- o emprego de "ç" e das regras de acentuação nas planilhas de resultados e figuras não foi adotado por restrições dos aplicativos adotados.

1. INTRODUÇÃO

A mina do Pitinga, AM, uma das maiores jazidas de estanho no mundo, é explorada desde 1982 pela Mineração Taboca S.A., empresa do Grupo Paranapanema. As mineralizações de cassiterita presentes estão geneticamente relacionadas a dois corpos graníticos, denominados Granito Madeira e Granito Água Boa.

A mineralização do Granito Água Boa está associada a greisens com cassiterita, topázio e columbita-tantalita. No Granito Madeira verificam-se mineralizações de cassiterita, zirconita, columbita-tantalita, torita, pirocloro e xenotima, relacionadas à porção central do Granito Madeira, ou seja, à fácies litológica denominada de apogranito. Os depósitos aluvionares situam-se próximos às suas áreas fontes e dispõem-se, predominantemente sobre os granitos, numa área da ordem de 700 km².

Nesta tese são descritos os estudos de caracterização tecnológica e de desenvolvimento de processo de beneficiamento, em escala descontínua e semi-contínua, para o aproveitamento dos vários bens minerais associados à rocha sã da fácies apogranito do Granito Madeira.

Os trabalhos aqui reportados, perfazendo mais de 24 meses de atividades, foram realizados nos laboratórios da Paulo Abib Engenharia S.A., estando subdivididos em três etapas:

1 - Caracterização do Minério Primário do Granito Madeira (1): trabalho efetuado no período de dezembro de 1987 a abril de 1988, tendo por objetivo determinar:

- . composição mineralógica do minério;
- . forma de ocorrência dos vários elementos de interesse;
- . granulometria de liberação dos minerais úteis;

. alternativas de operações de beneficiamento a serem estudadas.

Neste trabalho foi identificado, pela primeira vez, um importante conteúdo de criolita, Na_3AlF_6 , mineral cujo valor agregado suplanta o conjunto de todos os demais minerais pesados de interesse econômico - cassiterita, zirconita e minerais portadores de nióbio.

2 - Estudos de Concentração dos Minerais Pesados e Ensaios Exploratórios de Flotação de Fluoretos (2): trabalho efetuado entre junho de 1988 a agosto de 1989, consistindo de:

. ensaios de concentração densitária em mesa vibratória e espiral, com o estabelecimento de estimativas de recuperações metalúrgicas, das características dos concentrados de pesados obtidos e a definição de fluxogramas de beneficiamento a serem desenvolvidos em escala piloto;

. ensaios de separações eletrostática e magnética a partir do concentrado de pesados, com a definição dos produtos finais passíveis de serem obtidos, suas características e respectivas estimativas de recuperações metalúrgicas;

. ensaios iniciais de flotação aniônica de fluoretos, a partir do rejeito da concentração densitária, objetivando a obtenção de um concentrado de criolita.

3 - Estudo de Flotação de Fluoretos (3): trabalho conduzido no período de novembro de 1989 a novembro de 1990, contemplando:

. ensaios de concentração densitária em espirais e mesa vibratória para a concentração dos minerais pesados;

. avaliação preliminar do conteúdo e das possibilidades de recuperação do ouro presente no concentrado de pesados;

. desenvolvimento de um processo de beneficiamento para a

concentração da criolita, a partir dos rejeitos da concentração densitária, incluindo três etapas de flotação, seguido de separação magnética de alta intensidade a úmido (WHIMS). Um fluxograma de beneficiamento para estudos em escala piloto e as estimativas preliminares de recuperação de criolita foram também estabelecidas.

As três etapas descritas acima foram realizadas paralela e simultaneamente ao adensamento das informações geológicas; todas elas com importantes reflexos sobre a condução do detalhamento da pesquisa geológica do depósito:

- Caracterização do Minério Primário do Granito Madeira: a partir da identificação de criolita iniciou-se uma campanha sistemática para a avaliação da distribuição e quantificação deste mineral em todo o depósito.
- Estudos de Concentração dos Minerais Pesados e Ensaio Exploratórios de Flotação de Fluoretos: trabalho que indicou a necessidade de individualização das porções de minério com predominância de criolita e de fluorita, correspondentes às subfácies "Granito Cinza" e "Granito Vermelho" do apogranito, para fins de lavra e beneficiamento.
- Estudo de Flotação de Fluoretos: no qual foi constatada, simultaneamente aos estudos petrográficos conduzidos pela Mineração Taboca, S.A. a presença de outros fluoretos além da criolita e da fluorita, com implicações gravosas no processo de beneficiamento ora desenvolvido. Estudos de tipologia de minério, com discriminação das áreas de ocorrência destes fluoretos, thomsenolita e pachnolita principalmente, e suas implicações nas etapas de lavra e beneficiamento, estão em andamento.

2. GEOLOGIA DA MINA DE PITINGA, AM

2.1. Introdução

A Mina de Pitinga situa-se no município de Presidente Figueiredo, região norte do Estado do Amazonas, próximo à divisa com o Estado de Roraima. Distante cerca de 250 km de Manaus, é atingida por via rodoviária, através da BR 174 e em seguida, estrada secundária de uso exclusivo da Mineração Taboca S.A. e da FUNAI.

A primeira citação da ocorrência de cassiterita aluvionar nesta região data de 1979 (4). Subseqüentemente, com a realização das atividades de pesquisa geológica e de lavra da cassiterita pela Mineração Taboca S.A., uma série expressiva de trabalhos foram conduzidos de forma a elucidar o contexto geológico e definir as mineralizações associadas (4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 e 12)

Importantes concentrações polimetálicas presentes estão associadas ao Granito Madeira e, secundariamente, ao Granito Água Boa. Ambos os corpos graníticos pertencem à Suíte Intrusiva Mapuera e mostram, em planta, um contorno sub-elíptico, com o eixo maior orientado segundo a direção N50E; as idades Rb-Sr são de 1.689 ± 19 Ma. A alteração intempélica destes corpos graníticos propiciou a origem de expressivos depósitos secundários, constituídos por alúvios, colúvios e elúvios, com características dependentes da área fonte.

As mineralizações de maior expressão econômica estão relacionadas ao Granito Madeira, Sn, Zr, Nb, Ta, Y, terras raras (TR) e F, este último elemento presente apenas na rocha sã. Associadas ao Granito Água Boa são encontradas mineralizações de

Sn e, bem secundariamente, de Nb e Zr, as quais não serão abordadas neste trabalho. Até a presente data a cassiterita é o único mineral aproveitado economicamente.

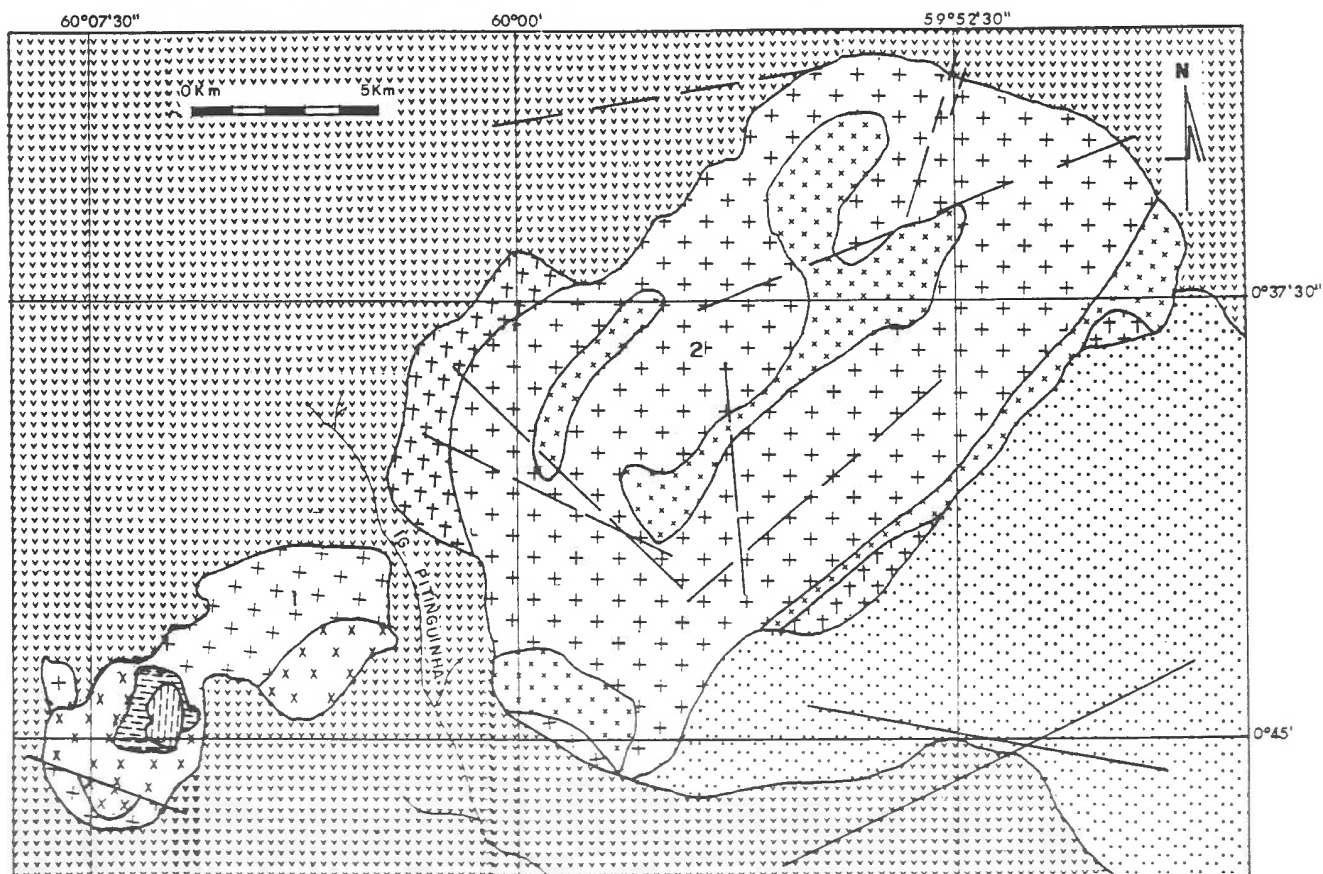
O mapa geológico da região de Pitinga é apresentado na figura 1.





As rochas encaixantes dos Granitos Madeira e Água Boa são constituídas principalmente por riólitos, riodacitos e tufos do Grupo Uatumã e, na borda sudeste do Granito Água Boa, por rochas sedimentares da Formação Urupi (arenitos feldspáticos, arcóseos, grauvacas, siltitos, argilitos e conglomerados).

Os Granitos Madeira e Água Boa apresentam várias feições similares entre si, sendo, muito provavelmente cogenéticos (9, 11 e 12). Relações de contato entre as diversas fácies de granitos presentes indicam uma natureza multifásica das intrusões. Os primeiros pulsos magmáticos são representados por rochas com texturas rapakivi, seguidos por biotita granitos equigranulares e, exclusivamente no domínio do Granito Madeira, por apogranito.




2.2. Granito Madeira

A fácies granito rapakivi porfirítico ocorre nas porções nordeste e sudoeste do Granito Madeira. A rocha predominante, de coloração cinza escuro, apresenta textura porfirítica com fenocristais ovalados de feldspato potássico imersos numa matriz quartzo-feldspática de granulação fina. É constituído essencialmente de ortoclásio, quartzo e plagioclásio, com proporções menores de biotita, anfibólio, zirconita, titanita, fluorita, apatita, opacos, epídoto e argilo-minerais.


GRANITO MADEIRA

-  Apogranito de nucleo (Gr. Cinza)
-  Apogranito de bordo (Gr. Vermelho)
-  Biotita-granito equigranular
-  Granito rapakivi porfirítico

GRANITO AGUA BOA

-  Biotita-granito equigranular
-  Granito porfirítico
-  Granito rapakivi

-  FORMACAO URUPI
-  GRUPO IRIÇOME

adaptado de DAUD e ANTONIETO (18)

FIGURA 1
MAPA GEOLOGICO DA REGIAO DE PITINGA, AM

A fácies biotita granito equigranular é constituída por rochas de granulação média, coloração rósea e aspecto isótropo. Apresenta textura hipidiomórfica granular, com predominância de ortoclásio pertítico e quartzo, além de plagiocásio subordinado; como minerais acessórios são citados biotita, fluorita, zirconita, titanita, opacos e anfibólio.

A fácies apogranito ocorre na porção central do Granito Madeira na forma de um corpo subcircular, com cerca de 2,5 km². As rochas presentes, com granulação média a fina, cores variando de castanho avermelhado a cinza claro e textura granular panxenomórfica fina, com grandes cristais de quartzo, são compostas essencialmente por albita, quartzo e feldspato potássico. À semelhança do complexo de Liruei, na Nigéria (13), o apogranito de Pitinga corresponde à cúpula da intrusão granítica, ainda preservada, apresentando concentrações de Zr, Sn, Nb, Sr, Y, TR, e F. A ampla gama de minerais acessórios, alguns de interesse econômico, é representada por lepidolita, biotita, anfibólio, zirconita, xenotima, fluorita, thomsenolita, pachnolita, criolita, cassiterita, minerais de nióbio, magnetita, torita, galena e esfalerita.

Três subfácies do apogranito, relacionadas aos processos de diferenciação desta última fase intrusiva do Granito Madeira, com implicações econômicas e tecnológicas, foram reconhecidas mais recentemente. São elas:

- "Granito Vermelho" (apogranito de borda): rocha de coloração avermelhada devido a enriquecimento em ferro; corresponde à porção mais externa do apogranito, ocorrendo preferencialmente nas bordas oeste e norte. Comparativamente à porção mais central, apresenta enriquecimento em Fe, Ca, Y, TR, Nb, e U, além de empobrecimento em F. O principal

mineral portador de flúor é a fluorita; criolita está ausente;

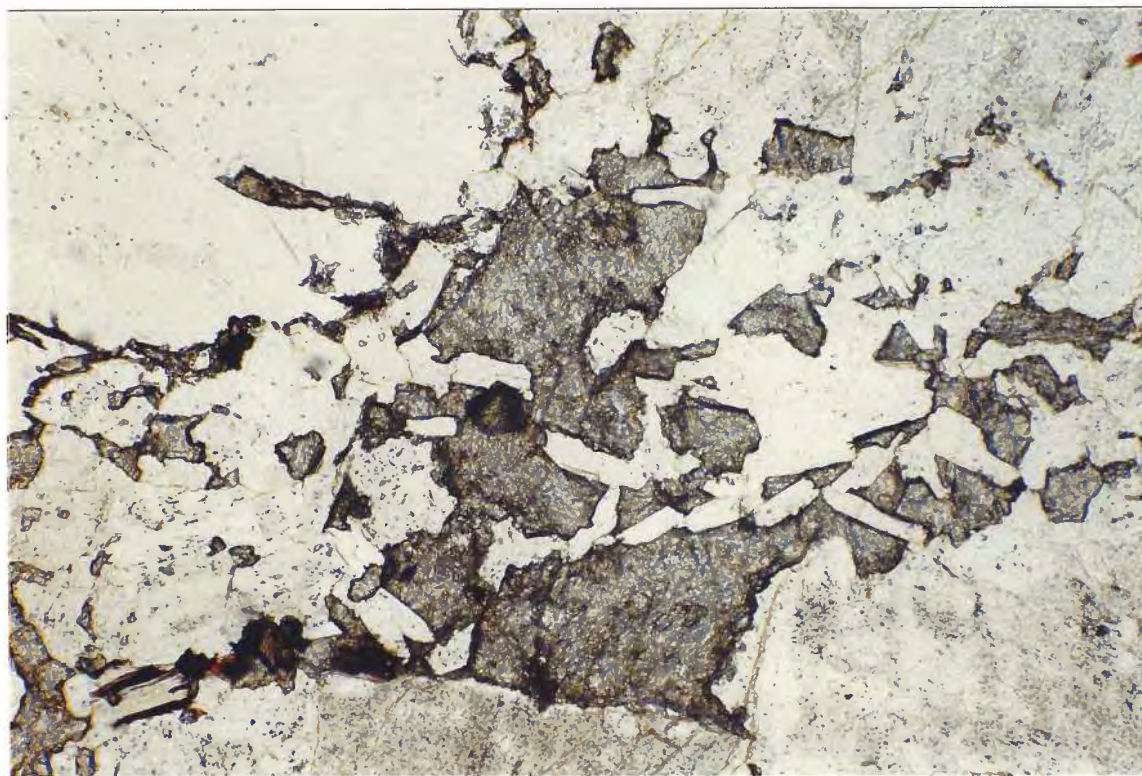
- "Granito Cinza" (apogranito de núcleo): rocha de coloração cinza clara, enriquecida em flúor, onde a criolita é o principal mineral portador deste elemento. Ocorre na porção central do apogranito;
- "Granito Cinza" com thomsenolita e pachnolita" (apogranito de núcleo com thomsenolita/pachnolita): rocha bem semelhante à anterior, porém com certo enriquecimento em Ca. Thomsenolita e pachnolita são os minerais de flúor predominantes; criolita está ausente. Esta subfície, reconhecida como uma zona de transição entre o "Granito Cinza" e o "Granito Vermelho", particularmente na borda oeste do apogranito, também ocorre associada a fraturas e microfraturas do "Granito Cinza". A ocorrência de thomsenolita e pachnolita, dentre outros minerais, é citada como produto de alteração da criolita por vários autores (13, 14, 15, 16, 17, 18 e 19).

Algumas feições texturais, com enfoque particular aos minerais de interesse econômico, são apresentadas nas fotomicrografias 1 a 8.

Greisens, sem maior expressão econômica, foram reconhecidos no limite noroeste do granito Madeira (9).

2.3. Granito Água Boa

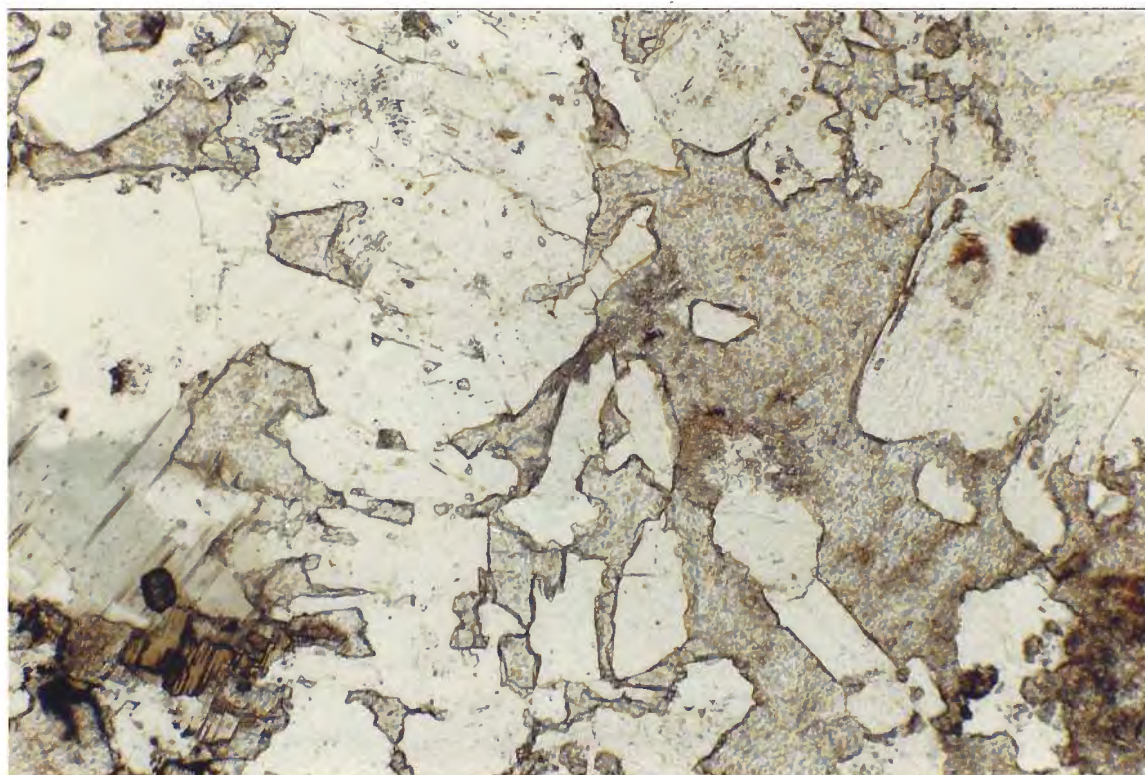
A fácies granito rapakivi aparece em faixas longas e estreitas restritas às porções de borda do Granito Água Boa. Apresenta textura equigranular média a grosseira, com ocorrência restrita de esparsos fenocristais de feldspato potássico envoltos por mantos de plagioclásio. É constituída



FOTOMICROGRAFIA nº 1
 Amostra: L500 S/00 - 88,3 m

0,20 mm
 (nicóis paralelos)

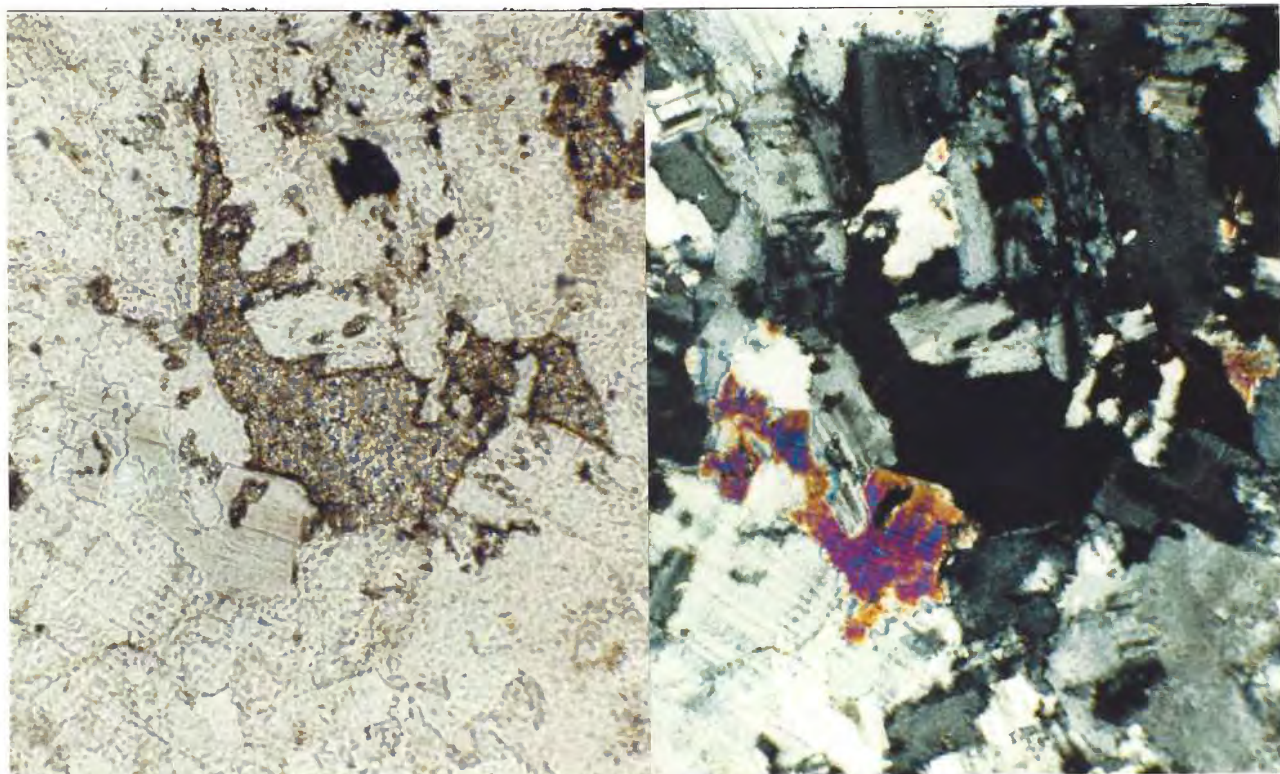
Granito Cinza com criolita intersticial.



FOTOMICROGRAFIA nº 2
 Amostra: L500 S/00 - 78,3 m

0,20 mm
 (nicóis paralelos)

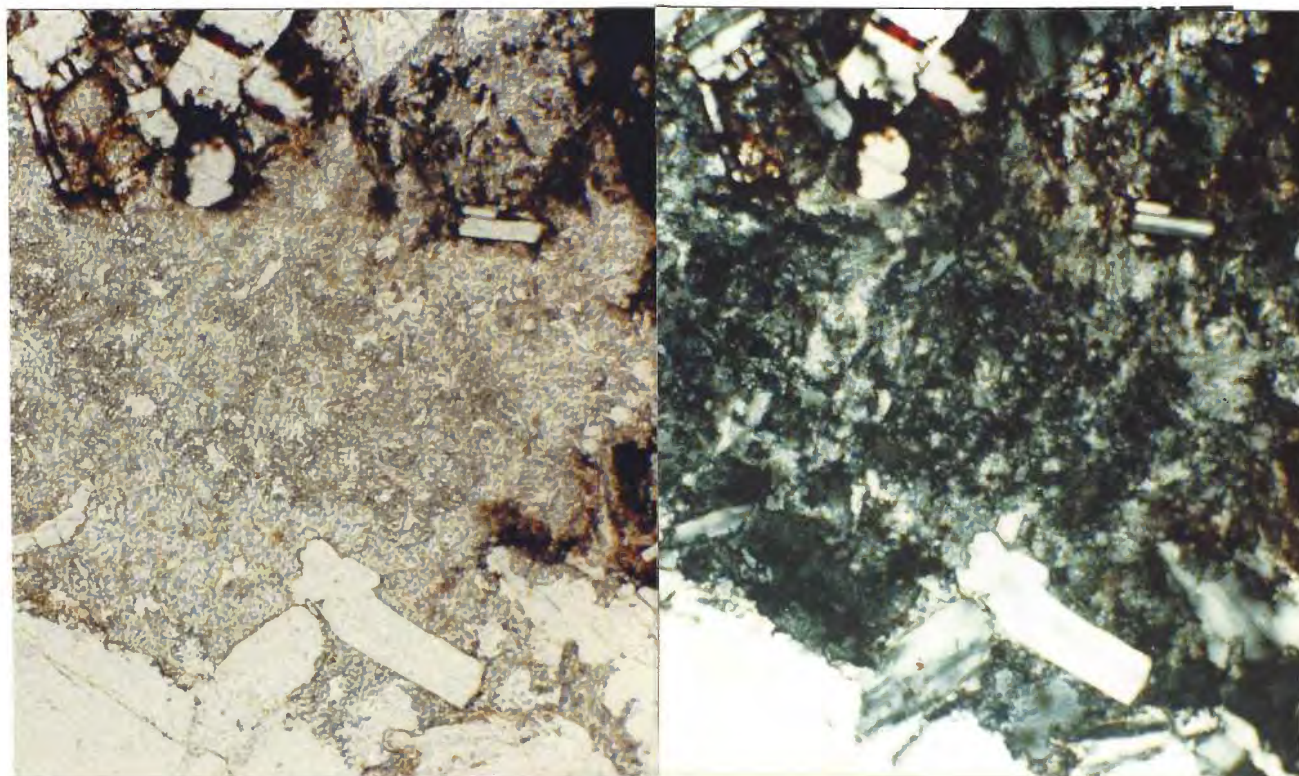
Granito Cinza com thomsenolita-pachnolita intersticial. Aspecto semelhante ao da criolita, porém com relevo menos acentuado.



FOTOMICROGRAFIA nº 3
Amostra: L500 S/00 - 93,3 m

0,20 mm
(nicóis paralelos/cruzados)

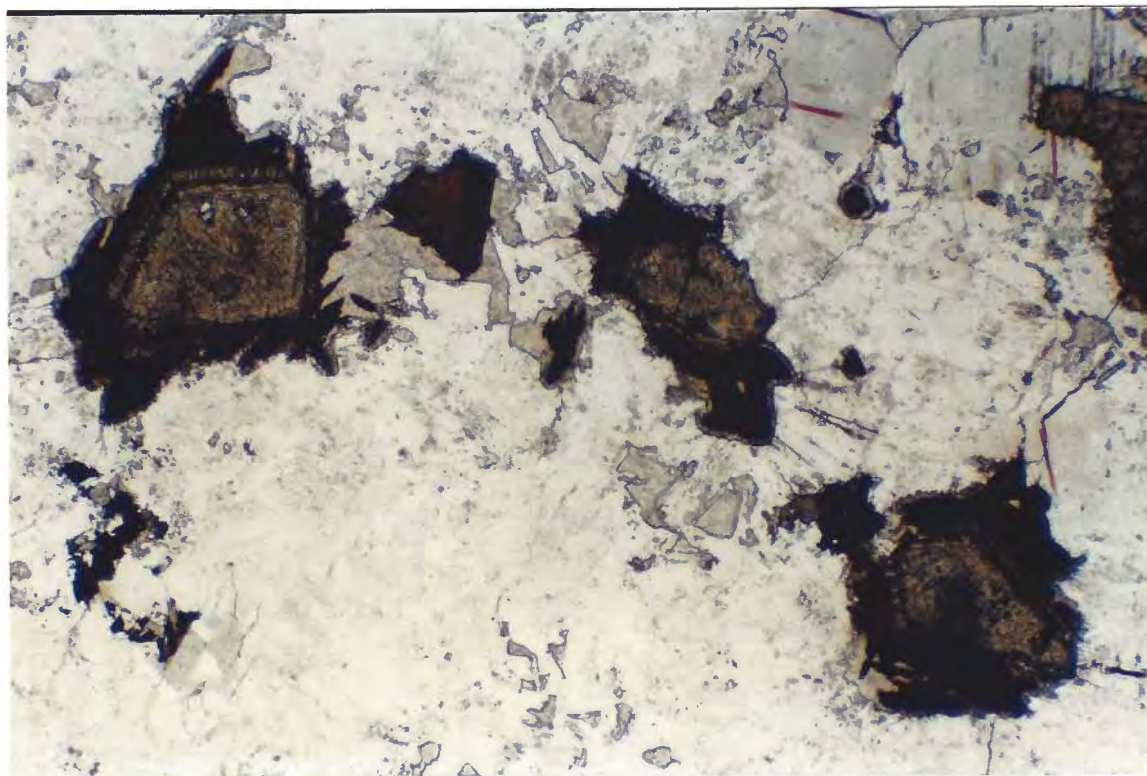
Granito Cinza. Criolita intersticial ao quartzo, feldspato e mica. Notar o caráter praticamente isótropo em nicóis cruzados.



FOTOMICROGRAFIA nº 4
Amostra: L500 S/00 - 58,3 m

0,20 mm
(nicóis paralelos/cruzados)

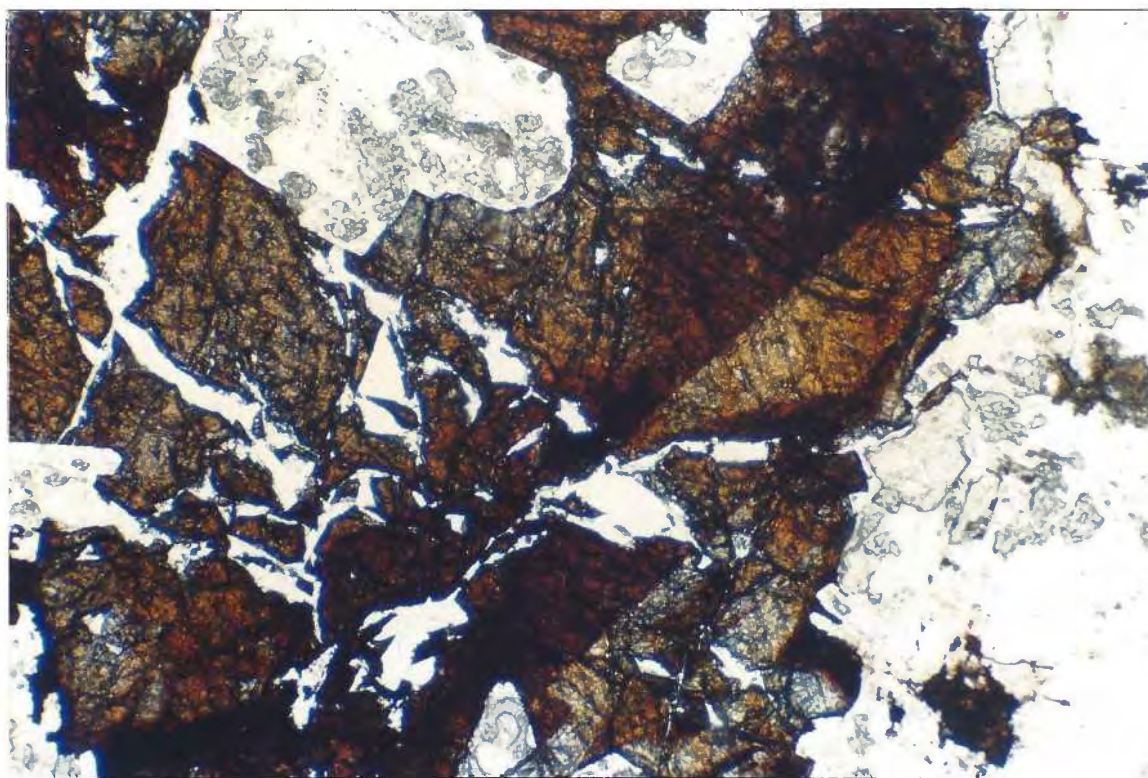
Granito Cinza. Thomsenolita-pacnolita apresentando baixa birrefringência em nicóis cruzados.



FOTOMICROGRAFIA nº 5
 Amostra: LP1250 F1750 - 74 a 75 m

0,50 mm
 (nicóis paralelos)

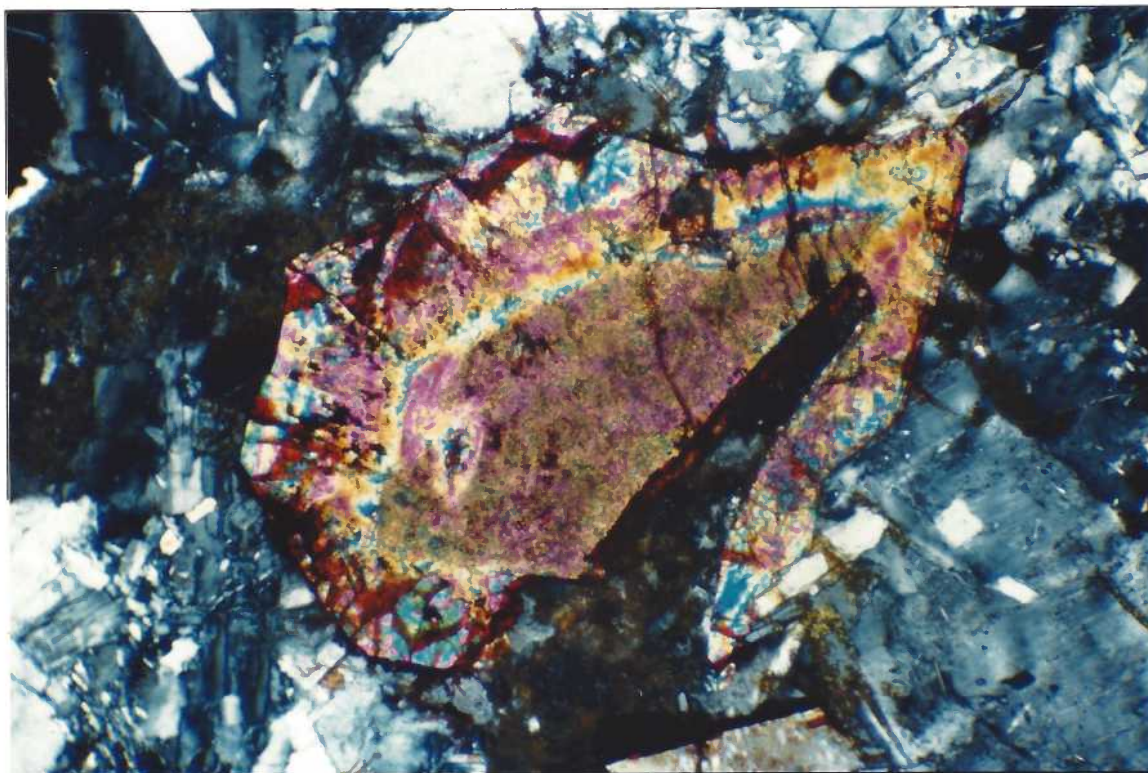
Granito Cinza. Grãos de zirconita zonados com óxidos de ferro nas bordas; "pirocloro" envolto por criolita e criolita intersticial.



FOTOMICROGRAFIA nº 6
 Amostra: LP1250 F1750 - 74 a 75 m

0,20 mm
 (nicóis paralelos)

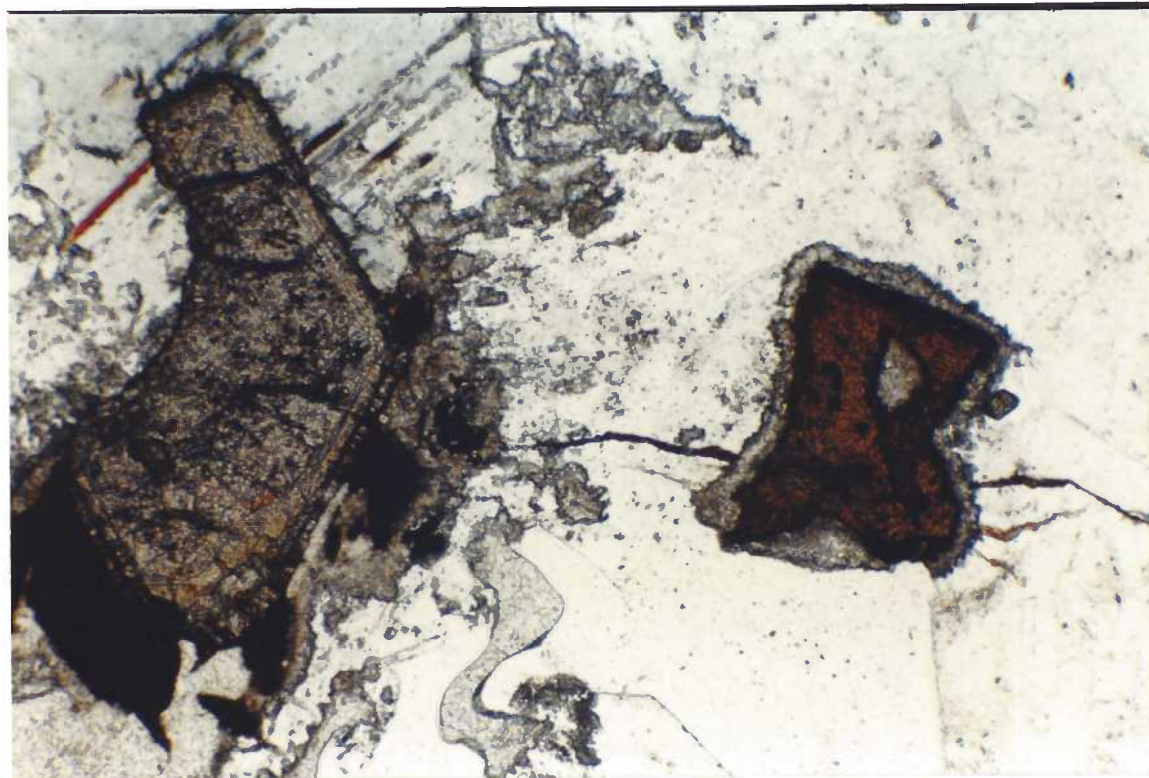
Granito Cinza. Grãos de cassiterita com alguma criolita associada, em massa de silicatos



FOTOMICROGRAFIA nº 7
 Amostra: LP1250 F1750 - 35 a 36 m

0,20 mm
 (nicóis cruzados)

Granito Cinza. Grão de zirconita com bordas apresentando zoneamento e inclusões de óxidos de ferro.



FOTOMICROGRAFIA nº 8
 Amostra: LP1250 F1750 - 74 a 75 m

0,20 mm
 (nicóis paralelos)

Granito Cinza. "Pirocloro" com auréola de fluoretos e zirconita zonada, com bordas apresentando inclusões de óxidos de ferro; criolita intersticial e nas bordas da zirconita

essencialmente por ortoclásio, microclínio e quartzo; como minerais acessórios tem-se plagioclásio, biotita, anfibólio, fluorita, zirconita, clorita e opacos.

A fácies granito porfirítico fino ocorre preferencialmente na forma de corpos estreitos e alongados na direção do eixo maior do Granito Água Boa. Apresenta textura porfirítica fina, com fenocristais de feldspato potássico e, secundariamente, quartzo; é composto por ortoclásio, microclínio, quartzo e plagioclásio, além de biotita, zirconita, fluorita, muscovita, anfibólio, opacos e rara turmalina.

A fácies biotita-granito equigranular, abrangendo a maior parcela aflorante do Granito Água Boa, apresenta textura granular hipidiomórfica, média a grossa, com coloração róseo-avermelhada e branca. Ortoclásio, microclínio, quartzo e plagioclásio são os constituintes principais; biotita, fluorita, zirconita, opacos e muscovita são verificados em pequenas proporções.

Microgranitos, pegmatitos e greisens são também observados. Os greisens, principais responsáveis pelas mineralizações associadas ao Granito Água Boa, são constituídos essencialmente por quartzo e zinvaldita com textura xenomórfica granular; cassiterita, topázio e columbita-tantalita ocorrem como acessórios perfazendo até 10 % da rocha.

2.4. Mineralizações Associadas ao Granito Madeira

À exceção dos depósitos aluvionares, são abordados neste item unicamente as mineralizações diretamente relacionadas ao Granito Madeira.

2.4.1. Depósitos Aluvionares

Os depósitos de aluvionares no Pitinga são de pequeno a médio porte, usualmente com 50 a 600 m de largura, extensão de 1 a 15 km e profundidade variável entre 1 e 6 m (8). Caracterizados por sedimentos imaturos de natureza argilo-arenosa, dispõem-se, predominantemente sobre os granitos Madeira e Água Boa, numa área de aproximadamente 700 km (figura 2).

Os depósitos aluvionares derivados do Granito Madeira apresentam quantidades expressivas de cassiterita associada com zirconita, columbita-tantalita e, secundariamente, pirocloro samarskita e xenotima. Já aqueles relacionados ao Granito Água Boa apresentam cassiterita associada a conteúdos menores de columbita-tantalita, topázio e zirconita.

Duas sequências distintas de depósitos são assinaladas. Uma, mais antiga, encontra-se preservada em restos de paleovales suspensos, situados nas encostas dos vales atuais. A outra, mais recente, derivada das fontes primárias e/ou do retrabalhamento das sequências mais antigas, é encontrada nas calhas da atual rede de drenagem.

Cascalhos ocorrem essencialmente na base de ambas as sequências. Com distribuição descontínua e espessura média de 20 cm, raramente ultrapassando 1 m, são compostos por seixos de quartzo, laterita e fragmentos líticos, mostrando elevadas concentrações de minerais pesados. Sotopostos a estes, são encontrados sedimentos areno-argilosos e argilo-arenosos.

A exploração econômica destes depósitos, com teores médios de Sn variáveis entre 2.000 e 3.000 g/m³, se iniciou em 1982.



LEGENDA

PTG-PITINGA	IGARAPÉ	ESTRADA	VARIETADES LITOLÓGICAS
MDR-MADEIRA	DEPÓSITO ALUVIONAR DE CASSITERITA	ACAMPAMENTO	GRANITO ① MADEIRA
QXD-QUEIXADA	MINERALIZAÇÃO PRIMÁRIA (Sn, Zr, Nb, Ta, Y) E M	PISTA DE POUSO	GRANITO ② ÁGUA BOA
HDR-HIDRELÉTRICA	GRANITO ALBITIZADO	CONTATO GEOLÓGICO	ARENITO, SILTITO, ARGILITO, CONGLOMERADO, TUFO
		RIOLITO, RIODACITO, TUFO	

FIGURA 10

adaptado de DAQUD e ANTONIETO (10)

FIGURA 2
MAPA DE DISTRIBUICAO DOS DEPOSITOS PRIMARIOS E
SECUNDARIOS ASSOCIADOS AOS GRANITOS MADEIRA E AGUA BOA

2.4.2. Coberturas Colúvio-Eluvionares do Apogranito

O depósito colúvio-eluvionar do Granito Madeira, correspondente ao produto do intemperismo atuante sobre o apogranito, apresenta espessura variável entre 10 e 40 m (em média 35 m). O material é friável e extremamente argiloso, com cerca de 50 % em peso passante em 0,053 mm (270 malhas Tyler).

A mineralização, disseminada em todo o manto de intemperismo, é caracterizada pela presença de zirconita, cassiterita, columbita-tantalita, pirocloro, torita, samarskita e xenotima, em ordem decrescente de abundância (11). Esses minerais encontram-se imersos numa matriz argilosa, preservando as suas feições originais no que tange à granulometria e hábito cristalino. Zirconita é o mineral que apresenta granulação mais grosseira (abaixo de 1,0 mm), segue-se a cassiterita (abaixo de 0,4 mm) e os minerais de nióbio (abaixo de 0,2 mm.)

A exploração econômica da cassiterita contida no material intemperizado data de 1988, enquanto que a recuperação dos demais minerais pesados de interesse deverá se iniciar em meados de 1991.

2.4.3. "Granito Cinza"

O Granito Cinza, correspondendo a uma subfície do apogranito, é o objeto principal de estudo desta tese. Apresenta concentrações importantes de Sn, Zr, Nb, Ta, Y, terras raras (TR) e F (criolita), estando ainda em fase de avaliação geológica e técnico-econômica.

2.4.4. "Granito Vermelho"

Esta subfície do apogranito apresenta feições bem similares às do "Granito Cinza", excluindo-se a mineralização de criolita. Encontra-se também em fase de avaliação geológica e técnico-econômica.

2.4.5. "Veios" de Criolita

"Veios" subhorizontais de espessura métrica, constituídos quase que exclusivamente por criolita (acima de 90 % em peso), foram detectados através de furos de sondagens rotativa. Estudos geológicos de detalhe estão sendo realizados para definir a forma de ocorrência destes veios e os seus respectivos volumes.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Cassiterita e Minerais Pesados Associados

Cassiterita, SnO_2 , o principal mineral de estanho com 78,4 % de Sn teórico, cristaliza no sistema tetragonal, apresentando densidade entre 6,8 e 7,0 g/cm³ e dureza Mohs de 6 a 7. Pode conter impurezas de Fe, Nb, Ta, W, Zr e Mn em sua estrutura cristalina, as quais alteram não só a sua coloração, como também, as suas propriedades físicas, destacando-se, particularmente, a sua susceptibilidade magnética e as cargas de superfície (20).

Os principais depósitos brasileiros de cassiterita são descritos por Bettencourt et al. (21) e na recente publicação do DNPM "Principais depósitos minerais do Brasil" (10, 22, 23, 24, 25, 26 e 27).

Os processos de beneficiamento aplicados à concentração de cassiterita são basicamente densitários e o circuito é estabelecido em função das características do minério e da natureza e forma de associação com os demais minerais presentes, alguns dos quais também podendo ser aproveitados como subprodutos.

A situação mais simples refere-se a depósitos aluvionares ou primários em que a cassiterita, predominantemente acima de 0,074 mm (200 malhas Tyler), é praticamente o único mineral pesado presente. Nesta situação, a concentração da cassiterita é efetuada exclusivamente por métodos densitários. A presença de outros minerais pesados associados, tais como, ilmenita, rutilo, zirconita, xenotima e monazita, dentre outros, pode requerer a inclusão de etapas adicionais de separações magnéticas e/ou

eletrostática, posteriormente à concentração densitária, ao passo que a presença de ouro implica, usualmente, na inclusão de uma etapa de amalgamação.

Um breve relato histórico sobre a evolução do tratamento de minérios aluvionares de cassiterita no Brasil é apresentado por Chaves et al. (28)

Minérios mais complexos, com presença de sulfetos ou cassiterita de granulação fina, requerem a inclusão de operações de flotação de sulfetos e/ou cassiterita no processo de beneficiamento.

3.1.1. Depósitos Aluvionares

A lavra dos depósitos aluvionares é efetuada essencialmente por métodos mecânicos, dragagem ou retro-escavadeira, e desmonte hidráulico. A concentração, face à forma dos depósitos e à conseqüente mobilidade da lavra, é efetuada em duas etapas distintas: a primeira, concentração primária, é efetuada junto a lavra, gerando um pré-concentrado para subseqüente tratamento numa unidade de concentração secundária, também denominada de "tin shed" (29).

A lavra em terrenos secos, por métodos convencionais, seguida de carregamento do minério em caminhões até uma usina pré-concentradora, é uma opção que vem sendo considerada como alternativa ao desmonte hidráulico (30, 31 e 32), possibilitando um melhor aproveitamento das reservas de minério, paralelamente à eliminação das flutuações na alimentação da usina de concentração e na densidade de polpa.

A concentração primária consiste numa operação que tem por objetivo a obtenção de um pré-concentrado de pesados, aliada a

uma elevada recuperação de cassiterita. Os métodos densitários aplicados compreendem jigagem, equipamento mais utilizado pelas mineradoras no Brasil (10, 23 e 25), usualmente com o emprego de dois ou três estágios de concentração; palongs ou uma combinação de palong-jigagem são os equipamentos mais utilizados na Malásia (28). As dragas, processando expressivas quantidades de minério, utilizam exclusivamente a jigagem. Espirais, usualmente em dois estágios de concentração, são também empregadas, especificamente, quando uma parcela mais expressiva da cassiterita situa-se no intervalo granulométrico compreendido entre 0,177 e 0,044 mm (80 e 325 malhas Tyler, respectivamente).

Um fluxograma geral da etapa de concentração primária, considerando três estágios de concentração, é apresentado na figura 3.

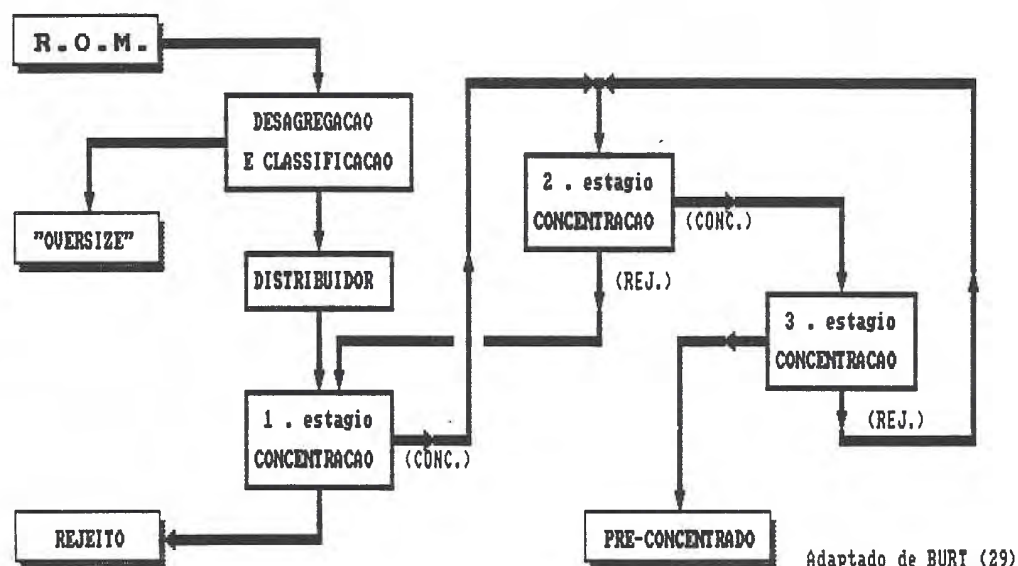
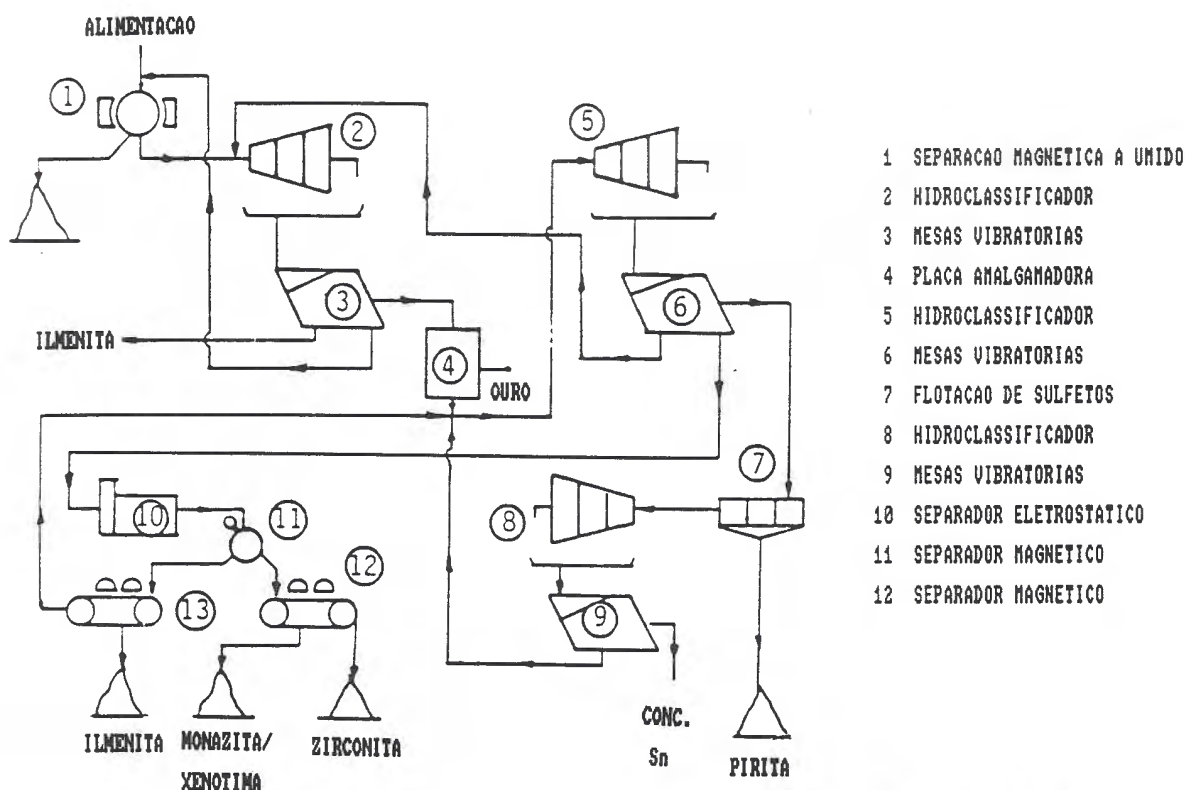


FIGURA 3

FLUXOGRAMA GENEICO DA CONCENTRAÇÃO PRIMÁRIA DE CASSITERITA

A concentração secundária compreende o processamento do(s) pré-concentrado(s) gerado(s) numa ou em várias frentes de lavra utilizando, principalmente, métodos densitários. Cassiterita, o mineral de maior peso específico, é recuperada no concentrado final, com teores acima de 65 % de Sn. Os "middlings", contendo ainda alguma cassiterita e outros minerais pesados, podem ser reprocessados numa instalação a seco ou estocados para aproveitamento posterior.

Um fluxograma genérico de uma usina de concentração secundária, "tin shed", é apresentado na figura 4. Os princípios gerais e os equipamentos empregados são bem similares, embora os fluxogramas sejam variáveis de uma instalação para outra.



Adaptado de BURT (29)

FIGURA 4
FLUXOGRAMA GÊNÉRICO DA CONCENTRAÇÃO
SECUNDÁRIA DE CASSITERITA

Os pré-concentrados de pesados, com elevados conteúdos de ilmenita e óxidos de ferro, bem como columbita-tantalita, dentre outros minerais paramagnéticos, que diluem o concentrado densitário, são usualmente processados através de operações de separação magnética, previamente ao circuito de concentração densitária. Na Malásia, após uma classificação granulométrica do não-magnético, as mesas vibratórias são preferencialmente empregadas nesta etapa de concentração densitária (33). No Brasil (10, 23 e 34) emprega-se preferencialmente os jigues Denver, bem eficientes para a parcela de material com granulação acima de 0,177 mm, conjugada com mesas vibratórias, sendo ambas as operações em dois estágios. A presença de conteúdos mais expressivos de pirita ou outros sulfetos no concentrado de pesados implica numa operação de flotação para a remoção destes, previamente ao estágio final de limpeza da cassiterita (35). O concentrado final de cassiterita apresenta teores de 65 a 75 % de Sn.

Ouro, quando presente em quantidades pequenas, porém econômicas, pode ser recuperado através de placas amalgamadoras ou de outros dispositivos de amalgamação (29), ou, mais raramente, por cianetação.

Quando da presença de outros minerais a serem aproveitados como subprodutos, os "middlings" da concentração densitária são secos e aquecidos a 100-150 graus Celsius previamente à separação eletrostática de alta tensão. Ambos os produtos obtidos nesta operação, condutor e não-condutor, são submetidos a separações magnéticas em diferentes tipos de separadores (rolos induzidos, correias cruzadas, de discos, etc.) até a obtenção dos vários concentrados minerais. Etapas adicionais de separação eletrostática em placas podem ser necessárias para a purificação

de certos concentrados (p. ex. de cassiterita).

Separação magnética em equipamento de alto gradiente (HGMS) é citada no processamento de cassiterita fina, abaixo de 0,074 mm (36).

3.1.2. Mineralizações Primárias

O beneficiamento das mineralizações primárias portadoras de cassiterita basicamente se distingue dos depósitos aluvionares pela necessidade de uma etapa prévia de cominuição para a liberação da cassiterita, além da eventual complexidade mineralógica do minério. A natureza dos minerais de ganga associados e/ou a granulação da cassiterita podem requerer fluxogramas de processo bem distintos daqueles aplicados aos depósitos aluvionares.

A etapa de cominuição compreende uma britagem primária, em circuito aberto, e mais um ou dois estágios de britagem em circuito fechado com peneiras, seguido por moagem em moinhos de barras e/ou bolas, este último em circuito fechado com peneiras, a depender do grau de liberação da cassiterita.

Para os minérios em que a cassiterita é susceptível à concentração densitária, esta é a primeira operação de concentração a ser efetuada, usualmente numa instalação única. Jigues e/ou espirais são empregadas num estágio inicial, a depender da granulação da cassiterita; seguem-se mesas vibratórias, comumente com circuitos de grossos e finos independentes. Cones Reichert podem substituir as espirais primárias ("rougner") em instalações de grande capacidade. A presença de sulfetos acarreta a inclusão de uma etapa de flotação específica para a remoção destes, situada logo após a

concentração densitária, ou intercalada entre os últimos estágios de limpeza. Parcela adicional de cassiterita fina, perdida nos rejeitos da concentração densitária, pode ser recuperada através de flotação.

Minérios com cassiterita de granulação fina, preferencialmente abaixo de 0,044 mm (325 malhas Tyler), são beneficiados por flotação, processo este que para a cassiterita tem a sua maior eficiência em granulometrias inferiores a 0,044 mm.

A flotação de cassiterita tem recebido a atenção de muitos pesquisadores nas duas últimas décadas, favorecendo a implantação de projetos industriais utilizando este processo. Entre estes, se enquadram o depósito de Renison, na Tasmânia (37), alguns da região de Cornwall, na Inglaterra, como por exemplo Wheal Jane (38), e o de Catavi, na Bolívia. No entanto, a queda de preços de estanho no mercado internacional obrigou a desativação de boa parte das instalações de flotação de cassiterita.

Os processos de flotação de cassiterita, face às características do minério ora estudado, não serão aqui abordados em detalhe.

Dentre os trabalhos mais recentes sobre flotação de cassiterita no Brasil destacam-se os de Oliveira (39) e Oliveira e Adamian (40), que apresentam uma ampla discussão sobre os reagentes, condições adotadas na flotação de cassiterita e estudos experimentais com enfoque à seletividade entre a cassiterita e a fluorita, e o de Silva (41) focalizando aspectos da flotabilidade de cassiterita, zirconita e xenotima do minério colúvio-eluvionar do Granito Madeira, Pitinga.

Os coletores de maior eficiência na flotação de cassiterita são os ácidos amino-fosfônicos (42). Vários outros reagentes, referenciados em Oliveira (39) e Oliveira e Adamian (40), são

também empregados na flotação de cassiterita, entre estes estão os sulfosuccinamatos, os derivados do ácido arsênico e do ácido fosfórico, o cetil-sulfato de sódio, os ácidos hidroxâmicos, os ácidos alcano-dicarboxílicos e o salicilaldeído; ácido oléico é utilizado, particularmente, para minérios isentos de fluorita em que o quartzo se constitui no principal mineral de ganga.

3.1.3. Métodos de Beneficiamento Adotados em Pitinga, AM

Os depósitos aluvionares de Pitinga, em função de suas características e porte, são lavrados segundo diferentes procedimentos (43):

- Instalações móveis: são empregadas em jazidas de pequeno volume, em áreas com pedras e fundo rochoso. Após a preparação do bloco a ser lavado, com canais laterais e barragens a jusante e a montante, o desmonte hidráulico é efetuado pelo impacto de jatos d'água executados por monitores. A polpa é levada por gravidade até uma bomba vertical que a bombeia para uma instalação de concentração móvel. A capacidade média de cada uma destas unidades é da ordem de 17.500 m³/mês de minério.
- Instalações flutuantes: neste método uma retro-escavadeira, montada sobre uma balsa, alimenta uma instalação de concentração flutuante. É empregado em jazidas de médio porte, 500.000 a 3.000.000 m³ de aluvião, lavrando cerca de 55.000 m³/mês de aluvião.
- Draga: é utilizada em jazidas de grande porte, com volumes acima de 5.000.000 m³ de aluvião. A lavra é efetuada por sistema mecânico com draga tipo "Bucket Wheel" e o beneficiamento numa instalação flutuante independente; a

capacidade de cada uma destas unidades situa-se ao redor de 100.000 m³/mês de aluvião.

O beneficiamento do minério aluvionar, tanto nas instalações móveis como nas flutuantes, compreende uma etapa de desagregação e classificação do minério através de um "trommel", com o descarte do "oversize" e processamento do "undersize" em três estágios de jigagem; os dois primeiros em jiges Yuba, com duas células de 107 x 107 cm (42x42"), e o terceiro, e último, em jiges tipo Denver, de 61x91 cm (24x36").

No colúvio-elúvio do Granito Madeira a lavra é efetuada mediante desmonte mecânico, seguido de carregamento do minério em caminhões e transporte até uma instalação de concentração fixa, com utilização de jiges e espirais. Esta unidade de concentração, denominada de "PL", deverá sofrer importantes modificações no decorrer do presente ano, visando ampliar a sua capacidade e a recuperação dos minerais pesados. Um fluxograma geral de suas instalações, após as modificações previstas, é apresentado na figura 5.

A concentração do minério é atualmente efetuada através de jigagem, em três estágios, em procedimento idêntico ao do tratamento do minério aluvionar, seguido do processamento dos rejeitos desta operação num circuito de espirais, também em três estágios. O estágio "rougher", efetuado mediante utilização de espirais duplas, modelo LG7 da Mineral Deposits Ltd., fabricada sob licença pela AKW do Brasil, gera um rejeito final, além de concentrado e "middlings", estes últimos reprocessados, por meio de espirais duplas, modelo HG7, apropriadas para materiais com maiores conteúdos de minerais pesados, também fabricadas pela AKW do Brasil. Os concentrados dos jiges representam cerca de duas vezes a massa dos concentrados das espirais, ao passo que a

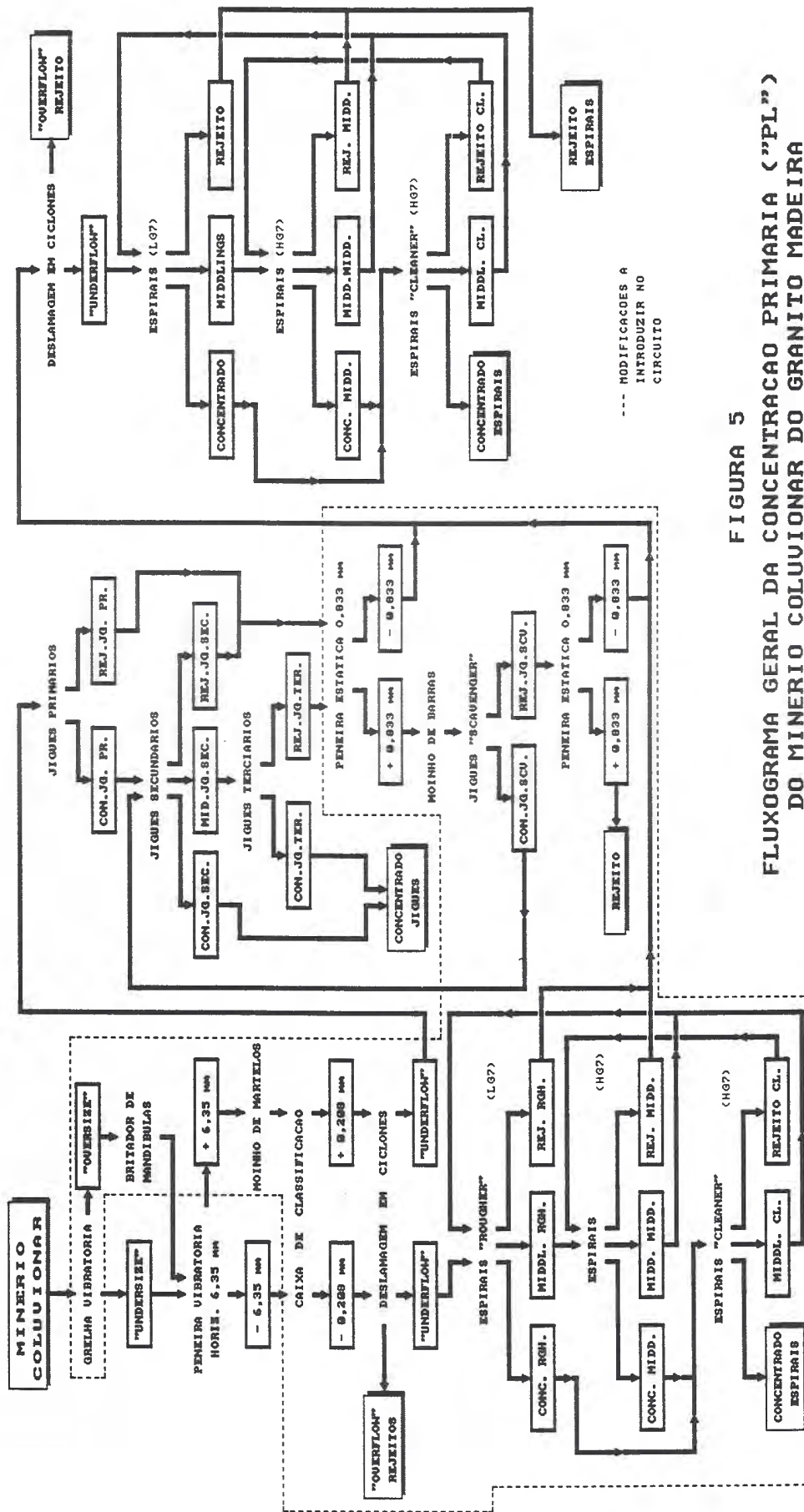


FIGURA 5
 FLUXOGRAMA GERAL DA CONCENTRACAO PRIMARIA ("PL")
 DO MINERIO COLUZIONAR DO GRANITO MADEIRA

relação de estanho contido é da ordem de 5:1.

As principais modificações a serem introduzidas na instalação existente referem-se à substituição de um "trommel", onde são rejeitados os fragmentos maiores que 9,53 mm, por dois estágios de peneiramento, grelha e peneira vibratória, e a inclusão de dois estágios de cominuição com o processamento total dos grossos, através de britador de mandíbulas e moinhos de martelos.

O produto britado a menos 6,35 mm será classificado em caixa deslamadora, seguido de deslamagem em ciclones, em dois circuitos distintos, grossos e finos. Os grossos serão processados na instalação de jigagem atual, gerando um concentrado final e um rejeito de grossos, do qual será recuperada parcela da cassiterita não liberada, através de uma operação de moagem, em moinho de barras, seguida por um estágio adicional de jigagem, "scavenger". Os finos serão processados diretamente num circuito de espirais, sem passar pela etapa de jigagem, gerando um concentrado final e um rejeito de finos.

O rejeito do estágio "scavenger" de jigagem será peneirado em 0,833 mm, através de peneira estática, com o descarte da fração grosseira constituída essencialmente por quartzo. O passante em 0,833 mm será incorporado ao rejeito de finos das espirais, seguido de deslamagem em ciclones e reprocessamento num outro circuito de espirais, com três estágios e similar ao primeiro, gerando um concentrado final e um rejeito final.

As modificações citadas devem aumentar a recuperação de estanho em pelo menos dez por cento em termos absolutos, além de adequar as instalações de concentração ao beneficiamento do minério proveniente dos níveis mais inferiores do perfil de alteração intempérica.

Os pré-concentrados obtidos a partir da lavra e beneficiamento dos aluviões e do colúvio-elúvio do Granito Madeira, com teores variáveis entre 5 e 9 % de Sn e com mais de 80 % em peso do material apresentando densidade superior a 3,30 g/cm³ (44), são reprocessados numa mesma instalação de concentração secundária. A concentração do estanho para atingir os teores comerciais (acima de 60 % de Sn) é executada por meio de jigues, em dois estágios, seguido do reprocessamento dos rejeitos destes em mesas vibratórias, também em dois estágios de concentração.

Uma instalação de concentração a seco, constituída por quatro módulos independentes, deverá iniciar a operação de seus dois primeiros módulos em meados de 1991. Esta instalação, inicialmente projetada para o processamento dos pré-concentrados (45), muito provavelmente deverá se restringir ao processamento dos "middlings" da concentração secundária, visando a obtenção de uma recuperação adicional de cassiterita, além de gerar concentrados de zirconita e de minerais de nióbio. O fluxograma de beneficiamento a ser adotado é apresentado na figura 6.

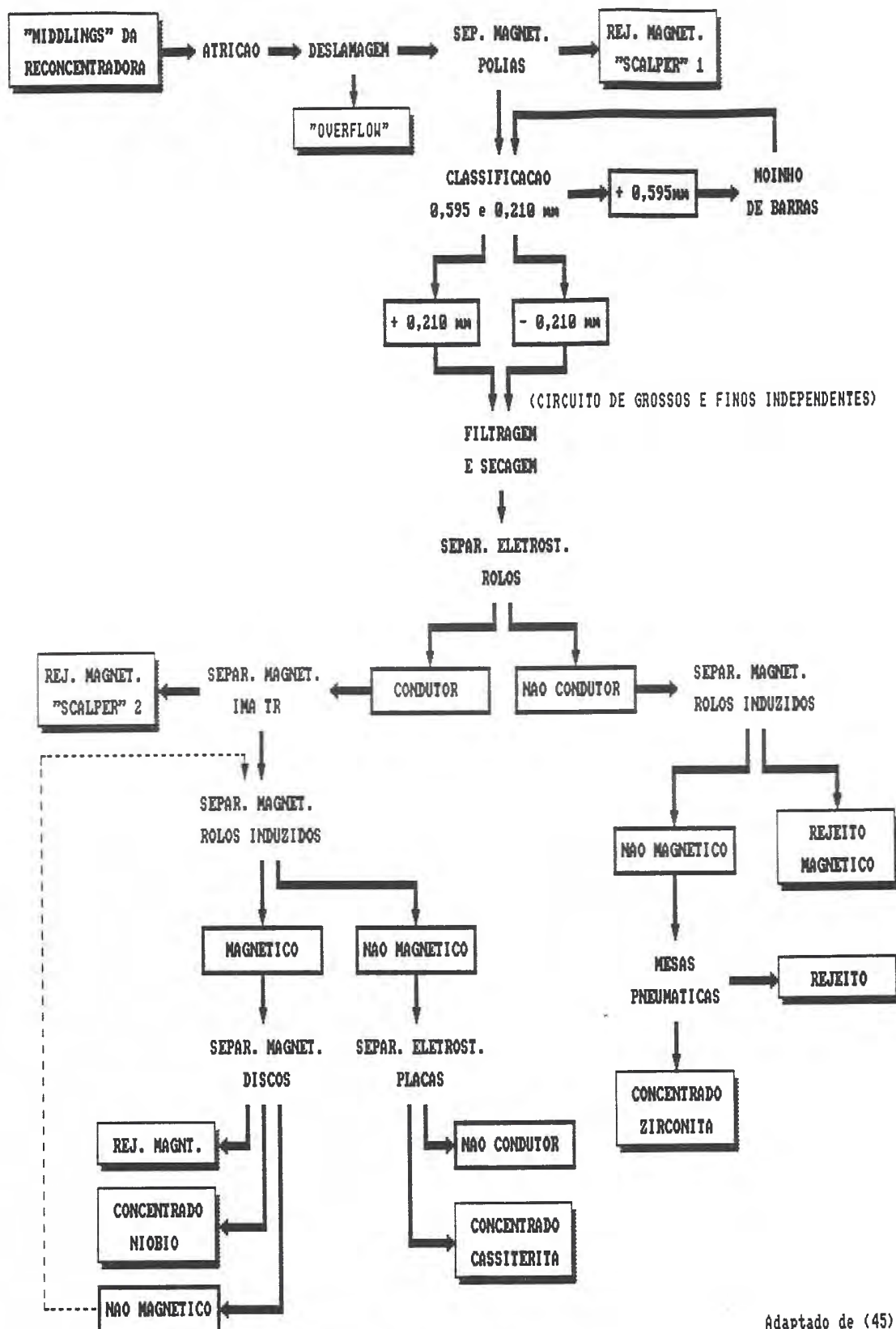


FIGURA 6

FLUXOGRAMA DO BENEFICIAMENTO A SECO DOS "MIDDLINGS" DA CONCENTRAÇÃO SECUNDÁRIA DE PITINGA

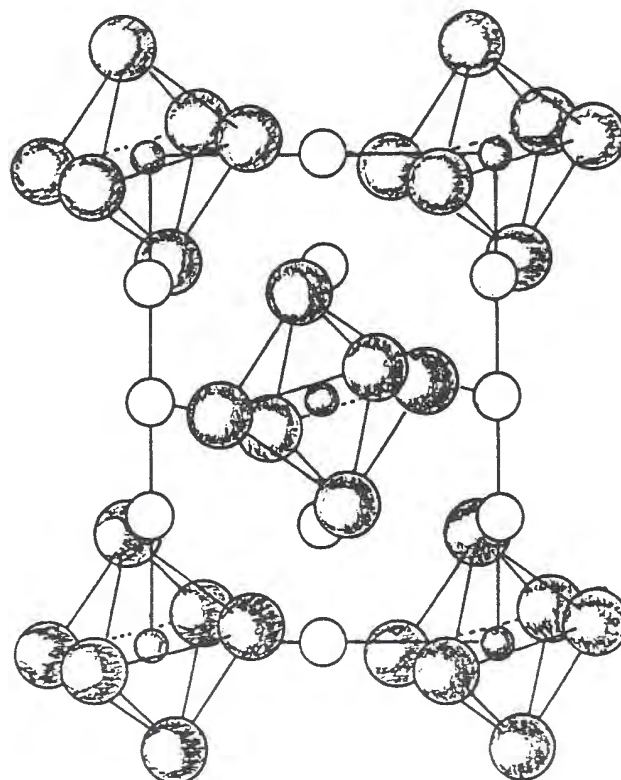
3.2. Criolita

3.2.1. Introdução

A criolita, Na_3AlF_6 , é um mineral salino levemente solúvel em água, cerca de 0,4 g/l, a 25 graus Celsius; cristaliza no sistema monoclinico, apresentando transição reversível para o sistema isométrico a 565 graus Celsius. Sua composição estequiométrica é de 54,4 % de flúor, 12,8 % de alumínio e 32,8 % de sódio, densidade de 2,95 a 3,00 g/cm³ e dureza Mohs de 2,5 (14 e 46). Seu índice de refração, ao redor de 1,339, é muito próximo ao da água, de tal sorte que quando um cristal límpido é imerso em água, este torna-se praticamente invisível. Funde a 1000 graus Celsius, acompanhada de um substancial incremento de volume, cerca de 41 % superior que o apresentado em temperatura ambiente. Sua estrutura molecular é apresentada na figura 7.

A ocorrência de criolita é citada em poucas localidades no mundo, associada principalmente a granitos e pegmatitos peralcalinos. Secundariamente são também citadas ocorrências de criolita e outros fluoretos de alumínio relacionadas a carbonatitos e sílico-carbonatitos, exalações vulcânicas e ambientes aquosos específicos.

Bailey (18), em 1980, apresenta um extenso trabalho sobre as ocorrências mundiais de criolita e demais fluoretos de alumínio conhecidas até então; as dezessete ocorrências confirmadas neste trabalho são apresentadas na figura 8. Adicionalmente, a presença de criolita é citada nas seguintes localidades: União Soviética (19), localização indefinida, Sallent, na Espanha (47) e Pitinga, no Brasil (1).



CELA UNITARIA:



SISTEMA CRISTALINO:

MONOCLINICO

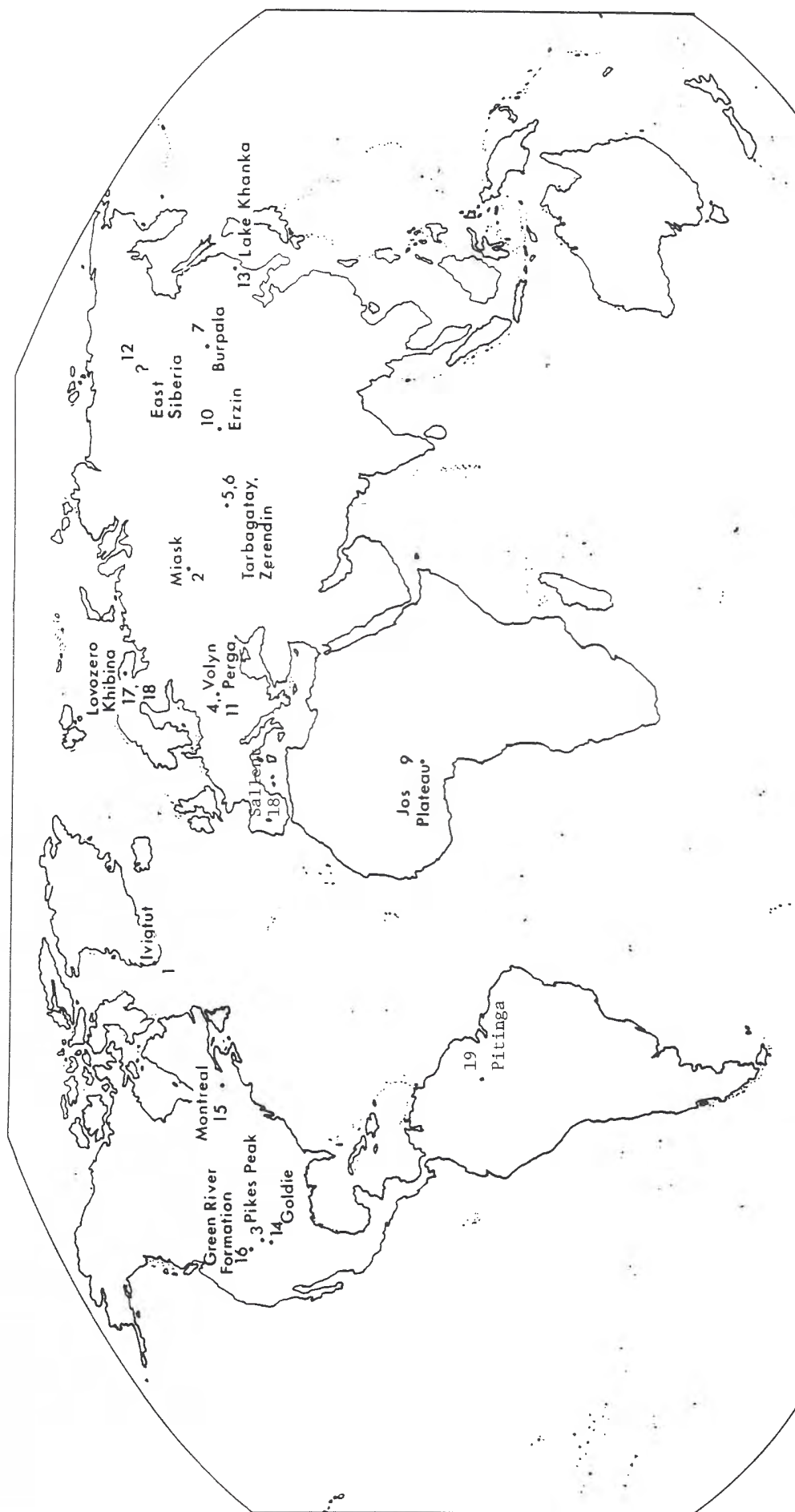
CONSTANTES DO RETICULO CRISTALINO:

a = 5,39 A	$\alpha = \dots$
b = 5,59 A	$\beta = 90^\circ 11'$
c = 7,76 A	$\gamma = \dots$

DISTANCIAS INTERIONICAS:

Al - F = 1,79 a 1,83 A
F - F = 2,51 a 2,62 A
Na - F = 2,23 a 2,32 A

FIGURA 7
ESTRUTURA MOLECULAR DA CRIOLITA



MODIFICADO DE BAILEY (18)

FIGURA 8
LOCALIZACAO DAS OCORRENCIAS CONHECIDAS DE CRIOLITA

Sua exploração comercial deu-se somente em único lugar no mundo, Ivigtut, Fiorde de Arsurk, sudoeste da Groenlândia, pela empresa Kryolitselskabet Oresund A/S, com sede em Copenhague, Dinamarca. Em 1987, após 131 anos de contínuas atividades de mineração, estas foram finalmente paralisadas face à exaustão das reservas, sendo a cava da mina preenchida por água do mar (48).

O depósito de criolita compreende um corpo de pegmatito situado na porção central de um granito com forma de chaminé e diâmetro da ordem de 300 m (18, 49 e 50). Criolita encontra-se associada a feldspato, quartzo, fluorita, chiolita, siderita e topázio, além de conteúdos menores de pirita, arsenopirita, galena, molibdenita, cassiterita, wolframita, columbita, zirconita e uma série de raros fluoretos de alumínio, dentre outros minerais.

Dentre os fluoretos de alumínio, alguns dos quais podendo estar relacionados a processos de alteração da criolita, estão inclusos a thomsenolita, pachnolita e ralstonita, minerais já identificados no apogranito do Madeira, Pitinga, AM. A relação de alguns destes fluoretos e suas respectivas composições é apresentada a seguir:

- chiolita	$\text{Na}_5\text{Al}_3\text{F}_{14}$
- criolitionita	$\text{Na}_3\text{Li}_3\text{Al}_2\text{F}_{12}$
- elpasolita	K_2NaAlF_6
- gearksutita	$\text{CaAl}(\text{OH})\text{F}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- jarlita	$\text{NaSr}_3\text{Al}_3\text{F}_{16}$
- pachnolita	$\text{NaCaAlF}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- prosopita	$\text{CaAl}_2(\text{F}, \text{OH})_8$
- ralstonita	$\text{Na}(\text{MgAl}_5)_6\text{F}_{12}(\text{OH})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- thomsenolita	$\text{NaCaAlF}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$
- weberita	$\text{Na}_2\text{MgAlF}_7$

A principal aplicação da criolita se faz na metalurgia do alumínio, através do processo Hall-Heroult, onde é utilizada no banho de fusão em que a alumina é submetida para a redução eletrotérmica do alumínio. É também empregada na indústria cerâmica, de abrasivos e como agente ativo de alguns inseticidas.

A demanda, bem superior à oferta desta matéria prima mineral, deu origem à produção de criolita sintética a partir de ácido fluorídrico, barrilha e hidróxido de alumínio. No Brasil, a criolita sintética é produzida por este processo pela Nitroquímica, uma empresa do grupo Votorantim.

Outro processo que vem sendo empregado de forma crescente na fabricação de criolita sintética, consiste no aproveitamento do flúor contido na apatita (51 e 52), particularmente nos países de primeiro mundo em que o ácido fluossilícico, liberado na solubilização da rocha fosfática no processo de fabricação de fertilizantes, é reaproveitado, principalmente por força de restrições ambientais. O H_2Si_6F é absorvido em água e tratado com barrilha dando origem ao Na_2SiF_6 e, posteriormente, ao NaF com precipitação da sílica. A solução de NaF , após a filtragem da sílica, é acidificada com H_2SO_4 e misturada com $Al_2(SO_4)_3$ precipitando a criolita, a qual é filtrada, lavada, seca e calcinada.

As especificações de criolita sintética para uso na metalurgia do alumínio, segundo informações da Alcan e Nitroquímica, são:

F	> 51,0 %	SiO ₂	< 0,30 % (1)	< 2,0 % (2)
Na	> 27,0 %	Fe ₂ O ₃	< 0,10 %	
Al	> 12,0 %	CaF ₂	< 6,0 % ou < 3,0 % Ca	(*)

(1) Alcan

(2) Nitroquímica

(*) K. E. Aunsholt, comunicação pessoal

O preço FOB de mercado para o concentrado de criolita natural (93 - 95 %), produzido pela Kryolitselskabet Oresund A/S, em fins de 1990, empregado na metalurgia do alumínio situava-se entre 1.100,00 a 1.180,00 US\$/t, enquanto que para outras aplicações industriais, este valor era da ordem de 1.250,00 US\$/t. Os custos globais de produção, incluindo lavra, transporte oceânico e beneficiamento, se situavam ao redor de 850,00 US\$/t de concentrado produzido (*). O preço da criolita sintética é ligeiramente superior ao da criolita natural.

3.2.2. Concentração de Criolita

A concentração de criolita natural é efetuada essencialmente por flotação. As propriedades físicas da criolita e da ganga usualmente associada não apresentam diferenças expressivas de forma que os métodos densitários, magnéticos e elétricos produzam concentrados com qualidade e recuperações aceitáveis.

Por se tratar de um mineral de rara ocorrência, beneficiado exclusivamente numa única localidade no mundo, praticamente inexistem trabalhos fundamentais a respeito das propriedades físico-químicas de superfície e sobre o comportamento da criolita frente aos diversos surfatantes empregados na indústria mineral.

Uma patente de processo em nome de Fried Krupp Grusonwerk A.G., referenciada em (53), emprega ácidos graxos como coletores de criolita, após a remoção de sulfetos.

(*) K. E. Aunsholt, comunicação pessoal

As características de flotabilidade da criolita são muito similares às da fluorita (54), mineral que comumente ocorre associado em menores proporções. A separação entre estes minerais, na última etapa do processo de concentração de criolita, é efetuada em meio ácido, mediante o uso de sulfonato como coletor, compreendendo uma operação delicada, que requer vários estágios de limpeza.

3.2.3. Beneficiamento da Criolita de Ivigtut

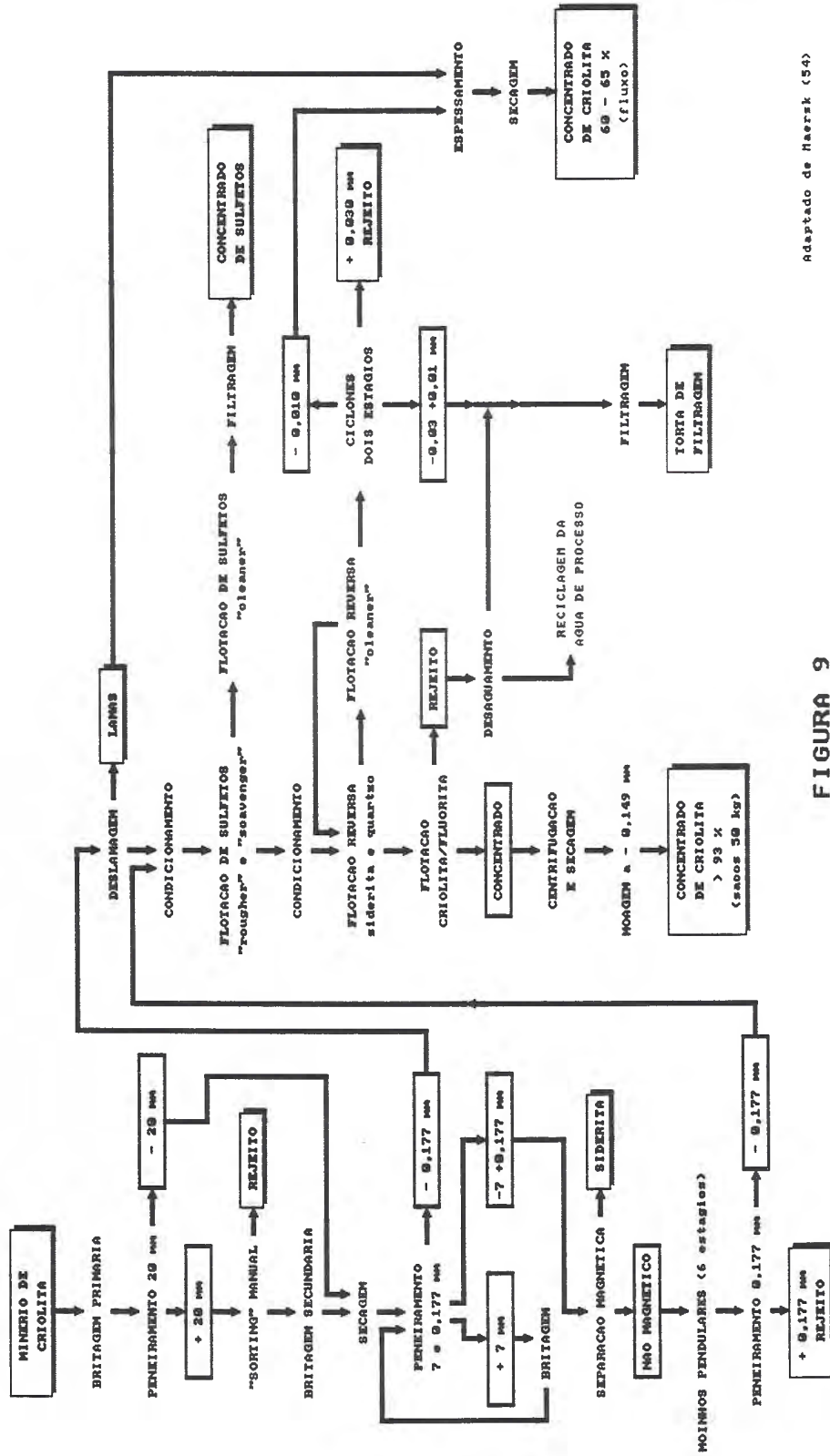
A criolita de Ivigtut foi lavrada a céu aberto até o ano de 1987. O minério era sistematicamente estocado de forma a suprir adequadamente a planta de concentração em Copenhague por um longo período. A britagem, a menos 350 mm, era efetuada previamente ao embarque para Copenhague a uma taxa da ordem de 50.000 a 60.000 toneladas de minério por ano. O transporte, a uma distância de mais de 3.000 km, era efetuado de navio, somente nos meses de verão.

O minério, recebido em Copenhague, era transportado em caminhões até uma área de estocagem coberta, situada junto às instalações de concentração.

A composição típica do minério processado era (54):

criolita	60 %	fluorita	6 %
siderita	10 %	outros minerais	2 %
quartzo e topázio	20 %	umidade	2 %

O esquema do fluxograma de beneficiamento é exposto na figura 9 (54). Informações mais detalhadas sobre algumas das condições adotadas no processo, tais como características dos reagentes e níveis de dosagens, não são apresentadas nos trabalhos publicados.



Adaptado de Haersk (54)

FIGURA 9
FLUXOGRAMA DO BENEFICIAMENTO DE CRIOLITA EM COPENHAGUE

O minério, após um primeiro estágio de britagem, é peneirado em 20 mm. A fração retida, após ser submetida a uma catação manual ("sorting"), em correia, para a retirada de fragmentos de madeira e de minerais de ganga, é britada e incorporada à fração inicialmente passante em 20 mm, previamente à secagem em secador rotativo.

Um último estágio de britagem é efetuado em circuito fechado com peneira de 7 mm, seguido de um peneiramento adicional em 0,177 mm. A fração passante em 0,177 mm, após deslamagem em dois estágios de ciclones, segue diretamente para o circuito de flotação da criolita, ao passo que o retido em 0,177 mm é submetido a separação magnética a seco. Nesta última operação remove-se cerca de 50 % da siderita presente, material este que, após sucessivos estágios de limpeza, é vendido como subproduto.

O não-magnético é submetido a um processo de cominuição seletiva em cinco moinhos pendulares arranjados em série, cada qual em circuito parcialmente fechado com peneiras rotativas. Os passantes em 0,177 mm seguem para o circuito de flotação, enquanto que parte do retido retorna no mesmo moinho e parte segue para o moinho seguinte. O retido no peneiramento do quinto moinho é processado, descontinuamente, num sexto moinho; o produto retido neste último estágio, constituído essencialmente por quartzo e topázio, é descartado como rejeito.

Após a etapa de preparação descrita, a composição da alimentação da flotação passa a ser:

criolita	74 %	fluorita	7 %
siderita	7 %	sulfetos e outros	2 %
quartzo e topázio	10 %		

A primeira etapa de flotação, consistindo na flotação "bulk" de sulfetos com um estágio "rougher" e dois "cleaners", é efetuada em meio levemente ácido, mediante o emprego de xantato como coletor e óleo de pinho como espumante.

Na segunda etapa de flotação, o condicionamento é efetuado em pH 5,5, modulado através da adição de ácido sulfúrico e sulfato de cobre. Siderita e parte do quartzo são flotados em uma polpa a 40 graus Celsius mediante uma mistura de ácido oléico, gasolina e óleo de pinho, enquanto que a criolita é deprimida. Esta etapa compreende um estágio "rougher" e três "cleaners", de forma tal a minimizar as perdas de criolita. O produto do 3º "cleaner" é deslamado em dois estágios de ciclones gerando três frações; a fração acima de 0,03 mm é constituída exclusivamente por siderita e quartzo (rejeito), ao passo que a passante em 0,01 mm, com cerca de 50 % de criolita, contém a maior parcela da criolita perdida na segunda etapa de flotação.

A fração abaixo de 0,01 mm, juntamente com as lamas da etapa de preparação do minério, são espessadas e secadas gerando um produto de segunda qualidade, com cerca de 60 a 65 % em peso de criolita, utilizado como fluxo.

A terceira e última etapa de flotação compreende a separação entre criolita e fluorita. Criolita e alguma fluorita são flotadas em meio ácido utilizando sulfonato como coletor, enquanto que a maior parcela da fluorita e do quartzo e topázio, não flotados na segunda etapa de flotação, são deprimidos. Trata-se de uma flotação difícil frente às similaridades de comportamento entre a criolita e a fluorita, pelo que são necessários vários estágios de limpeza.

O concentrado de criolita é desaguado em centrífuga e secado previamente à remoagem. A recuperação de criolita no processo de

flotação é da ordem de 92 a 93 %.

O rejeito da última etapa de flotação é desaguado e filtrado, conjuntamente com a fração - 0,03 + 0,01 mm da segunda etapa de flotação.

As características dos três tipos de concentrados obtidos são apresentadas a seguir. Os dois primeiros (Ia e Ib), de maior valor agregado e destinados a usos mais nobres, se diferenciam pela quantidade de fluorita e outros fluoretos presentes; o concentrado II, bem mais impuro, encontra aplicação como fluxo na indústria cerâmica.

	Ia	Ib	II
% criolita	98,0-98,5	93-94	60-65
% Fe ₂ O ₃	< 0,10	< 0,10	
% SiO ₂	< 0,25-0,30	< 0,25-0,30	

A recuperação global do processo, incluindo a extração química e recuperação de finos, situa-se ao redor de 97 %.

Informações complementares sobre o beneficiamento da criolita de Ivigtut, obtidas por intermédio do engenheiro K. E. Aunsholt e do geólogo J. Gothenborg, dadas ao seu caráter inédito e pessoal, são apresentadas no Apêndice, ao final desta tese.

4. AMOSTRAS ESTUDADAS

Conforme mencionado anteriormente, os trabalhos aqui considerados foram subdivididos em três etapas, cada qual com um objetivo específico e efetuado sobre uma amostra determinada.

Os critérios de amostragem foram estabelecidos pela Mineração Taboca S.A., de acordo com as informações geológicas disponíveis ao início de cada uma das etapas. Todas as amostras foram compostas a partir de testemunhos de sondagens, face à inexistência de afloramentos da rocha sã do apogranito.

A primeira etapa, compreendendo a realização de estudos de caracterização do minério primário do Granito Madeira, teve por base uma amostra composta a partir de um único furo de sondagem (LP 1250 - F 1750). O objetivo desta etapa foi determinar a composição mineralógica do minério, a forma de ocorrência e a granulometria de liberação dos minerais portadores dos vários elementos de possível interesse econômico (1). Esta amostra, no presente trabalho, é denominada "Granito Cinza 1".

Definido os minerais de interesse, a segunda etapa consistiu na realização de estudos de desenvolvimento de processos de concentração, em escala descontínua (2). A amostra considerada, encaminhada pela Mineração Taboca S.A., compreendeu a composição dos testemunhos de vários furos de sondagens situados na linha LP 1250, englobando as diferentes subfácies do apogranito, recebendo aqui a denominação de "Granitos Cinza e Vermelho Compostos". Detalhes sobre os furos de sondagens considerados e respectivos intervalos não foram fornecidos.

A terceira e última etapa, tendo por enfoque principal a realização de estudos de flotação da criolita (3), foi conduzida com a amostra denominada "Granito Cinza 2", cujos intervalos de

sondagens foram encaminhados isoladamente para a composição da amostra estudada.

A localização dos furos de sondagens que deram origem às amostras "Granito Cinza 1" e "Granito Cinza 2" é apresentada na figura 10.

As massas das amostras consideradas em cada uma das etapas foram:

- . "Granito Cinza 1" - 50 kg;
- . "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" - cerca de 300 kg;
- . "Granito Cinza 2" - 535 kg.

As composições químicas são apresentadas na tabela 1.

A amostra "Granito Cinza 1", com teor de flúor mais elevado aliado a um baixo teor de cálcio, é a mais representativa da porção mineralizada em criolita, enquanto que a "Granito Cinza 2" apresenta conteúdos mais expressivos de thomsenolita e pachnolita.

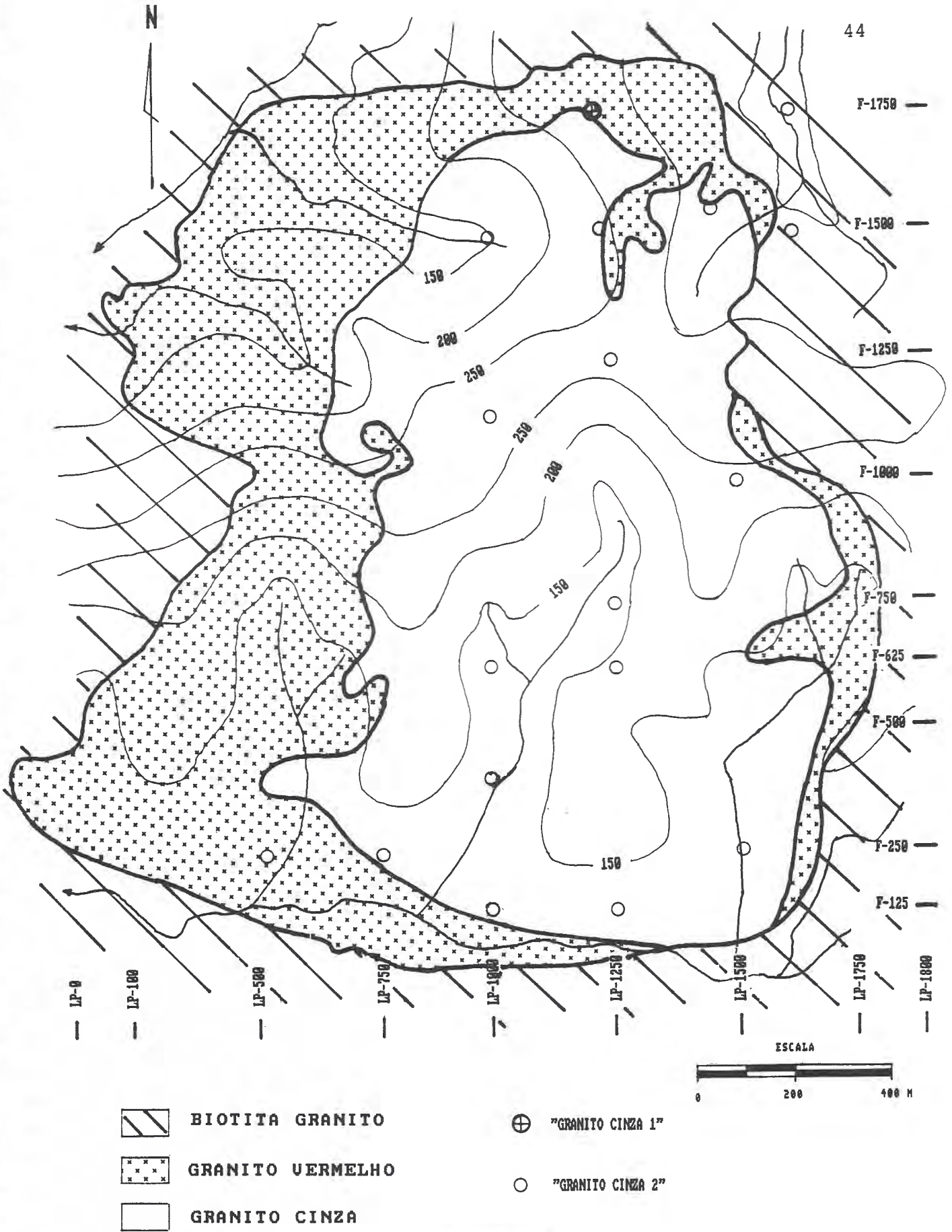


FIGURA 10

LOCALIZACAO DOS FUROS DE SONDAGENS CONSIDERADOS NA COMPOSICAO DAS AMOSTRAS ESTUDADAS

TABELA 1
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DAS AMOSTRAS ESTUDADAS (%)

	Granito Cinza 1	Granito Cinza Vermelho Comp.	Granito Cinza 2
SiO ₂	70,6	69,6	69,5
Al ₂ O ₃	13,8	14,0	12,6
Fe ₂ O ₃	3,67	3,51	2,73
MnO	n.d.	n.d.	0,05
MgO	0,023	n.d.	0,017
CaO	0,14	0,97	0,69
Na ₂ O	5,59	5,91	5,09
K ₂ O	3,88	n.d.	3,92
P ₂ O ₅	< 0,02	0,03	0,03
F	2,99	1,60	2,60
ZrO ₂	0,82	0,89	0,71
Sn	0,19	0,14	0,15
Nb ₂ O ₅	0,15	0,15	0,18
Ta ₂ O ₅	0,03	0,02	0,02
Y ₂ O ₃	0,038	0,034	< 0,01
P.F.	0,96	n.d.	n.d.

n.d. - não determinado

5. CARACTERIZAÇÃO DA AMOSTRA "GRANITO CINZA 1"

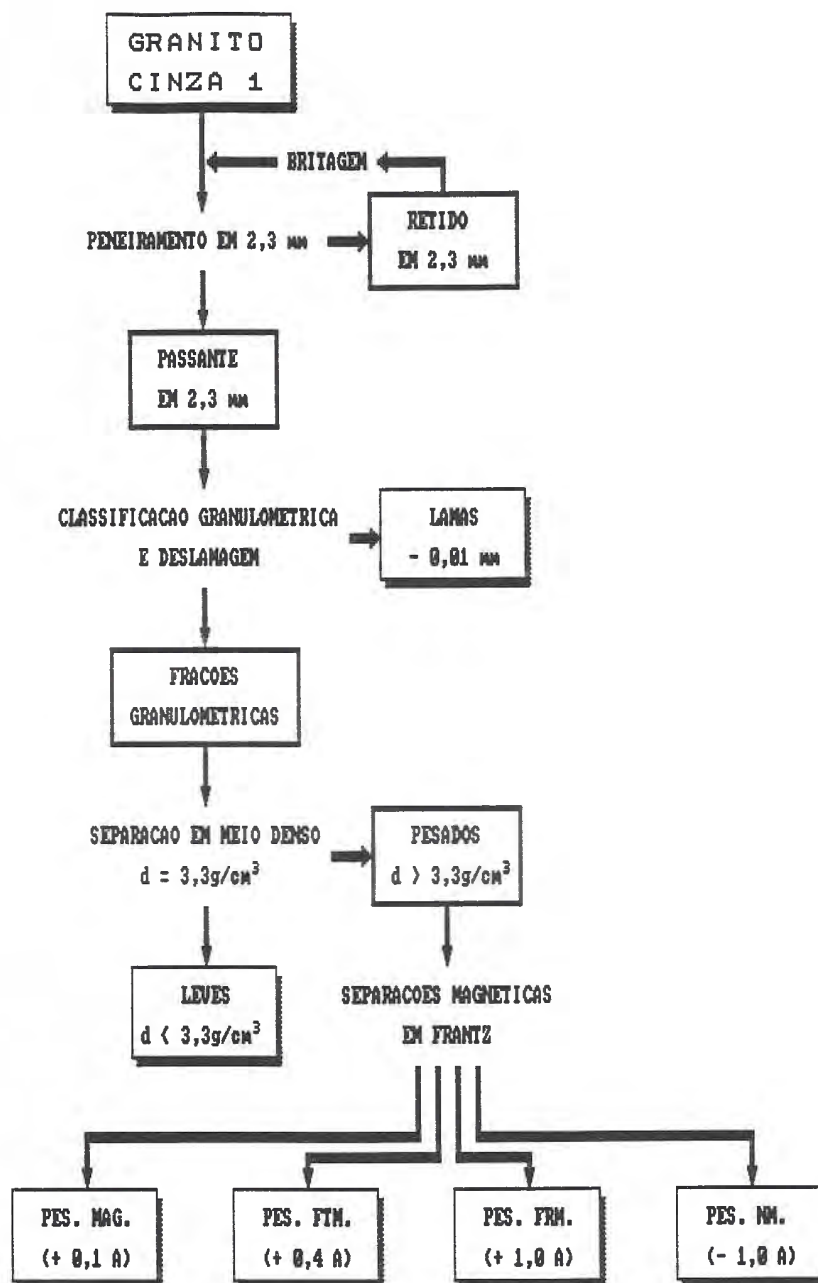
5.1. Metodologia Adotada

A amostra "Granito Cinza 1", após homogeneização, foi submetida ao procedimento experimental apresentado na Figura 11, descrito a seguir. Foram processados cerca de 30 kg de amostra, de forma a minimizar eventuais erros de amostragem, comuns com minérios de baixos teores.

A malha de moagem considerada, 2,3 mm (8 malhas Tyler), foi estabelecida em função de características do circuito de concentração então empregado para o processamento para o beneficiamento do minério colúvio-eluvionar; todo o material retido nesta fração foi cominuído em moinho de rolos, em circuito fechado com peneira.

A classificação granulométrica foi efetuada por peneiramento a úmido em peneiras com telas de 1,19, 0,595, 0,297, 0,149 e 0,053 mm de abertura, respectivamente, 14, 28, 48, 100 e 270 malhas Tyler; seguiu-se uma deslamagem em ciclone de 25 mm de diâmetro, com corte aproximado em 0,01 mm.

Nas separações em meio denso utilizaram-se o bromofórmio industrial e o di-iodeto de metileno, respectivamente com densidades de 2,80 e 3,30 g/cm³. Os produtos flutuados em densidade 2,80 g/cm³ foram compostos com os de densidades intermediárias entre 2,80 e 3,30 g/cm³ para fins de análises químicas e mineralógicas, originando um produto denominado "leves" ($d < 3,30$ g/cm³). As separações foram efetuadas de acordo com os procedimentos usuais descritos na literatura (55, 56 e 57); em bôquer para o material acima de 0,595 mm (28 malhas Tyler), em funil para a fração contida no intervalo de 0,595 a



NOTA: AS ANALISES QUIMICAS E MINERALOGICAS FORAM EFETUADAS NA AMOSTRA TAL QUAL E NOS PRODUTOS FINAIS

FIGURA 11
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL ADOTADO NA CARACTERIZACAO
DA AMOSTRA "GRANITO CINZA 1"

0,297 mm (28 e 48 malhas Tyler) e em centrífuga para as aquelas abaixo de 0,297 mm.

Análises químicas de acompanhamento foram efetuadas em todos os produtos obtidos. Análises mineralógicas foram realizadas através de microscópio de polarização, Ortholux Pol BkII, marca Leitz, (58, 59, 60, 61 e 62), com eventual suporte de difratometria de raios X (63, 64, 65 e 66).

Para a determinação do grau de liberação dos minerais pesados foram confeccionadas lâminas fixas, do tipo secção delgada/polida, a partir de alíquotas dos produtos obtidos na separação em Frantz. Tal montagem permite a observação da mesma preparação seja por luz transmitida, seja por luz refletida, facilitando expressivamente a diferenciação entre os vários minerais e, conseqüentemente, minimizando os erros de avaliação. Os resultados de grau de liberação obtidos para os vários produtos analisados, segundo os procedimentos descritos por Gaudin (67), foram ponderados para cada fração e, posteriormente, para a amostra, considerando a distribuição dos elementos ou dos óxidos indicativos de cada mineral: Sn para a cassiterita, ZrO₂ para a zirconita, Nb₂O₅ para os "niobatos" e ThO₂ para a torita. Para a avaliação do grau de liberação da criolita tomou-se em conta uma alíquota dos produtos com densidades intermediárias entre 2,80 e 3,30 g/cm³.

5.2. Resultados de Análise Granulométrica e Química por Fração

Os resultados da análise granulométrica do material cominuído a menos 2,3 mm, tabela 2, indicam uma expressiva parcela da amostra retida em 0,595 mm (28 malhas Tyler), cerca de 72 % em peso, granulação acima da qual os minerais de interesse

TABELA 2
 AMOSTRA "GRANITO CINZA 1" - ANALISE GRANULOMETRICA E QUIMICA POR FAIXA

FRACAO (mm)	% EM PESO retida acumulada	TEORES (%)						DISTRIBUICAO (%)					
		Sn	ZrO2	Nb2O5	Y2O3	F	Sn	ZrO2	Nb2O5	Y2O3	F		
- 2,3 + 1,19	46.00	0.17	0.58	0.15	0.027	2.99	40.55	34.00	41.40	38.82	45.34		
- 1,19 + 0,595	25.71	0.17	0.90	0.14	0.032	2.89	22.66	29.49	21.60	25.71	24.50		
- 0,595 + 0,297	11.33	0.21	1.48	0.16	0.037	3.08	12.34	21.37	10.88	13.10	11.50		
- 0,297 + 0,149	6.84	0.31	1.07	0.24	0.037	2.80	10.99	9.33	9.85	7.91	6.31		
- 0,149 + 0,053	6.11	0.27	0.49	0.27	0.042	3.55	8.55	3.82	9.90	8.02	7.15		
- 0,053 + 0,010	3.27	0.26	0.43	0.30	0.058	4.50	4.41	1.79	5.89	5.93	4.85		
- 0,010	0.74	0.13	0.21	0.11	0.022	1.40	0.50	0.20	0.49	0.51	0.34		
TOTAL CALCULADO	100.00	0.19	0.78	0.17	0.032	3.03	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00		
TOTAL DOSADO		0.23	0.82	0.15	0.038	2.99							

encontram-se preferencialmente em agregados poliminerálicos, não liberados.

Teores mais elevados de estanho e nióbio são observados para o intervalo entre 0,297 e 0,01 mm, para o ítrio e o flúor entre 0,149 e 0,01 mm e para o zircônio entre 1,19 e 0,149 mm.

5.3. Composição Mineralógica e Grau de Liberação

A composição mineralógica do "Granito Cinza 1", tabela 3, foi determinada através da interação entre os resultados das estimativas efetuadas ao microscópio de polarização, da partição dos elementos ou óxidos indicativos dos minerais de interesse nos ensaios de separações minerais e das análises químicas disponíveis.

TABELA 3

AMOSTRA "GRANITO CINZA 1" - COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA ESTIMADA (%)

feldspato sódico	34	criolita	4,7
feldspato potássico	27	fluorita	0,20
quartzo	29	cassiterita	0,24
mica	1,6	zirconita	1,4
anfíbólio	0,3	niobatos	0,20
sulfetos	0,04	torita	traços
magnetita/ilmenita	1,1	xenotima	0,01

Os resultados da determinação do grau de liberação de cassiterita, zirconita e minerais portadores de nióbio são apresentados na tabela 4. Os valores acumulados abaixo de uma determinada fração, referidos exclusivamente à condição de moagem empregada, podem ser considerados como valores orientativos para uma condição de moagem diversa da adotada.

Algumas das principais feições dos minerais presentes são apresentadas nas fotomicrografias 9 a 18.

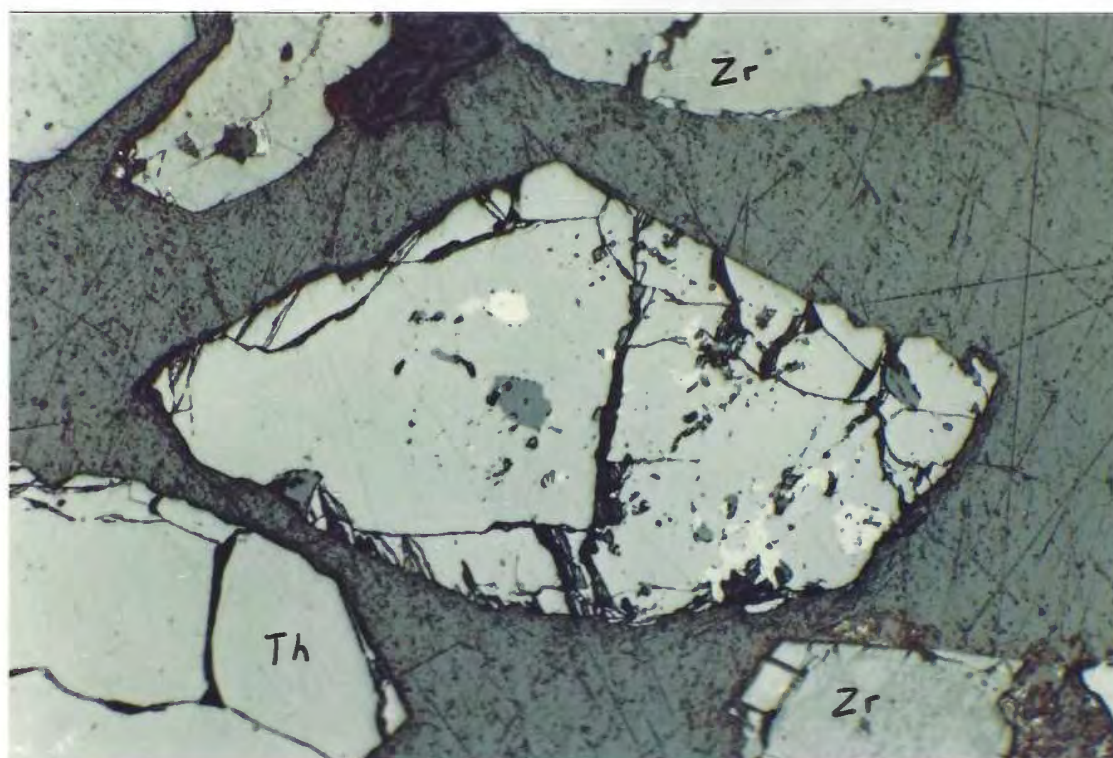
TABELA 4

AMOSTRA "GRANITO CINZA 1" - ESTIMATIVA DO GRAU DE LIBERACAO

FRACAO (mm)	na fracao (%)			acumulado abaixo (%)		
	Cassiterita	Zirconita	Niobatos	Cassiterita	Zirconita	Niobatos
- 2,3 + 1,19	n.d.	< 1	n.d.	n.d.	40	n.d.
- 1,19 + 0,595	< 10	34	< 1	< 45	61	37
- 0,595 + 0,297	47	77	20	69	82	58
- 0,297 + 0,149	70	86	64	81	90	75
- 0,149 + 0,053	88	96	78	90	97	81
- 0,053 + 0,010	92-94	99	> 90	93	99	> 90
TOTAL CALCULADO	n.d.	40	n.d.			

n.d. - nao determinado

Nota: o grau de liberacao da criolita e dos demais minerais de interesse sao discutidos no texto

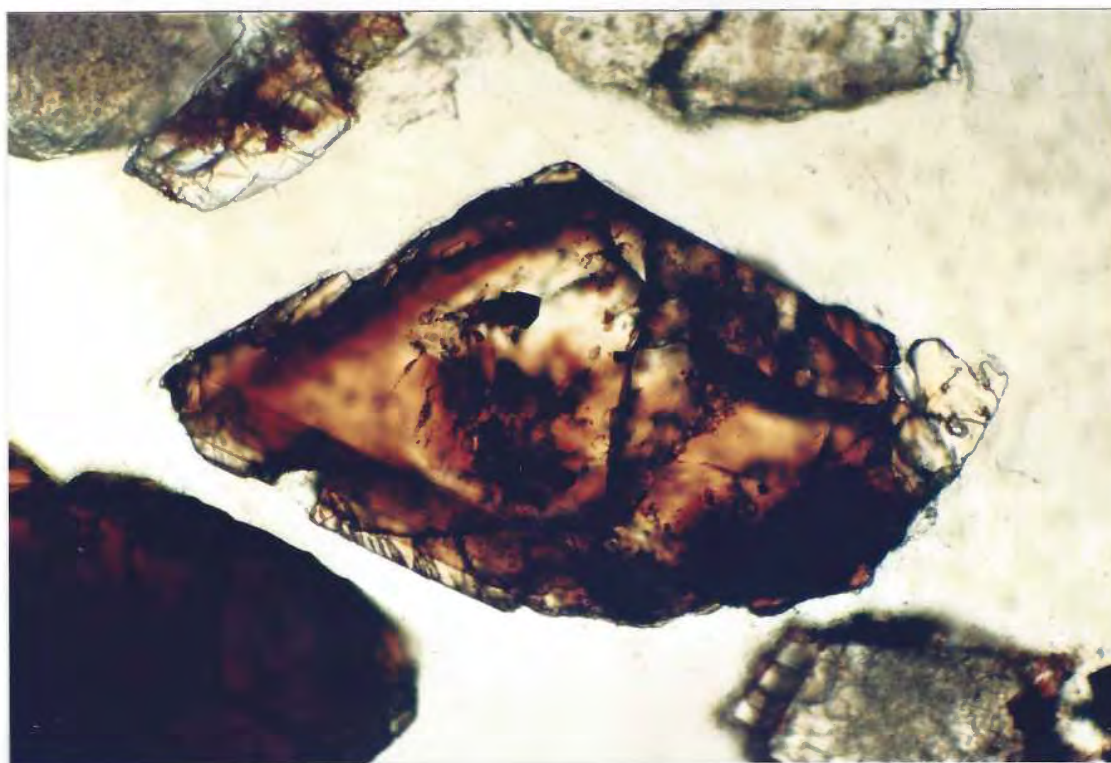


FOTOMICROGRAFIA nº 9

Amostra: Granito Cinza 1, N. MAG (- 0,297 + 0,149 mm)

0,10 mm

Secção delgada/polida sob luz refletida. Cassiterita com microinclusões de silicatos (cinza escuro) e de columbita-tantalita (? - branco), ao lado de zirconita (Zr) e torita (Th).

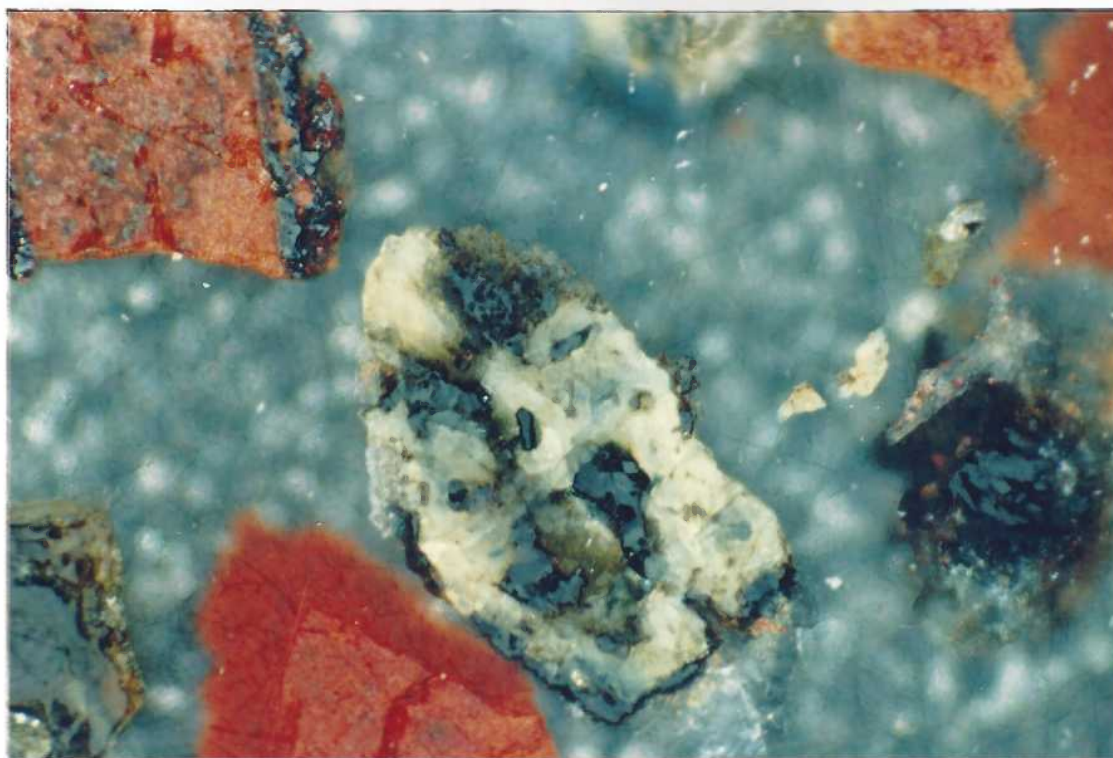


FOTOMICROGRAFIA nº 10

Amostra: Granito Cinza 1, N. MAG (- 0,297 + 0,149 mm)

0,10 mm

Idem fotomicrografia anterior sob luz transmitida.

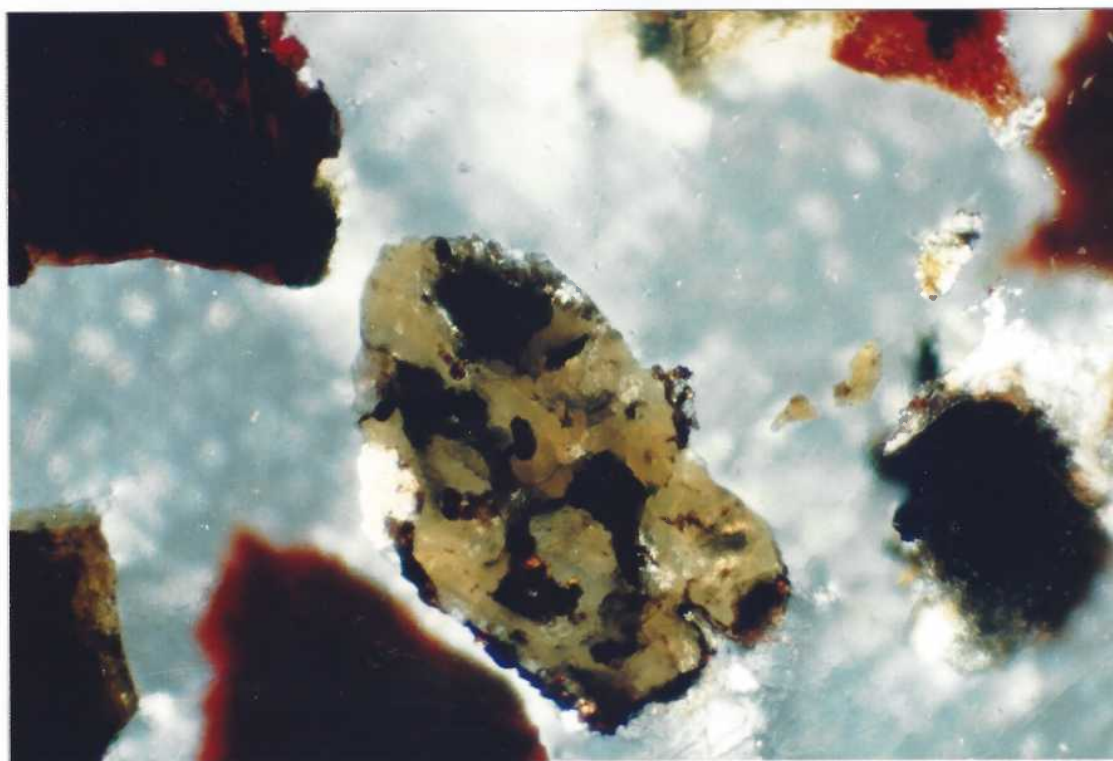


FOTOMICROGRAFIA nº 11

Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 0,297 + 0,149 mm)

0,10 mm

Secção delgada/polida sob nicóis cruzados, em luz refletida. Agregado intercrescido de columbita-tantalita com pirocloro, ao lado de grãos de oxi-hidróxidos de ferro (vermelho).

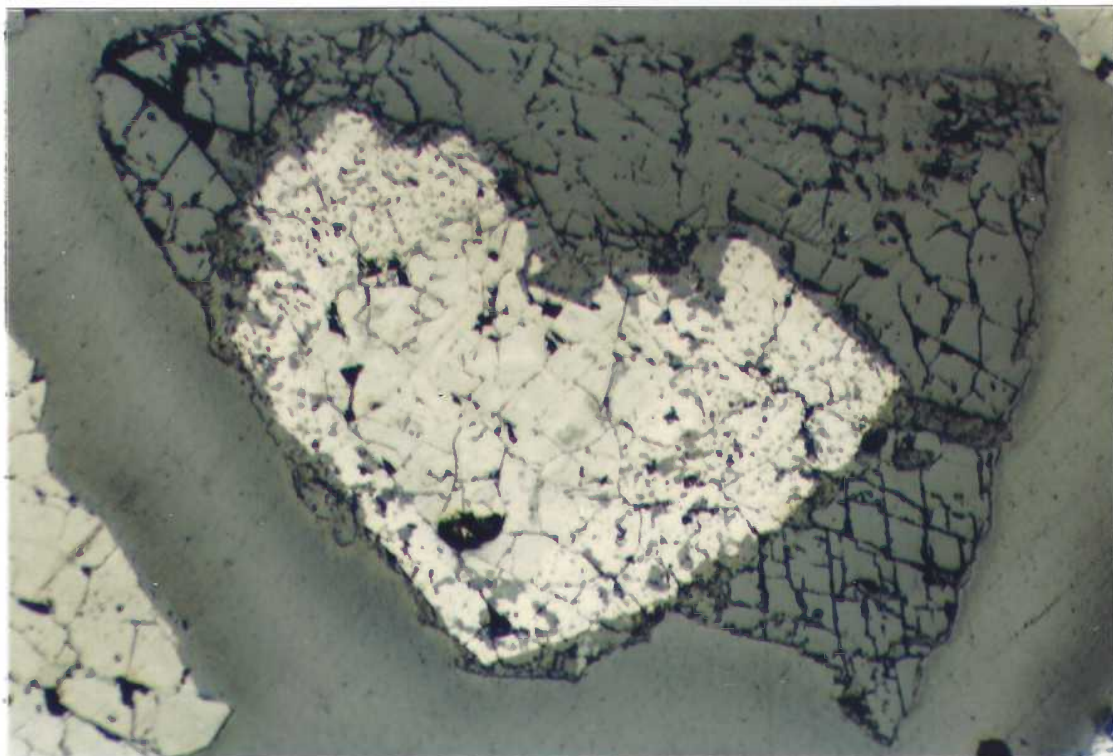


FOTOMICROGRAFIA nº 12

Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 0,297 + 0,149 mm)

0,10 mm

Idem fotomicrografia anterior sob luz transmitida.

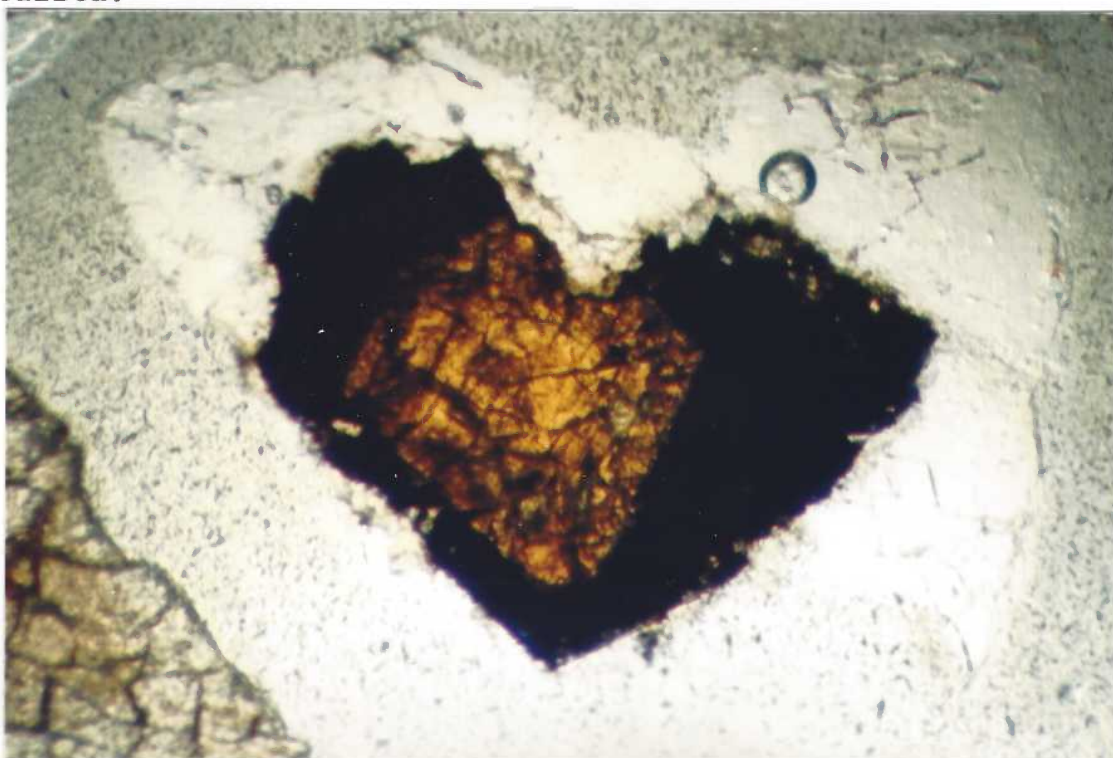


FOTOMICROGRAFIA nº 13

Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 1,19 + 0,595 mm)

0,15 mm

Secção delgada/polida sob luz refletida. Grão misto de "niobato" (centro) com feldspato (cinza escuro). "Niobato" mostrando zoneamento, núcleo de pirocloro com auréola de columbita-tantalita.



FOTOMICROGRAFIA nº 14

Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 1,19 + 0,595 mm)

0,15 mm

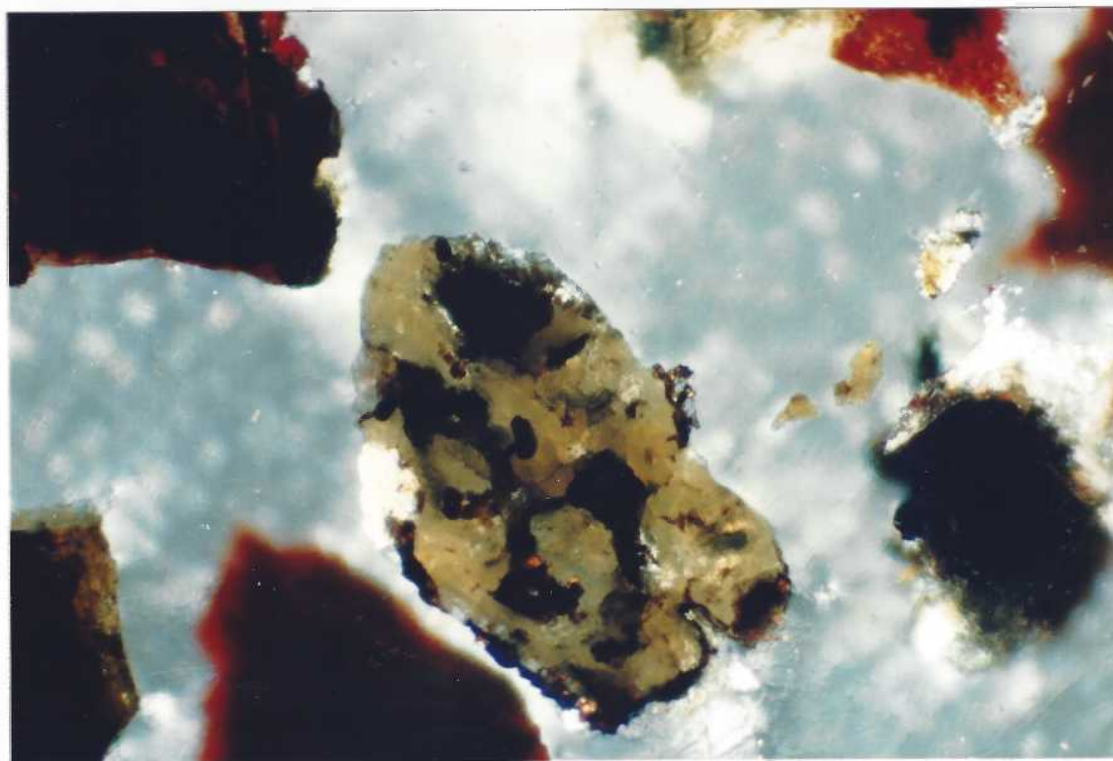
Idem fotomicrografia anterior sob luz transmitida. O núcleo de pirocloro é ressaltado.



FOTOMICROGRAFIA nº 11
 Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 0,297 + 0,149 mm)

0,10 mm

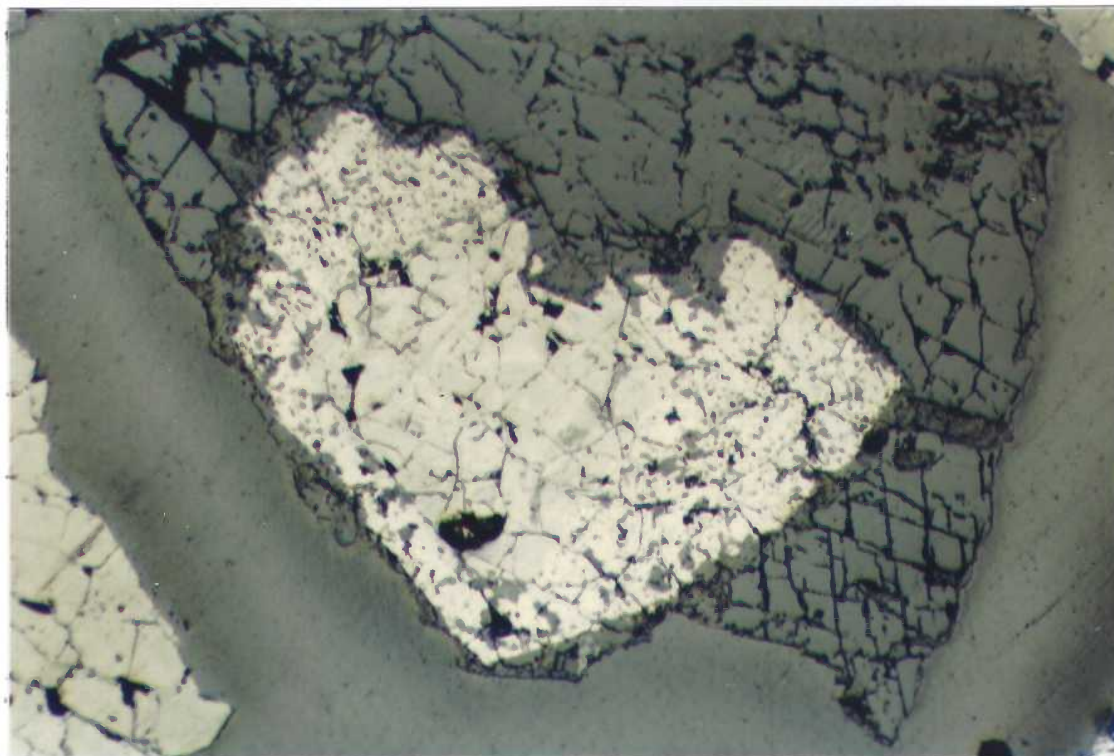
Secção delgada/polida sob nicóis cruzados, em luz refletida.
 Agregado intercrescido de columbita-tantalita com pirocloro, ao
 lado de grãos de oxi-hidróxidos de ferro (vermelho).



FOTOMICROGRAFIA nº 12
 Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 0,297 + 0,149 mm)

0,10 mm

Idem fotomicrografia anterior sob luz transmitida.

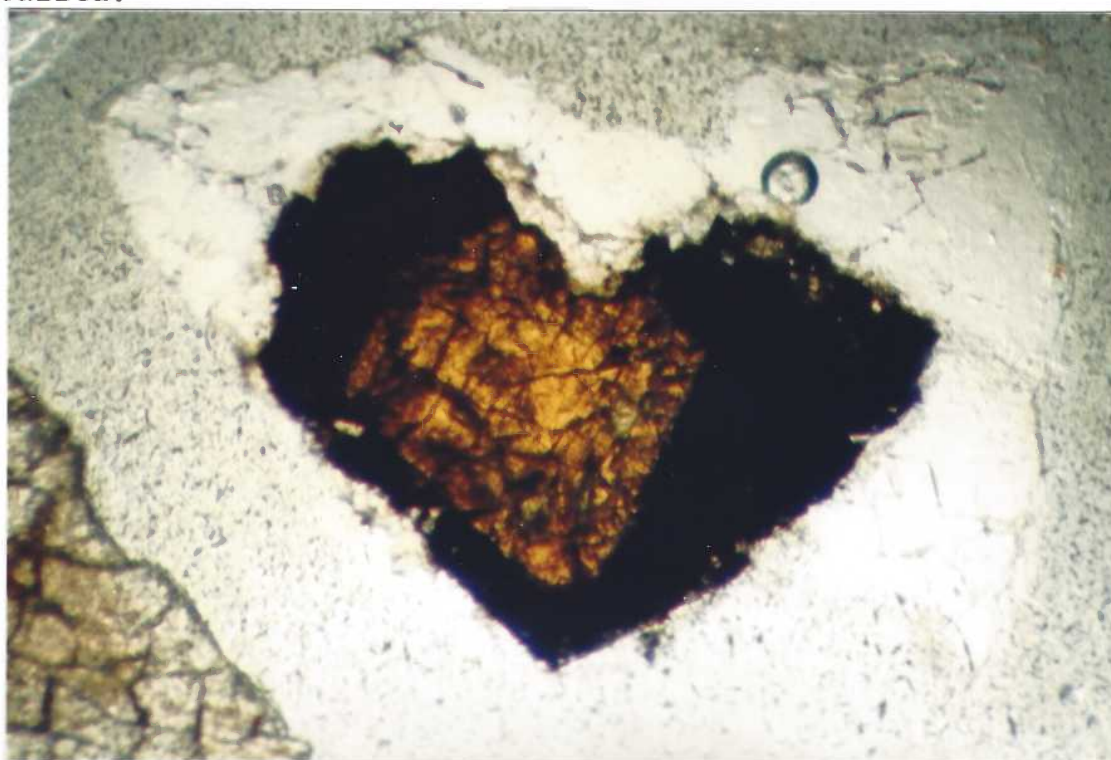


FOTOMICROGRAFIA nº 13

Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 1,19 + 0,595 mm)

0,15 mm

Secção delgada/polida sob luz refletida. Grão misto de "niobato" (centro) com feldspato (cinza escuro). "Niobato" mostrando zoneamento, núcleo de pirocloro com auréola de columbita-tantalita.

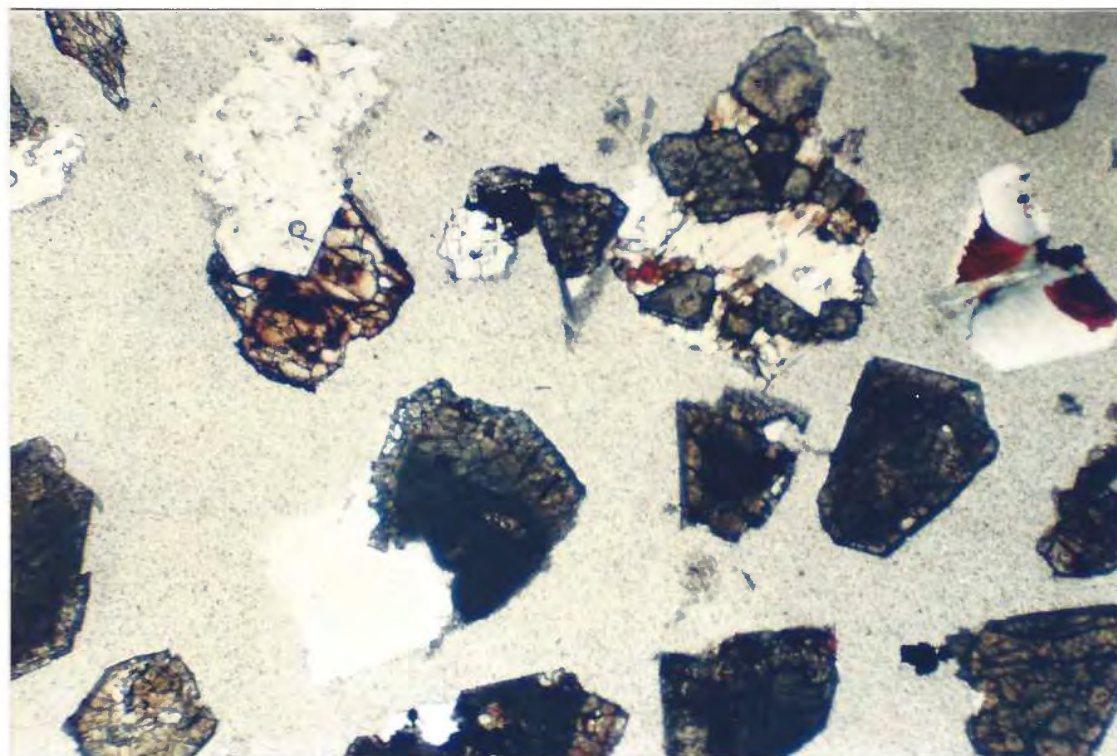


FOTOMICROGRAFIA nº 14

Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 1,19 + 0,595 mm)

0,15 mm

Idem fotomicrografia anterior sob luz transmitida. O núcleo de pirocloro é ressaltado.

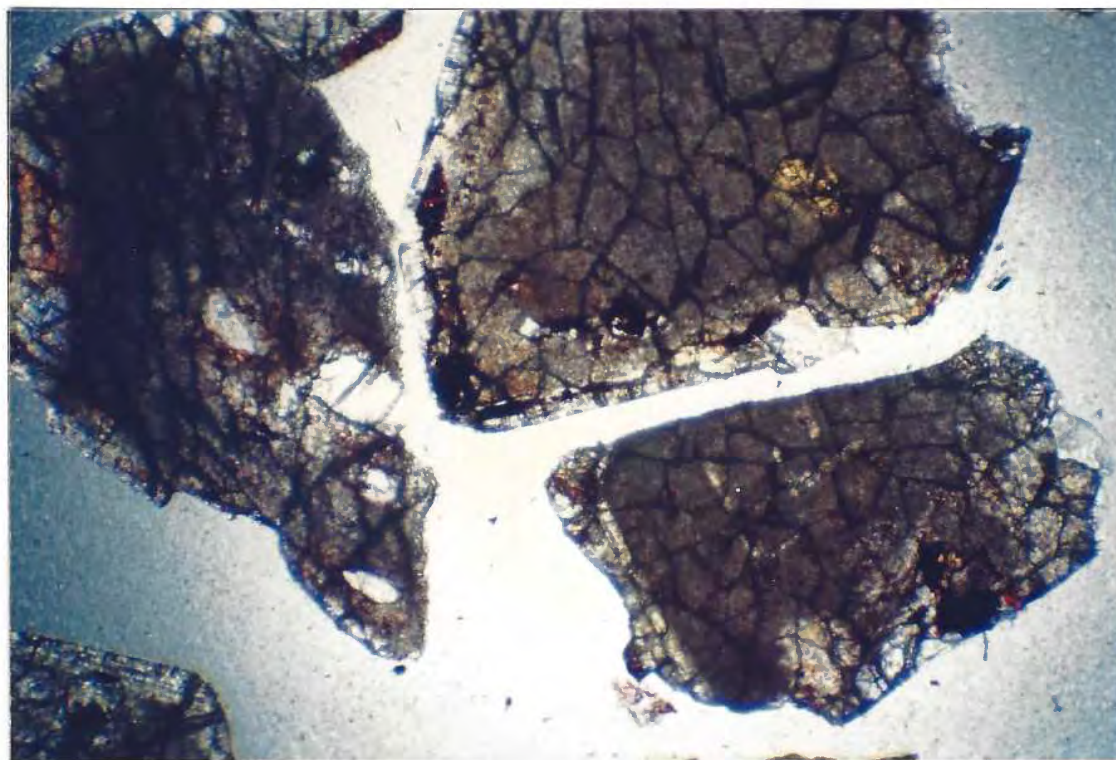


FOTOMICROGRAFIA nº 15

Amostra: Granito Cinza 1, N. MAG (- 1,19 + 0,595 mm)

1,00 mm

Secção delgada/polida sob luz transmitida. Predomínio de grãos mistos de zirconita e cassiterita com silicatos (branco). Notar idiomorfismo e feições de zoneamento interno da zirconita.

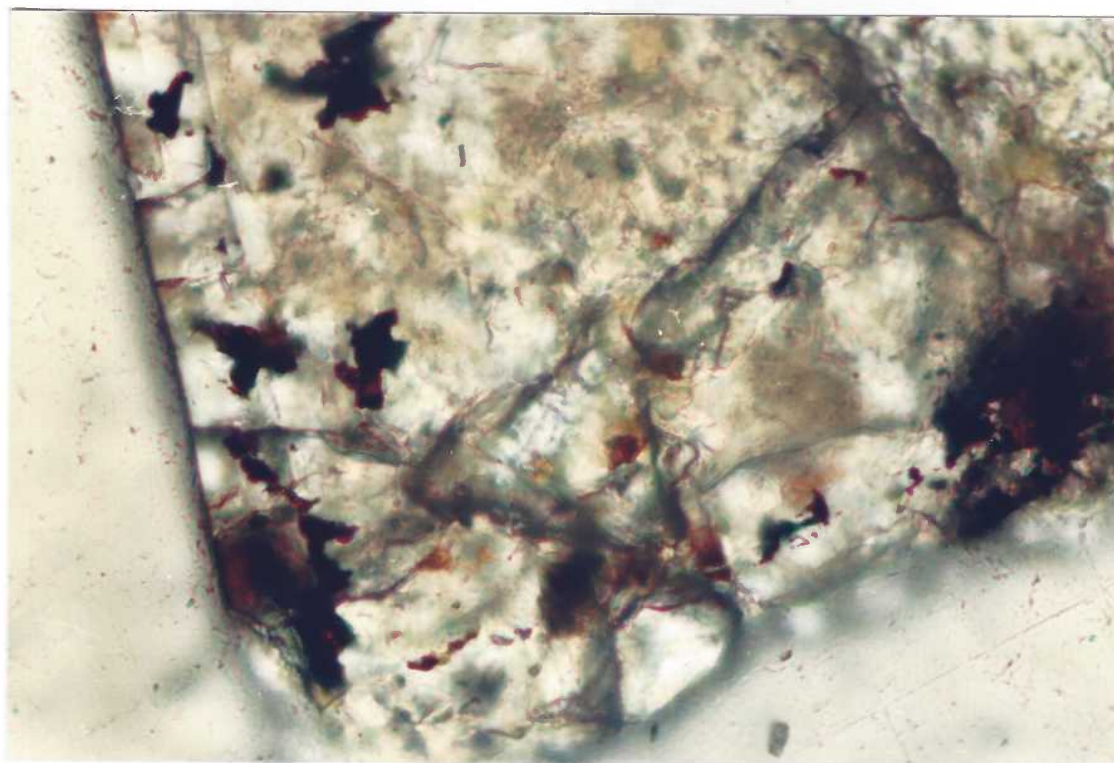


FOTOMICROGRAFIA nº 16

Amostra: Granito Cinza 1, N.MAG (- 1,19 + 0,595 mm)

0,20 mm

Grãos de zirconita com zoneamento nas bordas e inclusões de natureza diversa (pirocloro, silicatos e oxi-hidróx. de ferro).

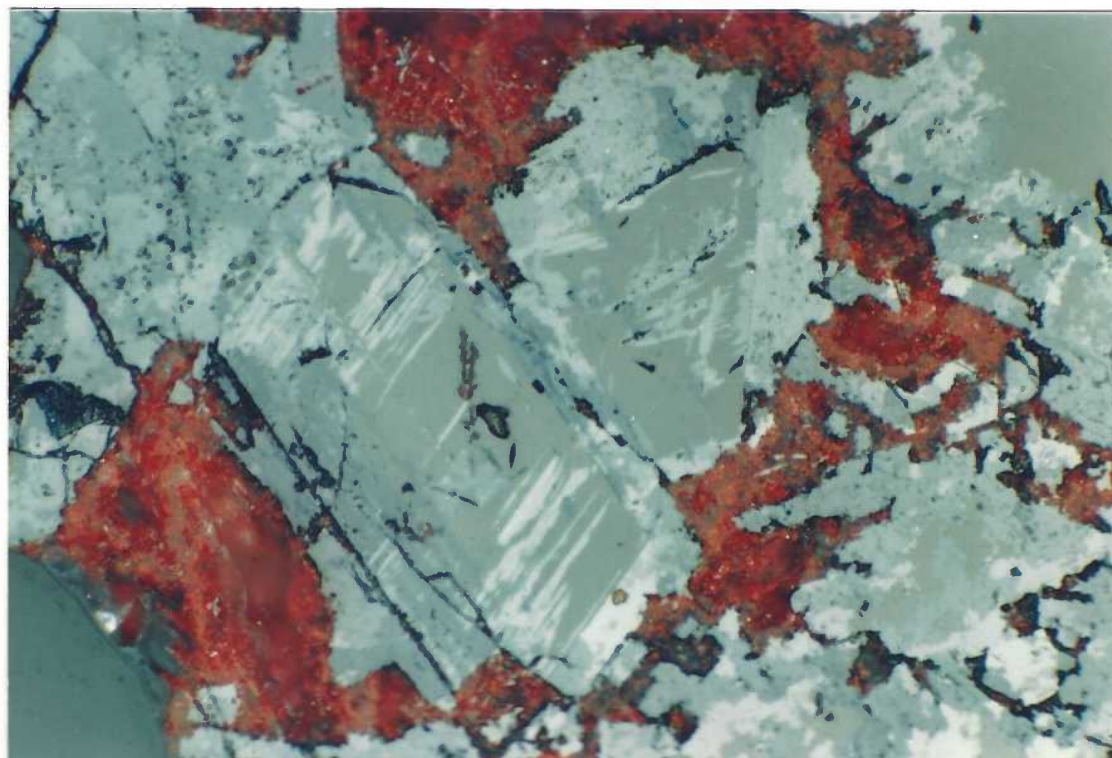


FOTOMICROGRAFIA nº 17

Amostra: Granito Cinza 1, FRM (- 0,297 + 0,149 mm)

0,16 mm

Detalhe de um grão de zirconita apresentando bordas com feições de zoneamento, além de inclusões de opacos (oxi-hidróxidos de ferro e outros).



FOTOMICROGRAFIA nº 18

Amostra: Granito Cinza 1, MAG (- 2,3 + 1,19 mm)

0,10 mm

Secção delgada/polida sob luz refletida. Agregado de titanomagnetita intercrescido com silicatos (vermelho). Ilmenita (cinza claro) ocorre como ex-solução e nas bordas da magnetita (cinza).

5.3.1. Cassiterita

A cassiterita, representando 0,24 % em peso, mostra enriquecimento no intervalo granulométrico compreendido entre 0,297 e 0,053 mm (48 a 270 malhas Tyler).

Nos ensaios de separações minerais concentra-se no produto pesado não magnético (PES. NM), onde são verificados teores de até 14 % de Sn. Salienta-se a presença de uma significativa parcela de cassiterita magnética associada aos produtos pesados fracamente magnético (PES. FRM) e, secundariamente, fortemente magnético (PES. FTM), representando cerca de 19 % do total de cassiterita contida.

Grau de liberação da ordem de 80 % é observado para material acumulado abaixo de 0,297 mm. Os grãos mistos correspondem, essencialmente, a associações de cassiterita com silicatos; inclusões de silicatos e de columbita-tantalita são pouco frequentes.

5.3.2. Zirconita

A zirconita constitui 1,4 % em peso da amostra. Nos ensaios de separações minerais concentra-se no produto PES. NM, onde se têm teores de até 40 % de ZrO_2 ; conteúdos menores são observados nos demais produtos de separação magnética em Frantz, salientando-se inclusive a presença de uma diminuta parcela de zirconita separável em ímã de mão.

Grau de liberação superior a 80 % é observado para material passante em 0,595 mm. Ao microscópio, a zirconita apresenta-se em cristais euédricos comumente zonados e com as mais variadas formas de associações; as mais comuns são com silicatos,

feldspatos principalmente, e com óxidos de ferro, inclusos preferencialmente nas bordas dos grãos. Análises de microsonda, à semelhança da zirconita associada a outras ocorrências de criolita (15), indicam a presença de elementos radioativos em sua estrutura, além de teores de HfO₂ da ordem de 2 % (11).

A composição química média de quinze concentrados purificados de zirconita, obtidos a partir de amostra do colúvio, é apresentada na tabela 5.

TABELA 5

COMPOSIÇÃO DE CONCENTRADOS PURIFICADOS DE ZIRCONITA E XENOTIMA (%)

ZIRCONITA (1)		!	XENOTIMA			
Alfred Knight		!	Hazen	Rhône Poulenc	Lille	
ZrO ₂	56,25	!	Y ₂ O ₃	30,0	27,63	31,95
HfO ₂	3,51	!	CeO ₂	0,05	0,032	0,085
SiO ₂	29,98	!	Pr ₆ O ₁₁	-	0,006	0,04
Fe ₂ O ₃	1,46	!	Nd ₂ O ₃	0,006	0,006	0,07
Al ₂ O ₃	1,07	!	Sm ₂ O ₃	0,006	0,26	0,20
TiO ₂	0,10	!	Eu ₂ O ₃	0,006	0,01	0,036
Sn	0,75	!	Gd ₂ O ₃	0,763	0,71	0,817
Nb ₂ O ₅	0,38	!	Tb ₄ O ₇	1,62	0,51	0,67
Ta ₂ O ₅	0,11	!	Dy ₂ O ₃	6,54	6,54	7,36
Y ₂ O ₃	0,38	!	Ho ₂ O ₃	2,05	1,99	2,23
CeO ₂	0,15	!	Er ₂ O ₃	9,08	9,10	9,15
La ₂ O ₃	0,02	!	Tm ₂ O ₃	1,86	1,86	1,97
Dy ₂ O ₃	0,16	!	Yb ₂ O ₃	13,18	13,27	13,65
Er ₂ O ₃	0,23	!	Lu ₂ O ₃	1,68	1,73	1,78
Yb ₂ O ₃	0,38	!	P ₂ O ₅	29,8	31,0	27,97
P ₂ O ₅	0,39	!				
P.F.	2,24	!	RE	36,84	36,02	38,06
		!	RE+Y ₂ O ₃	66,84	63,65	70,01
		!				
		!	RE/Y ₂ O ₃	1,228	1,303	1,191
		!				

(1) média de análises de 15 concentrados

Nota: resultados de análises cedidos pela Mineração Taboca S.A.

5.3.3. Minerais Portadores de Nióbio

Os minerais de nióbio são denominados, nesta tese, genericamente de "niobatos". Várias espécies minerais portadoras de nióbio estão presentes, muitas vezes intercrescidas ou zonadas; columbita-tantalita é a variedade predominante, segue-se pirocloro de coloração variada entre amarelo, amarelo-esverdeado e amarelo-avermelhado. Análises de microscopia eletrônica de varredura, com dispositivos de microanálise em amostras de concentrados de pesados do colúvio, indicaram a presença de columbita, plumbocolumbita, itrioniobita, tantalita e wolframixiolita (68)

Constituindo 0,2 % do peso total, os "niobatos" se concentram preferencialmente entre 0,297 e 0,01 mm, apresentando uma relação Nb₂O₅/Ta₂O₅ média da ordem de 10:1. Nos ensaios de separações minerais os teores mais elevados de Nb₂O₅, de até 16,6 %, estão associados ao produto PES. FRM, com recuperações superiores a 70 % para as frações abaixo de 0,297 mm, enquanto que uma parcela inferior a 10 % do total de nióbio associa-se ao produto PES. NM. A distribuição citada, indica larga predominância de columbita-tantalita sobre pirocloro, minerais que se concentram nos produtos PES. FRM e PES. NM, respectivamente.

Grau de liberação da ordem de 80 % é verificado somente para as frações acumuladas abaixo de 0,149 mm (100 malhas Tyler).

5.3.4. Xenotima

Xenotima, cerca de 0,01 % em peso, é responsável por menos de 10 % do total de ítrio contido; as maiores parcelas deste elemento associam-se aos "niobatos" e à zirconita.

A composição química de um concentrado purificado de xenotima, obtido a partir de depósitos aluvionares, foi apresentada na tabela 5, considerando análises em três laboratórios distintos.

5.3.5. Fluoretos

Os fluoretos, cerca de 5 % em peso, são constituídos por criolita, com fluorita subordinada; uma relação superior a 20:1 é verificada entre estes minerais. Nas separações efetuadas ambos permanecem nos produtos leves ($d < 3,30 \text{ g/cm}^3$).

Observações ao microscópio de polarização indicam para a criolita um grau de liberação superior a 80 % apenas para as frações abaixo de 0,105 mm (150 malhas Tyler).

Conteúdos menores de flúor estão presentes nas micas, nos anfibólios e em microinclusões no quartzo e nos feldspatos. A presença de flúor nas microinclusões, com dimensões inferiores a 0,003 mm, foi definida a partir do baixo índice de refração destas, conjugado com ensaio de lixiviação de um produto flutuado em densidade $2,80 \text{ g/cm}^3$. A lixiviação por ácido sulfúrico 1:1, a quente por 2 horas, apresentou um resíduo com 0,18 % de F (criolita e fluorita são solúveis em ácido sulfúrico). A natureza destas microinclusões, se criolita, outro mineral ou inclusões fluídas, não pode ser definida.

Uma estimativa da partição do flúor para a amostra "Granito Cinza 1" é apresentada a seguir:

criolita	86 %	micas	4 %
fluorita	3 %	anfíbólio	traços
		microinclusões	7 %

5.3.6. Silicatos

Os silicatos, constituindo 93,5 % em peso, são representados essencialmente por feldspato sódico e potássico, além de quartzo. Zirconita (citada anteriormente), mica, anfibólio, além de traços de torita, ocorrem como acessórios.

O feldspato sódico é representado por albita isenta de cálcio (tabela 6); Daoud (11) menciona a existência de duas espécies distintas, uma de alta e outra de baixa temperatura. A variedade potássica é representada por ortoclásio e microclínio, individualizados através dos padrões de geminação.

TABELA 6

ANÁLISES DE MICROSSONDA EM ALGUMAS ESPÉCIES DE SILICATOS

	albitas		lepidolita	biotita	anfibólios	
	alta T	baixa T			arfv.	horn.
% SiO ₂	69,4	69,3	57,4	35,0	50,3	58,4
% Al ₂ O ₃	18,3	17,9	14,0	17,3	0,86	13,0
% TiO ₂	< 0,10	< 0,10	< 0,10	0,73	0,30	< 0,10
% FeO	< 0,10	< 0,10	3,90	29,5	33,4	12,0
% MnO	< 0,10	< 0,10	0,10	0,67	0,42	0,12
% MgO	< 0,10	< 0,10	< 0,10	0,71	< 0,10	< 0,10
% CaO	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10
% Na ₂ O	11,2	11,4	< 0,10	< 0,10	7,72	10,3
% K ₂ O	< 0,10	< 0,10	8,34	8,95	0,35	0,14
% F	n.d.	n.d.	8,20	2,61	0,49	< 0,10
nº am.	6	3	7	1	7	1

Nota: média dos valores apresentados em (11)

As micas, 1,6 % em peso, são representadas por lepidolita e biotita, segundo classificação química efetuada por DAOUD (11) a partir de análises por microsonda (tabela 6). Lepidolita é a variedade mais abundante, apresentando-se na forma de lamelas de cor cinza azulado pálido, enquanto que a biotita, bem mais escassa, aparece com coloração verde escura a castanho parda. Ambas as variedades, contendo elevados teores de flúor (8,2 % e 2,6 % respectivamente) estão comumente associadas com fluorita.

Anfibólio, cerca de 0,3 % em peso, ocorre preferencialmente em cristais prismáticos alongados e com fortes tonalidades azul-escuro; análises por microsonda indicam tratar-se de um tipo sódico com ausência de cálcio, arfvedsonita. Hornblenda, uma variedade esverdeada e com presença de alumínio, aparece raramente.

Torita, nos ensaios de separações minerais, acompanha a columbita-tantalita, concentrando-se no produto PES. FRM. Valores de grau de liberação deste mineral, nas várias frações granulométricas estudadas, são bem similares aos da cassiterita.

5.3.2. Sulfetos e Outros Óxidos

Os sulfetos ocorrem em diminutas proporções, 0,04 % em peso na amostra. São constituídos basicamente por galena e pirita, com calcopirita e esfalerita subordinadas.

Os óxidos de ferro são compostos essencialmente por magnetita com ilmenita associada, representando cerca de 1,1 % em peso da amostra. A ilmenita ocorre em lamelas de exsolução na magnetita, em agregados intercrescidos com magnetita, como auréolas envolvendo grãos de magnetita, ou ainda como grãos individualizados, por vezes com aspecto fibroso.

5.4. Conclusões e Indicações de Alternativas de Beneficiamento

A amostra "Granito Cinza 1" apresenta pelo menos quatro minerais de interesse econômico, cujas principais características são resumidas na tabela 7.

TABELA 7

AMOSTRA "GRANITO CINZA 1"

TEORES E GRAU DE LIBERAÇÃO DOS MINERAIS ÚTEIS

	teores (%)	grau de liberação > 80 % (acumulado abaixo de)
zirconita	1,4 %	0,595 mm
cassiterita	0,24 %	0,297 mm
niobatos	0,20 %	0,149 mm
criolita	4,7 %	0,105 mm

Salienta-se o trabalho reportado neste item correspondeu à primeira referência sobre a ocorrência de criolita em Pitinga. Até então, os estudos mineralógicos e petrográficos realizados ao microscópio petrográfico, em razão do baixo índice de refração ($n = 1,33$) e aspecto isótropo da criolita, reportavam este mineral como sendo fluorita ($n = 1,42$). A partir da identificação da criolita iniciou-se uma campanha sistemática para a avaliação da distribuição e quantificação deste mineral.

Os minerais pesados (cassiterita, zirconita e niobatos), embora com granulometria de liberação distinta, devem ser beneficiados inicialmente através de métodos de concentração

densitária, já se podendo prever uma baixa recuperação para os minerais de nióbio. Sugere-se uma cominuição inicial a menos 0,595 mm (28 malhas Tyler), seguida de uma etapa de concentração densitária em espirais e/ou mesas vibratórias. Os "middlings" desta operação seriam remoídos a menos 0,297 mm (48 malhas Tyler) e reprocessados em outro estágio de concentração densitária.

O concentrado final de pesados seria secado e submetido a separações eletrostática e magnética com a obtenção dos produtos:

- concentrado de cassiterita;
- concentrado de nióbio;
- concentrado de zirconita;
- rejeitos magnéticos.

Os rejeitos da concentração densitária, contendo criolita, seriam remoídos, deslamados e processados por flotação, visando a concentração desta.

6. CARACTERÍSTICAS DAS DEMAIS AMOSTRAS ESTUDADAS

6.1. Composição Mineralógica Estimada

As amostras "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" e "Granito Cinza 2" foram unicamente objeto de estudos de desenvolvimento de processos de beneficiamento. Admitiu-se que os resultados dos estudos de caracterização, apresentados no ítem anterior, pudessem ser estendidos para ambas as amostras, particularmente no que se refere à granulometria de liberação dos minerais pesados. Tal procedimento, sem rigor científico e envolvendo o risco de ter que se repetir todo o trabalho, foi adotado com o propósito de minimizar custos e, principalmente tempo, apoiado pelas análises petrográficas que indicavam variações de pequena expressão na granulação dos minerais pesados na jazida. Posteriormente, a realização dos ensaios de beneficiamento mostrou que esta hipótese de trabalho foi válida, não tendo implicado em erros significativos.

Estudos específicos de liberação dos minerais de flúor nas amostras "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" e "Granito Cinza 2", sumariados no ítem 8, foram realizados conjuntamente com o desenvolvimento do processo de concentração de criolita.

As composições mineralógicas estimadas, tabela 8, foram estabelecidas essencialmente a partir de análises químicas das amostras de cabeça e de critérios de similaridade com a amostra "Granito Cinza 1".

A partição estimada do flúor é apresentada na tabela 9. As parcelas de flúor relativas à criolita nestas amostras são bem inferiores às verificadas para a amostra "Granito Cinza 1" (86 % do flúor na criolita).

TABELA 8
COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA ESTIMADA (%)

	Granito Cinza e Vermelho Composto	Granito Cinza 2
feldspato sódico	45	36
feldspato potássico	24	26
quartzo	23	28
mica	2	2
anfíbólio	0,3	0,3
oxi-hidrox. ferro	1,1	1,1
criolita	1,5	2,8
fluorita	1,2	0,5
thomsenolita/pachnolita	traços	1,1
cassiterita	0,18	0,19
zirconita	1,6	1,2
niobatos	0,2	0,24
torita	traços	traços
xenotima	traços	traços
sulfetos	traços	traços

Nota: valores estimados a partir de análises químicas e similaridades com a amostra "Granito Cinza 1"

TABELA 9
PARTIÇÃO ESTIMADA DO FLÚOR (%)

	Granito Cinza e Vermelho Composto	Granito Cinza 2
criolita	47	57
fluorita	33	9
thomsenolita/pachnolita	traços	21
mica	9	6
anfíbólio	traços	traços
microinclusões	10	7

6.2. Determinação de Índice de Moabilidade (WI)

Uma alíquota da amostra "Granito Cinza 2" britada a menos 3,36 mm (6 malhas Tyler), pesando cerca de 30 kg, foi destinada à realização de ensaios de determinação do índice de moabilidade, "work index" de Bond (WI), considerando duas malhas de teste.

Os ensaios foram efetuados nos laboratórios da Paulo Abib Engenharia (3), segundo procedimento padronizado, obtendo-se os resultados:

- malha teste de 0,595 mm : WI = 11,4 kWh/st
- malha teste de 0,149 mm : WI = 10,9 kWh/st

Trata-se portanto, de um granito facilmente cominuível, aspecto este presumivelmente relacionado ao conteúdo de minerais de flúor e ao caráter intersticial da forma de ocorrência destes (fotomicrografias 1 e 2). O "work index" praticamente não variou nas duas malhas testadas, apesar da maior ser quatro vezes superior que a menor, fato este que também deve estar relacionado ao caráter dessa ocorrência intersticial.

7. CONCENTRAÇÃO DOS MINERAIS PESADOS

O desenvolvimento do processo de beneficiamento para a concentração dos minerais pesados foi efetuado a partir da amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos". Ensaios iniciais de separações eletrostática e magnética foram realizados a partir do concentrado de pesados. Foram estabelecidas estimativas de recuperações metalúrgicas, características dos concentrados obtidos e fluxogramas de beneficiamento a serem pesquisados e detalhados em escala piloto.

Numa etapa posterior, realizaram-se ensaios semi-contínuos com a amostra "Granito Cinza 2", de acordo com o fluxograma pré-estabelecido. Estes ensaios objetivaram estudar as possibilidades de obtenção de um concentrado final de cassiterita, a partir da concentração densitária, bem como gerar produtos para os estudos de flotação da criolita (rejeitos) e avaliar o conteúdo e o potencial da recuperação de ouro presente nos concentrados de pesados.

7.1. Estudos com Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos"

7.1.1. Metodologia Adotada

A amostra estudada foi processada de acordo com o esquema exposto na figura 12.

A cominuição foi efetuada em dois estágios. O primeiro consistiu de uma britagem em britador de mandíbulas, em circuito aberto; seguiu-se uma moagem em moinho de rolos, em circuito fechado com peneira de 0,595 mm.

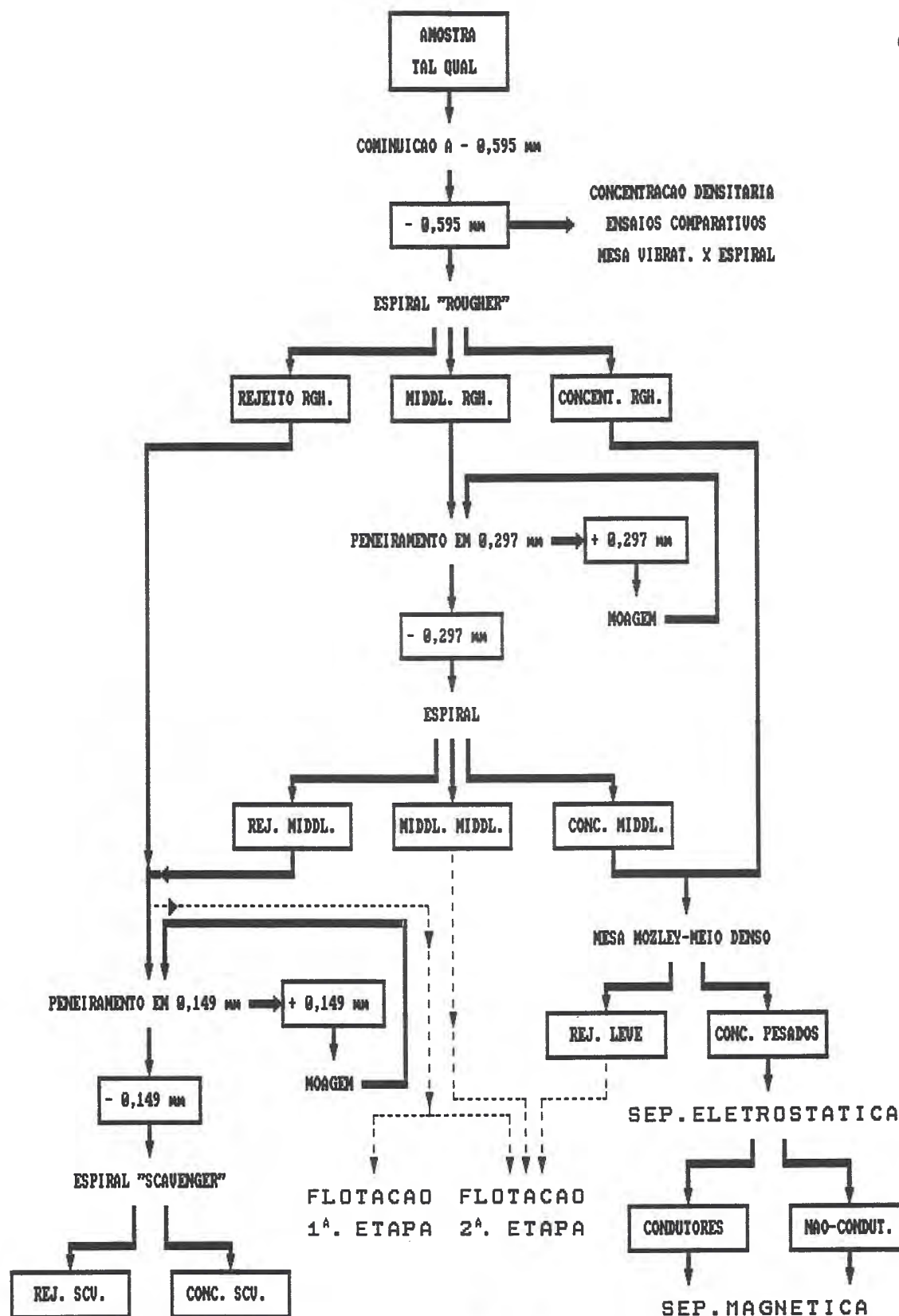


FIGURA 12

AMOSTRA "GRANITO CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"
ESQUEMA DE PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Uma alíquota do produto de moagem foi submetida a ensaios comparativos de concentração densitária através de mesa vibratória de 0,67 m², marca Mineralmaq, e espiral, modelo LG7, de fabricação da AKW do Brasil. Os melhores resultados foram alcançados com o emprego de espiral.

Após esta avaliação inicial, o restante da amostra, cerca de 208 kg, foi processado através de espiral, em circuito aberto. Os "middlings" deste estágio foram cominuídos em moinho de jarros, com carga de bolas, a menos 0,297 mm, e reprocessados em outro estágio de concentração por meio de espiral.

Os concentrados "rougher" e do reprocessamento dos "middlings" foram processados individualmente em mesa Mozley de laboratório, modelo C800, gerando concentrados de alto teor de minerais pesados. As perdas associadas aos rejeitos, ainda com elevadas proporções de pesados, foram minimizadas via separação em meio denso na densidade de 3,3 g/cm³, mediante o uso de diiodeto de metileno, com posterior composição dos pesados com os concentrados obtidos em mesa Mozley. Os produtos finais, ainda com um conteúdo indesejável de ganga leve, prejudiciais à etapa de separação eletrostática, foram subsequentemente reprocessados em meio denso (ver item 7.1.3).

Os concentrados de pesados foram então compostos e submetidos à separação eletrostática em separador de alta tensão, modelo 25/1, marca Mineralmaq. Estes ensaios foram conduzidos com o objetivo de gerar dois produtos principais, com elevadas recuperações metalúrgicas de Sn e ZrO₂, respectivamente.

O equipamento utilizado consta de um rolo com diâmetro de 250 mm, dois eletrodos DC mistos, constituídos por um fio de tungstênio e barra metálica, um de ionização e outro estático, um eletrodo AC, para auxiliar a descarga do material não-condutor

aderido ao rolo, e uma escova de limpeza.

Os fundamentos da separação eletrostática, princípios operacionais e equipamentos empregados são amplamente discutidos e detalhados por Fraas (69 e 70) e Kelly e Spottiswood (71, 72 e 73).

Os produtos condutores e não-condutores da separação eletrostática foram submetidos à separação magnética em separador eletromagnético isodinâmico Frantz, modelo L1, visando determinar as características e recuperações metalúrgicas dos produtos finais passíveis de serem obtidos.

Adicionalmente, os rejeitos "rougher" e do reprocessamento dos "middlings" foram compostos e, parte destes, cominuídos em moinho de bolas a menos 0,149 mm; seguiu-se um terceiro estágio de concentração densitária, "scavenger".

Os rejeitos e produtos intermediários da concentração densitária foram compostos proporcionalmente, gerando duas amostras distintas para a realização de ensaios de flotação (item 8.1.).

O detalhamento dos vários ensaios realizados e a discussão dos resultados são apresentados nos itens subsequentes.

7.1.2. Concentração Densitária

Os ensaios comparativos de concentração densitária foram efetuados em mesa vibratória e em espiral, com e sem classificação prévia em peneira com tela de 0,297 mm de abertura (48 malhas Tyler), ou seja nas seguintes frações granulométricas:

- . - 0,595 mm
- . - 0,595 + 0,297 mm
- . - 0,297 mm.

Os ensaios em mesa vibratória foram efetuados em circuito aberto e os em espiral em circuito fechado. As amostragens somente foram efetuadas após a otimização e estabilização das condições operacionais (controle visual). Foram amostrados e analisados sistematicamente os concentrados, rejeitos e "middlings" dos vários ensaios realizados.

A análise destes resultados indica um desempenho bem superior para a espiral: concentrados com teores e recuperações metalúrgicas mais elevadas. Adicionalmente, verificou-se que o processamento em duas frações granulométricas distintas não é necessário.

Um ensaio "rougher" em espiral seguiu-se aos ensaios comparativos, visando a geração de massa para os ensaios subsequentes. As condições operacionais foram inicialmente ajustadas em circuito fechado; este, posteriormente, foi aberto para o processamento do restante da amostra. Os resultados deste ensaio, com análises granulométricas dos produtos obtidos e respectivas recuperações metalúrgicas são apresentados na tabela 10.

O concentrado "rougher", 4,52 % em peso da alimentação, mostra teores de 2,74 % Sn, 14,4 % de ZrO₂ e 1,16 % de Nb₂O₅; as recuperações metalúrgicas obtidas são de 75,7 %, 78,9 % e 35 %, respectivamente. Os "middlings", 27,5 % em peso, carregam 9,8 % do Sn, 12,0 % do ZrO₂ e 27,6 % do Nb₂O₅; as parcelas destes associadas aos leves são, respectivamente de 14,5 %, 9,1 % e 37,3 %.

As recuperações para os concentrados nas várias frações granulométricas são muito semelhantes aos resultados dos estudos de grau de liberação da amostra "Granito Cinza 1" (Ítem 5), mostrando a validade da hipótese de trabalho assumida. No

TABELA 10

AMOSTRA "GRANITO CINZA E VERMELHO COMP." - ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS E QUÍMICAS POR FAIXA DOS PRODUTOS DO ENSAIO "ROUGHER" EM ESPIRAL

PRODUTO	FRACAO (mm)	% EM PESO		TEORES (%)				DISTRIBUICAO NA FRACAO (%)				DISTRIBUICAO NA AMOSTRA (%)				RECUPERACAO NO TESTE POR FRACAO GRANULOMETRICA (%)			
		ensaio	amostra	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	
REJEITO	- 0,595 + 0,297	48.96	33.26	0.03	0.038	0.084	43.36	24.88	48.98	6.30	2.25	18.26	16.56	2.94	50.15				
	- 0,297 + 0,149	24.54	16.67	0.02	0.047	0.065	14.49	15.42	19.00	2.11	1.40	7.08	7.45	3.84	24.42				
	- 0,149 + 0,074	9.82	6.67	0.018	0.064	0.053	5.22	8.40	6.20	0.76	0.76	2.31	6.25	7.61	16.18				
	- 0,074	16.68	11.33	0.075	0.23	0.13	36.93	51.30	25.82	5.37	4.65	9.63	29.99	42.37	46.90				
TOTAL CALCULADO	100.00	67.94	0.034	0.075	0.084	100.00	100.00	100.00	14.54	9.06	37.28								
TOTAL DOSADO			0.035	0.11	0.082														
"MIDDINGS"	- 0,595 + 0,297	41.05	11.31	0.059	0.25	0.13	44.61	34.61	41.29	4.35	4.16	11.41	11.07	6.57	26.38				
	- 0,297 + 0,149	30.87	8.50	0.035	0.34	0.12	19.90	35.39	28.66	1.94	4.25	7.92	6.65	14.16	22.99				
	- 0,149 + 0,074	16.73	4.61	0.027	0.24	0.11	8.32	13.54	14.24	0.81	1.63	3.94	6.47	19.71	23.19				
	- 0,074	11.35	3.13	0.13	0.43	0.18	27.18	16.46	15.81	2.65	1.98	4.37	14.34	21.85	17.91				
TOTAL CALCULADO	100.00	27.54	0.054	0.30	0.13	100.00	100.00	100.00	9.76	12.02	27.64								
TOTAL DOSADO			0.058	0.36	0.15														
CONCENTRADO	- 0,595 + 0,297	33.26	1.50	2.90	25.90	0.87	38.04	62.85	21.54	28.80	49.60	7.56	72.36	90.49	23.47				
	- 0,297 + 0,149	22.94	1.04	3.71	16.14	2.25	33.56	27.01	38.43	25.41	21.32	13.48	85.91	82.00	52.58				
	- 0,149 + 0,074	22.90	1.04	1.62	3.94	1.28	14.63	6.58	21.82	11.08	5.20	7.66	87.27	72.68	60.63				
	- 0,074	20.90	0.94	1.67	2.33	1.17	13.77	3.55	18.21	10.42	2.80	6.39	55.67	35.78	35.19				
TOTAL CALCULADO	100.00	4.52	2.54	13.71	1.34	100.00	100.00	100.00	75.70	78.92	35.08								
TOTAL DOSADO			2.74	14.40	1.16														
ALIMENTACAO	- 0,595 + 0,297	46.07	46.07	0.13	0.93	0.12	39.49	57.22	36.33	39.45	56.02	37.23	100.00	100.00	100.00				
	- 0,297 + 0,149	26.21	26.21	0.17	0.78	0.17	29.35	27.14	28.93	29.46	26.97	28.48	100.00	100.00	100.00				
	- 0,149 + 0,074	12.31	12.31	0.16	0.46	0.18	12.59	7.46	14.25	12.65	7.58	13.90	100.00	100.00	100.00				
	- 0,074	15.40	15.40	0.18	0.40	0.20	18.57	8.18	20.48	18.44	9.43	20.38	100.00	100.00	100.00				
TOTAL CALCULADO(1)	100.00	100.00	0.15	0.75	0.15	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00					
TOTAL CALCULADO(2)			0.16	0.82	0.15														
TOTAL DOSADO			0.14	0.89	0.15														

(1) TOTAL CALCULADO COM BASE NAS ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS

(2) TOTAL CALCULADO A PARTIR DOS PRODUTOS FINAIS DO ENSAIO "ROUGHER" EM ESPIRAL CONCENTRADORA

concentrado de pesados, a fração compreendida entre 0,595 e 0,297 mm mostra recuperações de 72,4 % de Sn, 90,5 % de ZrO₂ e 23,5 % de Nb₂O₅; os valores das recuperações de Sn e Nb₂O₅ são crescentes até 0,074 mm, granulometria a partir da qual voltam a decrescer por razões de eficiência do processo.

Os "middlings" do estágio "rougher" foram remoídos em moinhos de bolas, até 100 % em peso em 0,297 mm, e submetidos a um segundo estágio em espiral, em condições operacionais semelhantes às adotadas para o "rougher". O concentrado obtido 2,2 % em peso no ensaio ou 0,60 % sobre a amostra, apresenta teores dosados de 1,33 % de Sn, 8,21 % de ZrO₂ e 2,6 % de Nb₂O₅; as recuperações metalúrgicas no ensaio, respectivamente, de 52,7 %, 57,2 % e 42,8 %, correspondem a ganhos suplementares de 5,2 % de Sn, 6,9 % de ZrO₂ e 9,7 % de Nb₂O₅ sobre a amostra.

Os concentrados dos estágios "rougher" e do reprocessamento dos "middlings", ainda com expressivos conteúdos de leves, foram submetidos a estágios "cleaner" previamente à etapa de separação eletrostática. Face às pequenas quantidades de concentrado geradas até então, verificou-se não ser factível a realização de estágios "cleaner" nos equipamentos disponíveis. Optou-se então, pela utilização de mesa Mozley C800, equipamento descontínuo de laboratório, que, segundo afirmação do fabricante, permite a execução de ensaios de concentração densitária com eficiência equivalente à obtida em mesa vibratória.

As operações efetuadas não lograram obter os resultados previstos; os produtos pesados continham uma certa parcela de leves, enquanto que os leves apresentavam conteúdos expressivos de minerais pesados. Separações em líquidos densos, em densidade de 3,30 g/cm³, foram efetuadas a partir dos rejeitos leves, visando elevar as recuperações dos elementos de interesse.

Do processamento do concentrado "rougher" obteve-se um produto pesado representando cerca de 60 % do peso deste ou 2,67 % da amostra, com enriquecimentos da ordem de 1,7 vezes para o Sn, ZrO₂ e Nb₂O₅, aliados a recuperações no ensaio superiores a 98 % para estes elementos. Para o produto pesado gerado a partir do concentrado do reprocessamento dos "middlings" tem-se enriquecimentos da ordem de 2,3 vezes, com recuperações no ensaio superiores a 95 %.

Um sumário dos ensaios de concentração densitária é apresentado na forma de fluxograma na figura 13. Na elaboração deste, foram somente considerados os teores dos produtos finais, de tal modo que os valores de recuperação e teores de produtos intermediários diferem um pouco dos valores citados anteriormente, frente às pequenas diferenças de análises químicas entre teores dosados e calculados.

As principais características do concentrado de pesados são expostas na tabela 11.

TABELA 11

AMOSTRA "GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"
TEORES E RECUPERAÇÕES PARA O CONCENTRADO DE PESADOS

	teores (%)	recuperação (%)
Sn	4,00	78,35
ZrO ₂	22,3	85,21
Nb ₂ O ₅	2,26	45,81
Ta ₂ O ₅	0,38	...
Y ₂ O ₃	0,43	...

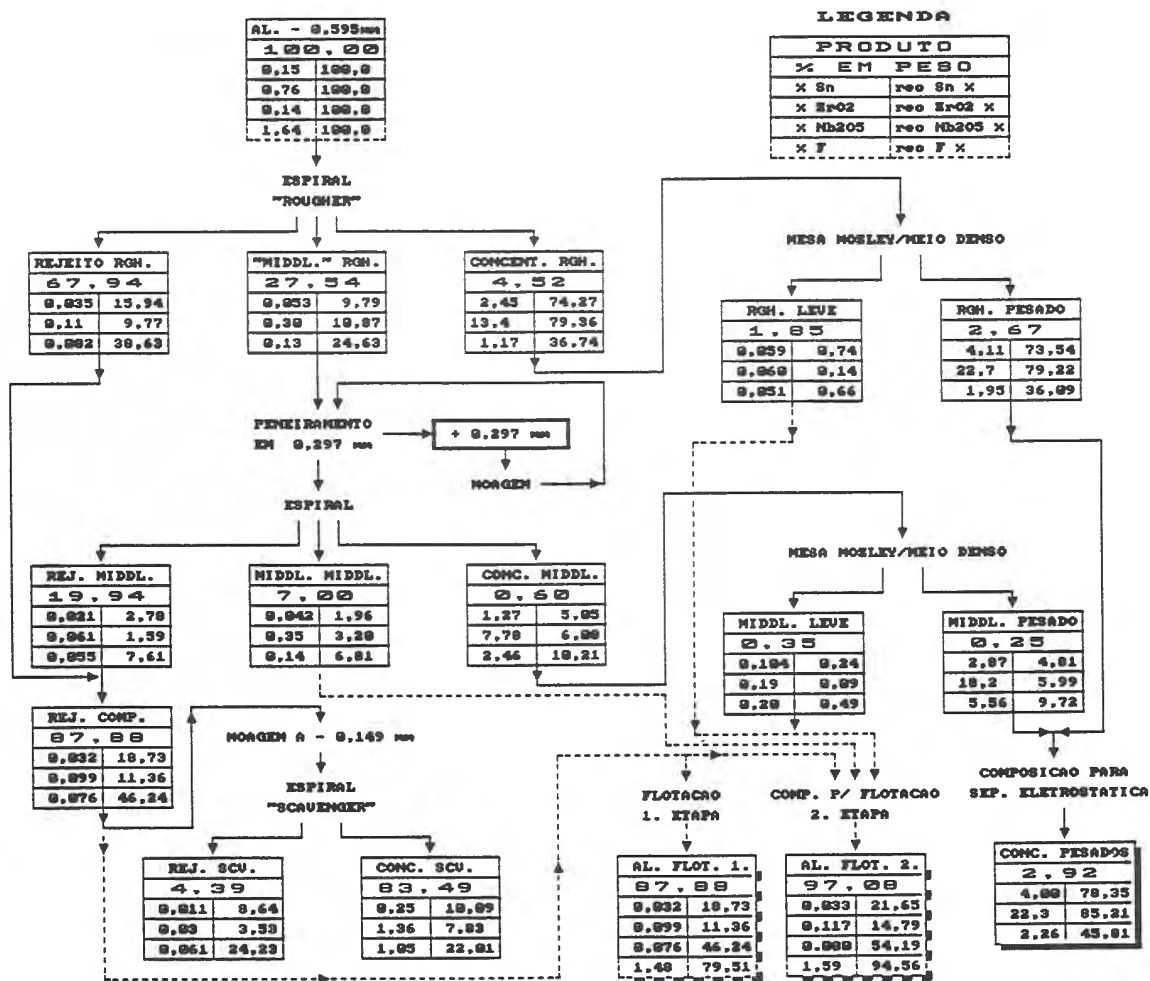


FIGURA 13
FLUXOGRAMA DOS ENSAIOS DE CONCENTRACAO DENSITARIA

Face à recuperação global do Nb₂O₅ não ultrapassar 50 % do total contido na amostra foi efetuado um ensaio adicional em espiral, "scavenger", a partir da composição de contrapartes dos rejeitos "rougher" e do reprocessamento dos "middlings". Previamente à realização deste ensaio, os rejeitos foram cominuídos em moinho de bolas a menos 0,149 mm.

O concentrado "scavenger", com cerca de 5 % em peso no ensaio ou 4,39 % sobre a amostra e teores de 0,25 % de Sn, 1,27 % de ZrO₂ e 1,06 % de Nb₂O₅, foi obtido com uma baixa densidade de corte. As recuperações metalúrgicas no ensaio foram de 53,5 % para o Sn, 69,0 % para o ZrO₂ e 47,6 % para o Nb₂O₅, representando, respectivamente, valores de 9,3 %, 7,43 % e 21,8 % sobre a amostra.

7.1.3. Separação Eletrostática

Os estudos de separação eletrostática foram efetuados sobre uma amostra composta dos concentrados pesados, gerados no último estágio de concentração densitária, de acordo com o esquema de procedimento exposto na figura 14.

Inicialmente foram conduzidos mais de uma dezena de ensaios com o propósito de definir as possibilidades e as condições operacionais para se atingir as metas desejadas:

- condutores com elevada recuperação de Sn (acima de 90 %);
- não-condutores com elevada recuperação de ZrO₂ (acima de 90 %).

Para maior eficiência da separação eletrostática, todos os ensaios foram conduzidos com o material previamente classificado em duas frações granulométricas:

- retido em 0,210 mm;

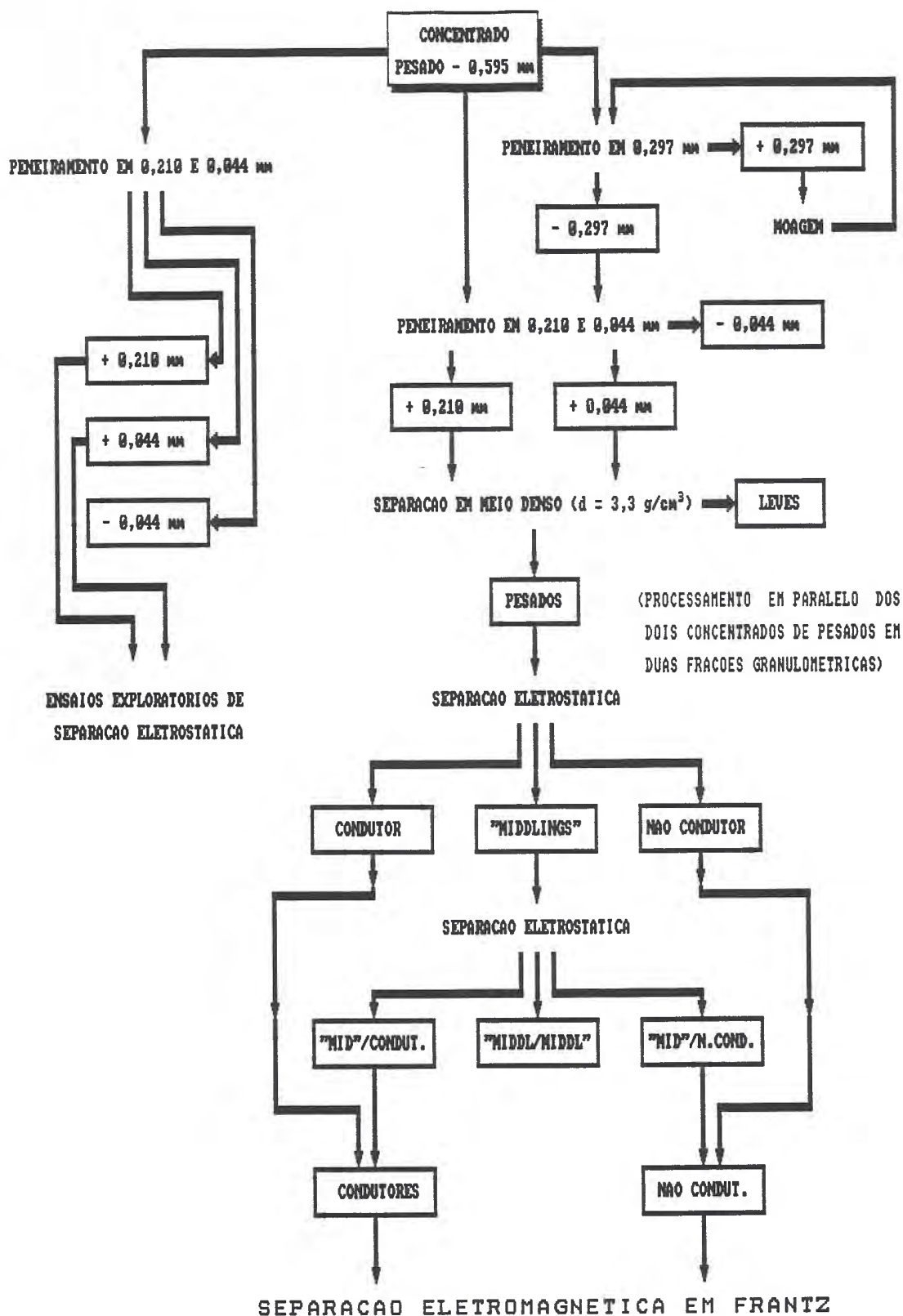


FIGURA 14

ESQUEMA DE PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL DOS
ENSAIOS DE SEPARACAO ELETROSTATICA

- passante em 0,210 mm e retido em 0,044 mm.

A fração passante em 0,044 mm não foi processada por se situar fora da faixa granulométrica recomendada para a aplicação desta técnica de concentração.

As variáveis pesquisadas foram: posição dos eletrodos, campos elétricos (DC e AC), velocidade do rolo e posição dos septos. A temperatura da alimentação situou-se entre 100 e 110 graus Celsius. As vazões dos ensaios não foram medidas, dada a pequena quantidade de concentrado disponível; procurou-se, no entanto, uma padronização visual, mantendo uma fina película de material sobre o rolo. Ao final de cada ensaio eram retiradas pequenas alíquotas, proporcionais às massas dos produtos gerados, com reconstituição da amostra para os ensaios subsequentes.

O controle dos ensaios era efetuado através de observações ao microscópio estereoscópico, por vezes precedidas de separações em Frantz. Alíquotas de produtos dos seis melhores ensaios, selecionados visualmente, foram analisadas quimicamente. Adicionalmente, os seguintes aspectos também foram evidenciados:

- . a zirconita encontra-se bem liberada;
- . a cassiterita e os niobatos, principalmente quando em grãos mistos com outros silicatos, apresentam tendência a uma maior concentração nos "middlings";
- . os não-condutores, além da zirconita, mostram um expressivo conteúdo de silicatos e fluoretos na forma de grãos livres, impurificando este produto, particularmente na fração abaixo de 0,210 mm.

Finda a série de ensaios exploratórios optou-se, previamente à continuidade dos estudos de separação eletrostática, por:

- realizar duas séries simultâneas de ensaios, uma com o concentrado a menos 0,595 mm, e outra com o mesmo cominuído a

menos 0,297 mm, visando uma melhor avaliação das interferências da liberação da cassiterita e dos minerais de nióbio.

- executar uma separação em líquido denso, em densidade 3,3 g/cm³ (di-iodeto de metileno), para a remoção da maior parcela da ganga silicática e dos fluoretos ainda presentes no concentrado de pesados;

As análises granulométricas das alimentações das duas séries de ensaios de separação eletrostática estão expostas na tabela 12. Para o concentrado de pesados a menos 0,595 mm o conteúdo de material passante em 0,044 mm é de 6,2 % em peso; para o concentrado cominuído a menos 0,297 mm esta parcela dobra.

Os resultados das separações em meio denso são apresentados na tabela 13. Os leves do concentrado de pesados a menos 0,595 mm representam 15,9 % em peso, enquanto que para o cominuído a menos 0,210 mm este valor eleva-se para 19,2 %, face à melhor liberação dos minerais de interesse. Em ambas as situações, o conteúdo de leves é expressivamente mais elevado para a fração entre 0,210 e 0,044 mm. A recuperação metalúrgica no ensaio, para os produtos afundados, é superior a 99 % para o Sn e o ZrO₂ e da ordem de 97 a 98 % para o Nb₂O₅.

Os resultados dos ensaios de separação eletrostática para o concentrado de pesados cominuído a menos 0,297 mm, incluindo o reprocessamento dos "middlings", é apresentado na tabela 14. Os condutores apresentam um teor médio de 21,9 % de Sn, aliado a uma recuperação de Sn no ensaio da ordem de 90 %; os não-condutores, com 40,1 % de ZrO₂, mostram recuperações de ZrO₂, acima de 97 %. Os "middlings", a serem de recirculados numa operação industrial, carregam cerca de 4 % do total de Sn e Nb₂O₅ contidos na amostra; sistematicamente, estes exibem uma tendência

TABELA 12

AMOSTRA "GRANITO CINZA E VERMELHO COMP." - ANALISES GRANULOMETRICAS E QUIMICAS POR FAIXA DOS CONCENTRADOS DE PESADOS

FRACAO	% EM PESO		TEORES (%)				DISTRIBUICAO NO ENSAIO (%)				DISTRIBUICAC NA AMOSTRA (%)			
	ensaio	amostra	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5
CONCENTRADO DE PESADOS A - 0,595 mm														
- 0,595 + 0,210 mm	58.25	1.701	3.90	32.00	1.46	52.84	76.09	32.97	41.40	64.84	15.11			
- 0,210 + 0,044 mm	35.60	1.040	4.89	15.25	4.17	40.49	22.16	57.56	31.73	18.88	26.37			
- 0,044 mm	6.15	0.180	4.66	6.95	3.97	6.67	1.74	9.47	5.22	1.49	4.34			
TOTAL CALCULADO	100.00	2.92	4.30	24.50	2.58	100.00	100.00	100.00	78.35	85.21	45.81			
TOTAL DOSADO			4.00	22.30	2.26									
CONCENTRADO DE PESADOS A - 0,297 mm														
- 0,297 + 0,210 mm	31.99	0.934	4.06	32.40	1.79	30.47	43.39	21.98	23.88	36.97	10.07			
- 0,210 + 0,044 mm	55.33	1.616	4.45	20.75	3.08	57.77	48.06	65.41	45.27	40.95	29.97			
- 0,044 mm	12.68	0.370	3.95	16.10	2.59	11.75	8.55	12.61	9.21	7.28	5.77			
TOTAL CALCULADO	100.00	2.92	4.26	23.89	2.61	100.00	100.00	100.00	78.35	85.21	45.81			
TOTAL DOSADO			4.00	22.30	2.26									

TABELA 13

AMOSTRA "GRANITO CINZA E VERMELHO COMP." - SEPARAÇÃO EM MEIO DENSO DOS CONCENTRADOS DE PESADOS

FRACAO	PRODUTO	% EM PESO		TEORES (%)			DISTRIBUICAO NO ENSAIO (%)			DISTRIBUICAO NA AMOSTRA (%)		
		ensaio	amostra	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5
CONCENTRADO DE PESADOS A - 0,595 mm												
- 0,595 + 0,210 mm	Leves d < 3,3	8.78	0.149	0.23	0.40	0.48	0.52	0.11	2.89	0.21	0.07	0.44
	pesados d > 3,3	91.22	1.552	4.25	35.00	1.55	99.48	99.89	97.11	41.19	64.77	14.67
	TOTAL CALCULADO	100.00	1.701	3.90	31.96	1.46	100.00	100.00	100.00	41.40	64.84	15.11
	TOTAL DOSADO			3.67	28.30	1.35						
- 0,210 + 0,044 mm	Leves d < 3,3	27.48	0.286	0.05	0.05	0.22	0.26	0.09	1.45	0.08	0.02	0.38
	pesados d > 3,3	72.52	0.754	6.72	21.01	5.67	99.74	99.91	98.55	31.65	18.86	25.99
	TOTAL CALCULADO	100.00	1.040	4.89	15.25	4.17	100.00	100.00	100.00	31.73	18.88	26.37
	TOTAL DOSADO			4.75	13.40	3.68						
TOTAL	Leves d < 3,3	15.88	0.435	0.11	0.17	0.31	0.41	0.11	1.97	0.30	0.09	0.82
- 0,595 + 0,044 mm	pesados d > 3,3	84.12	2.306	5.06	30.42	2.90	99.59	99.89	98.03	72.83	83.63	40.66
	TOTAL CALCULADO	100.00	2.741	4.27	25.62	2.49	100.00	100.00	100.00	73.13	83.72	41.48
CONCENTRADO DE PESADOS A - 0,297 mm												
- 0,297 + 0,210 mm	Leves d < 3,3	10.43	0.097	0.21	0.28	0.49	0.54	0.09	2.86	0.13	0.03	0.29
	pesados d > 3,3	89.57	0.837	4.51	36.15	1.94	99.46	99.91	97.14	23.75	36.94	9.78
	TOTAL CALCULADO	100.00	0.934	4.06	32.41	1.79	100.00	100.00	100.00	23.88	36.97	10.07
	TOTAL DOSADO			4.98	28.60	1.65						
- 0,210 + 0,044 mm	Leves d < 3,3	24.30	0.393	0.06	0.26	0.22	0.34	0.30	1.73	0.15	0.12	0.52
	pesados d > 3,3	75.70	1.223	5.86	27.33	4.00	99.66	99.70	98.27	45.12	40.83	29.65
	TOTAL CALCULADO	100.00	1.616	4.45	20.75	3.08	100.00	100.00	100.00	45.27	40.95	29.97
	TOTAL DOSADO			4.52	19.80	2.82						
TOTAL	Leves d < 3,3	19.22	0.490	0.09	0.26	0.27	0.41	0.20	2.02	0.28	0.16	0.81
- 0,297 + 0,044 mm	pesados d > 3,3	80.78	2.060	5.31	30.91	3.16	99.59	99.80	97.98	68.87	77.76	39.23
	TOTAL CALCULADO	100.00	2.550	4.31	25.02	2.61	100.00	100.00	100.00	69.15	77.92	40.04

TABELA 14

AMOSTRA "GRANITO CINZA E VERMELHO COMP." - ENSAIOS DE SEPARACAO ELETROSTATICA COM O CONCENTRADO

ENSAIO n.	PRODUTO	% EM PESO		TEORES (%)			DISTRIBUICAO NO ENSAIO (%)			DISTRIBUICAO NA AMOSTRA (%)		
		ensaio	amostra	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5
FRACAO - 0,297 + 0,210 mm												
18	CONDUTORES	17.46	0.146	21.10	3.35	4.74	81.60	1.61	42.67	19.38	0.60	4.17
	"MIDDLINGS"	14.25	0.119	4.15	27.21	3.25	13.10	10.69	23.88	3.11	3.95	2.34
	NAO-CONDUTORES	68.29	0.572	0.35	46.60	0.95	5.29	87.70	33.45	1.26	32.40	3.27
	TOTAL CALCULADO	100.00	0.837	4.51	36.29	1.94	100.00	100.00	100.00	23.75	36.94	9.78
18a	"MIDDL"/CONDUTORES	22.66	0.027	15.20	4.01	5.75	82.96	3.34	40.09	2.58	0.13	0.94
	"MIDDL/MIDDLINGS"	3.92	0.005	6.06	13.50	6.41	5.72	1.94	7.73	0.18	0.08	0.18
	"MIDDL"/NAO-CONDUT.	73.42	0.088	0.64	35.10	2.31	11.32	94.72	52.18	0.35	3.74	1.22
	TOTAL CALCULADO	100.00	0.119	4.15	27.21	3.25	100.00	100.00	100.00	3.11	3.95	2.34
18 + 18a	TOTAL CONDUTORES	20.69	0.173	20.18	3.45	4.90	92.47	1.97	52.24	21.96	0.73	5.11
	"MIDDL/MIDDLINGS"	0.56	0.005	6.06	13.50	6.41	0.75	0.21	1.85	0.18	0.08	0.18
	TOTAL NAO-CONDUT.	78.75	0.659	0.39	45.07	1.13	6.78	97.82	45.91	1.61	36.14	4.49
	TOTAL CALCULADO	100.00	0.837	4.51	36.29	1.94	100.00	100.00	100.00	23.75	36.94	9.78
FRACAO - 0,210 + 0,044 mm												
15	CONDUTORES	12.91	0.158	25.30	2.04	5.11	55.78	0.96	16.50	25.17	0.39	4.86
	"MIDDLINGS"	17.53	0.214	13.23	8.77	7.30	39.59	5.62	31.99	17.86	2.30	9.42
	NAO-CONDUTORES	69.56	0.851	0.39	36.70	2.96	4.63	93.41	51.51	2.09	38.14	15.17
	TOTAL CALCULADO	100.00	1.223	5.86	27.33	4.00	100.00	100.00	100.00	45.12	40.83	29.45
15a	"MIDDL"/CONDUTORES	51.55	0.111	19.70	1.74	7.09	76.79	10.23	50.10	13.72	0.23	4.72
	"MIDDL/MIDDLINGS"	29.27	0.063	10.20	5.85	9.41	22.57	19.53	37.75	4.03	0.45	3.56
	"MIDDL"/NAO-CONDUT.	19.18	0.041	0.44	32.10	4.62	0.64	70.23	12.15	0.11	1.61	1.14
	TOTAL CALCULADO	100.00	0.214	13.23	8.77	7.30	100.00	100.00	100.00	17.86	2.30	9.42
15 + 15a	TOTAL CONDUTORES	21.95	0.268	22.99	1.92	5.93	86.18	1.54	32.53	38.88	0.63	9.58
	"MIDDL/MIDDLINGS"	5.13	0.063	10.20	5.85	9.41	8.94	1.10	12.08	4.03	0.45	3.56
	TOTAL NAO-CONDUT.	72.92	0.892	0.39	36.49	3.04	4.89	97.36	55.39	2.20	39.75	16.31
	TOTAL CALCULADO	100.00	1.223	5.86	27.33	4.00	100.00	100.00	100.00	45.12	40.83	29.45
TOTAL - 0,297 + 0,044 mm												
	TOTAL CONDUTORES	21.44	0.442	21.89	2.52	5.52	88.35	1.74	37.44	60.85	1.36	14.69
	"MIDDL/MIDDLINGS"	3.27	0.067	9.91	6.38	9.20	6.11	0.67	9.53	4.21	0.53	3.74
	TOTAL NAO-CONDUT.	75.29	1.551	0.39	40.14	2.23	5.54	97.58	53.03	3.81	75.89	20.80
	TOTAL CALCULADO	100.00	2.060	5.31	30.97	3.16	100.00	100.00	100.00	68.87	77.77	39.23

a enriquecimento em nióbio e, secundariamente, em estanho.

Os minerais de nióbio apresentam um comportamento muito sensível a pequenas variações nas condições operacionais. A partição do Nb₂O₅ nos produtos obtidos foi quase que equitativa. Salienta-se que, nos ensaios ora conduzidos, não houve maior preocupação na otimização da recuperação deste elemento, devendo esta ser objeto de trabalhos futuros. Estudos recentes em pré-concentrados de pesados (73), gerados a partir do colúvio (minério com grau de liberação bem mais elevado), indicaram a utilização de velocidades periféricas mais elevadas como uma das principais variáveis operacionais para uma maior recuperação do nióbio nos condutores.

Um sumário dos ensaios de separação eletrostática para os dois concentrados de pesados processados é exposto na tabela 15.

TABELA 15

SUMÁRIO COMPARATIVO DOS ENSAIOS DE SEPARAÇÃO ELETROSTÁTICA

	CONCENTRADO DE PESADOS					
	- 0,595 mm			- 0,297 mm		
CONDUTORES						
rec. massa ensaio	27,69 %			21,44 %		
rec. massa amostra	0,639 %			0,442 %		
	Sn	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅	Sn	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅
teores (%)	16,6	5,72	5,16	21,9	2,52	5,52
rec. ensaio (%)	91,0	5,2	49,3	88,4	1,7	37,4
rec. amostra (%)	66,3	4,3	20,0	60,9	1,4	14,7
NÃO-CONDUTORES						
rec. massa ensaio	68,84 %			75,29 %		
rec. massa amostra	1,588 %			1,551 %		
	Sn	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅	Sn	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅
teores (%)	0,34	41,3	1,81	0,39	40,1	2,23
rec. ensaio (%)	4,6	93,3	42,9	5,5	97,6	53,0
rec. amostra (%)	3,4	78,0	17,4	3,8	75,9	20,8

Nota: resultados referentes à composição das duas frações processadas, não computando os "middlings/middlings".

A análise comparativa destes resultados recomenda que o processamento do concentrado de pesados seja efetuado somente após a sua cominuição a menos 0,297 mm, mesmo havendo perdas mais elevadas dos elementos de interesse nos finos. Alguns dos motivos que justificam esta opção são:

- menor conteúdo de silicatos e fluoretos em grãos mistos com os minerais de interesse;
- condutores com teores significativamente mais elevados de Sn e Nb2O5, aliado a expressiva redução no teor de ZrO2;
- não-condutores com maior recuperação no ensaio para o ZrO2.

7.1.4. Separação Magnética

Os ensaios de separação magnética foram realizados em separador eletromagnético isodinâmico Frantz, tendo por objetivo determinar as características e índices de recuperação metalúrgica dos produtos passíveis de serem gerados a partir do processamento dos condutores e não-condutores da etapa de separação eletrostática.

Os ensaios foram efetuados em duas séries paralelas para as mesmas frações granulométricas estudadas na etapa de separação eletrostática. As condições operacionais adotadas estão expostas na tabela 16; o sinal positivo significa que o material é magnético para a amperagem citada e o negativo que o mesmo é não magnético.

TABELA 16
 CONDIÇÕES OPERACIONAIS ADOTADAS NA SEPARAÇÃO
 MAGNÉTICA EM FRANTZ

Produto	Condutores	Não-condutores	Susceptibilidade magnética Específica 1×10^{-6}
MAG 0	+ 0,1 A		1000
MAG 1	+ 0,4 A	+ 0,4 A	62
MAG 2	+ 1,0 A	+ 1,0 A	10
NMAG	- 1,0 A	- 1,0 A	

Nota: inclinação lateral de 15 graus

A - ampères

Os resultados obtidos, considerando a média ponderada das duas frações processadas, são apresentados na tabela 17.

Os produtos condutores MAG 0 e MAG 1, cerca de 50 % em peso dos condutores da separação eletrostática, correspondem a um rejeito magnético constituído basicamente por oxi-hidróxidos de ferro e ilmenita. As parcelas associadas de Sn e Nb₂O₅ para o concentrado de pesados a menos 0,297 mm representam 3,6 % e 2,3 %, respectivamente, do total contido destes elementos na amostra; para o concentrado a menos 0,595 mm estes valores são 40 a 50 % mais elevados.

Os condutores MAG 2 correspondem a pré-concentrados de nióbio com teores de 19 % e 21,4 % de Nb₂O₅, respectivamente, para os concentrados de pesados a menos 0,595 e menos 0,297 mm; as recuperações metalúrgicas obtidas para o Nb₂O₅ foram de 15,3 e 11,3 % sobre a amostra, respectivamente. Os principais minerais

associados a estes produtos são cassiterita, oxi-hidróxidos de ferro, zirconita e torita; estes dois últimos, mais abundantes no concentrado de pesados a menos 0,595 mm, bem como nas frações retidas em 0,210 mm de ambos os concentrados (baixo grau de liberação entre niobatos/silicatos). A parcela de cassiterita magnética associada a estes produtos é da ordem de 8 a 10 % do total contido deste elemento na amostra.

Os condutores NMAG correspondem essencialmente a concentrados de cassiterita, tendo a zirconita como principal impureza; sulfetos, constituídos principalmente por pirita, ocorrem subordinadamente. As diferenças significativas observadas para os teores de Sn, 40 % a 59 %, e de ZrO₂ associado, 13,8 % a 3,9 %, devem-se não só a problemas de eficiência da separação eletrostática prévia, como principalmente, a aspectos de liberação cassiterita/silicatos, a exemplo do observado para o nióbio. As recuperações de Sn nestes produtos são da ordem de 50 % do total contido na amostra estudada.

Os não-condutores MAG 1, cerca de 7,5 a 8 % em peso dos concentrados de pesados, constituem outro rejeito magnético, composto por oxi-hidróxidos de ferro e silicatos pesados, zirconita e anfibólio principalmente. Xenotima concentra-se neste produto, o qual apresenta teores de Y₂O₃ de apenas 1,6 % a 1,8 %. A maior parcela do ítrio presente nesta amostra encontra-se associada à zirconita e aos minerais de nióbio.

Os não-condutores MAG 2 correspondem a outro pré-concentrado de nióbio, porém com expressivos conteúdos de silicatos pesados - zirconita e torita principalmente. Os teores de Nb₂O₅ oscilam entre 4,35% e 17,4 %, com médias de 8,7 % e 12,3 %, respectivamente, para os concentrados de pesados a menos 0,595 e menos 0,297 mm; as parcelas associadas a estes são,

respectivamente, de 13,7 e 16,9 % do total de nióbio contido.

Os não-condutores NMAG, constituídos essencialmente por zirconita, apresentam teores de ZrO_2 entre 52,4% e 56,8 %; a recuperação do zircônio sobre a amostra é da ordem de 68 % do total contido.

7.1.5. Características dos Produtos Finais Obtidos

Um sumário das principais características e recuperações metalúrgicas para os vários produtos obtidos, de acordo com o procedimento descrito nos itens anteriores, é apresentado na tabela 18. As recuperações apresentadas desconsideram a recirculação posterior dos "middlings/middlings" da separação eletrostática.

Todos os resultados das separações eletrostática e magnética, discutidos anteriormente, apontam uma maior eficiência de separação para os ensaios realizados a partir do concentrado de pesados cominuído a menos 0,297 mm, muito embora com perdas mais elevadas nos finos. A causa está unicamente relacionada ao incremento na liberação dos minerais de interesse.

Estas estimativas deverão ser revistas após a realização de ensaios em escala piloto, de acordo com as proposições que serão apresentadas no item 10. Algumas conclusões podem ser antecipadas desde já:

- as recuperações de Sn e Nb₂O₅ nos concentrados finais deverão ser algo mais elevadas, considerando a recirculação dos "middlings/middlings" da separação eletrostática; estes carregam 4,2 % do estanho e 3,7 % do nióbio contidos na amostra.

TABELA 18

AMOSTRA "GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"

TEORES E RECUPERAÇÕES DOS PRODUTOS FINAIS

PRODUTO	% EM PESO	TEORES (%)			RECUPERAÇÕES (%)		
		Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5
CONDUTORES							
MAG 0	0,144	0,82	0,60	0,24	0,8	0,1	0,2
MAG 1	0,077	5,58	0,90	4,79	2,8	0,1	2,1
MAG 2 (1)	0,090	14,3	3,01	22,4	8,3	0,3	11,3
NMAG (1)	0,132	57,5	5,56	1,54	49,1	0,9	1,1
NÃO-CONDUTORES							
MAG 1	0,237	0,36	4,16	1,08	0,6	1,0	1,2
MAG 2 (1)	0,253	0,56	18,6	12,3	1,1	5,4	16,9
NMAG (1)	1,088	0,27	55,7	0,45	2,2	69,5	2,7
CONC. PES. - 0,044 mm	0,370	3,95	16,1	2,59	9,2	7,3	5,8

(1) concentrados finais

Estimativa baseada nos ensaios efetuados para o concentrado de pesados cominuído a menos 0,297 mm, não considerando a otimização das etapas de separações eletrostática e magnética.

- numa operação industrial, a maior parcela do produto condutor MAG 0 pode ser removida através de separadores magnéticos de tambores, logo após o primeiro estágio de concentração densitária, "rougher". Os produtos MAG 1 poderiam ser parcialmente removidos através de separação magnética de alta intensidade a úmido (WHIMS) ou de separação a úmido em tambor com ímãs de terras raras, numa operação intercalada nos estágios finais da concentração densitária ou logo após esta etapa, previamente à separação eletrostática.
- a otimização futura da etapa de separação eletrostática deve fazer com que a maior parcela dos minerais de nióbio se concentrem no produto condutor MAG 2. Adicionalmente, deverão ser procuradas alternativas para a recuperação da parcela remanescente de nióbio associada ao não-condutor MAG 2.
- o condutor NMAG, concentrado de cassiterita, a depender do conteúdo de zirconita associada, deverá ser reprocessado em separador eletrostático de placas, visando a remoção desta última, em operação semelhante à prevista na unidade de reprocessamento a seco dos "middlings" da concentração densitária do colúvio (figura 5, ítem 3.1.3).

7.2. Ensaios Complementares em Escala Semi-contínua com a Amostra "Granito Cinza 2"

7.2.1. Metodologia Adotada

Os ensaios realizados com a amostra Granito Cinza e Vermelho Compostos, ítem 7.1., permitiram estabelecer uma proposição inicial de fluxograma para a etapa de concentração densitária. O

processamento subsequente da amostra "Granito Cinza 2" foi realizado de acordo com esta proposição, conforme o esquema exposto na figura 15.

A cominuição da amostra foi efetuada em dois estágios. O primeiro em britador de mandíbulas, em circuito fechado com peneira de 3,36 mm (6 malhas Tyler); seguiu-se a moagem do restante da amostra em moinho de rolos, em circuito fechado com peneira de 0,595 mm (28 malhas Tyler). Adicionalmente, tirou-se uma amostra do produto de britagem, da ordem de 30 kg, para a realização de ensaios de determinação de "work index" (resultados expostos no Ítem 6.2.).

O produto da moagem foi processado em circuito aberto, através de duas espirais modelo LG7 em série, compreendendo os estágios "rougher" e "scavenger" 1. O concentrado "scavenger" 1 recirculava para a alimentação do "rougher" e os "middlings" no próprio estágio em que foram gerados.

O rejeito "scavenger" 1, após a secagem, foi remoído em moinho de barras de 0,6 x 0,3 m (2 x 1 ft.), em circuito fechado com classificador espiral de 6 polegadas (cerca de 150 mm). As condições operacionais foram ajustadas para um corte granulométrico ao redor de 0,149 mm (100 malhas Tyler) - "overflow" do classificador espiral com 95 % em peso passante em 0,149 mm. A opção por moinho de barras foi proposital, face à pequena quantidade de amostra disponível e à necessidade de se evitar uma maior geração de finos.

O produto da moagem do rejeito "scavenger" 1, após secagem, foi submetido a outro estágio de concentração densitária em espiral, "scavenger" 2. O rejeito então obtido, cerca de 320 kg, foi secado previamente à realização dos ensaios de flotação de fluoretos, expostos no ítem 8.

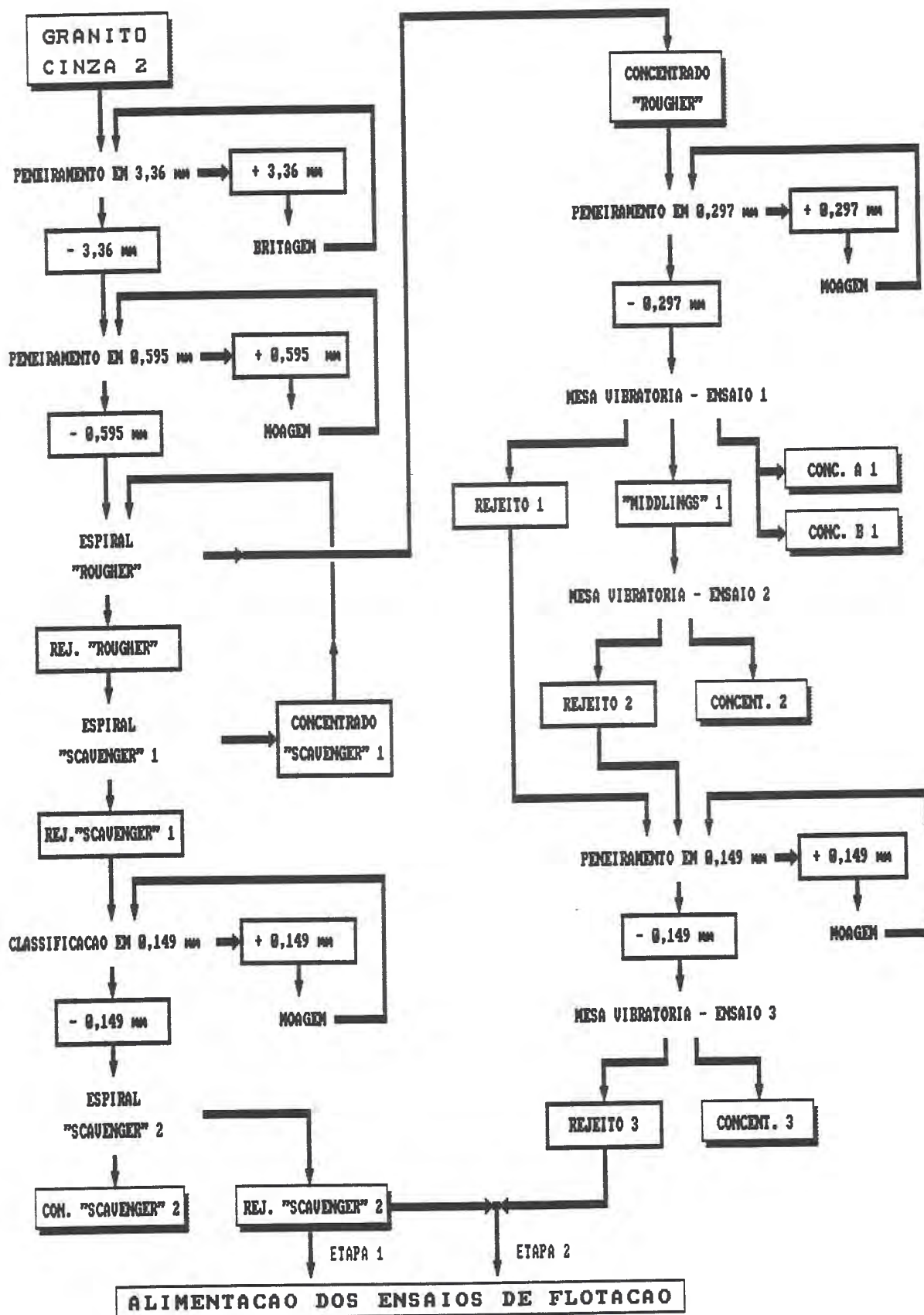


FIGURA 15
 AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"
 ESQUEMA DE PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Operações de espessamento e secagem foram intercaladas entre as três últimas etapas citadas, face à impossibilidade de realização de ensaios em escala contínua: pequena quantidade de amostra e incompatibilidade entre as capacidades dos equipamentos então disponíveis.

O concentrado "rougher" foi moído a menos 0,297 mm (48 malhas Tyler), em moinho de jarro com carga de bolas, através de moagem contínua simulada, a úmido. Na sequência efetuaram-se dois ensaios de concentração em mesa vibratória de 0,67 m² de área, sendo que o segundo corresponderia à "recirculação" dos "middlings" do primeiro.

No primeiro ensaio foram gerados dois concentrados distintos de pesados, visando avaliar as possibilidades de uma separação cassiterita/zirconita por métodos densitários. São eles:

- . pré-concentrado de cassiterita;
- . pré-concentrado de zirconita.

A obtenção de um concentrado final de cassiterita por métodos densitários, mesmo com baixa recuperação, permite minimizar a massa de material a ser secada e alimentada ao circuito de separações eletrostática e magnética, bem como as perdas de cassiterita magnética.

Os rejeitos dos dois ensaios em mesa vibratória foram compostos, remoídos em moinho de jarro a menos 0,149 mm, e reprocessados num terceiro ensaio em mesa vibratória. O rejeito obtido foi secado e incorporado à alimentação dos ensaios de flotação de fluoretos, objeto do item 8.

7.2.2. Concentração Densitária

A síntese dos resultados dos ensaios de concentração densitária em espirais e em mesa vibratória é apresentada na forma de fluxograma, figura 16, e na tabela 19.

Os resultados do ensaio "rougher" + "scavenger" 1, com as análises granulométricas da alimentação e dos produtos obtidos são apresentados na tabela 20.

A pequena quantidade de material processada, cerca de 500 kg, além da falta de compatibilidade entre as caixas e as bombas empregadas na execução do ensaio, dificultaram a obtenção de um ajuste ideal no decorrer da realização do mesmo. A densidade de corte para o estágio "rougher" se situou bem abaixo da meta inicialmente prevista; este produto, representando cerca de 7,8 % da amostra, apresentou uma densidade média de apenas 3,30 g/cm³. Não obstante, as recuperações metalúrgicas obtidas foram superiores às previstas.

Os enriquecimentos para os elementos de interesse, em média entre 8 e 12 vezes, decrescem expressivamente abaixo de 0,149 mm.

As recuperações por fração granulométrica são também concordantes com os estudos de grau de liberação da amostra "Granito Cinza 1" e os ensaios de concentração densitária com a amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos". As recuperações de Sn no concentrado "rougher" crescem de 74 %, na fração entre 0,595 e 0,420 mm, até valores acima de 90 %, para as frações abaixo de 0,297 mm e acima de 0,044 mm; a partir daí decrescem por questões de eficiência do processo. Para o Nb₂O₅ a situação é significativamente pior; na fração mais grosseira, a recuperação é de apenas 29 %, sendo que valores da ordem de 90 % são alcançados somente na fração - 0,149 + 0,074 mm. Para o ZrO₂

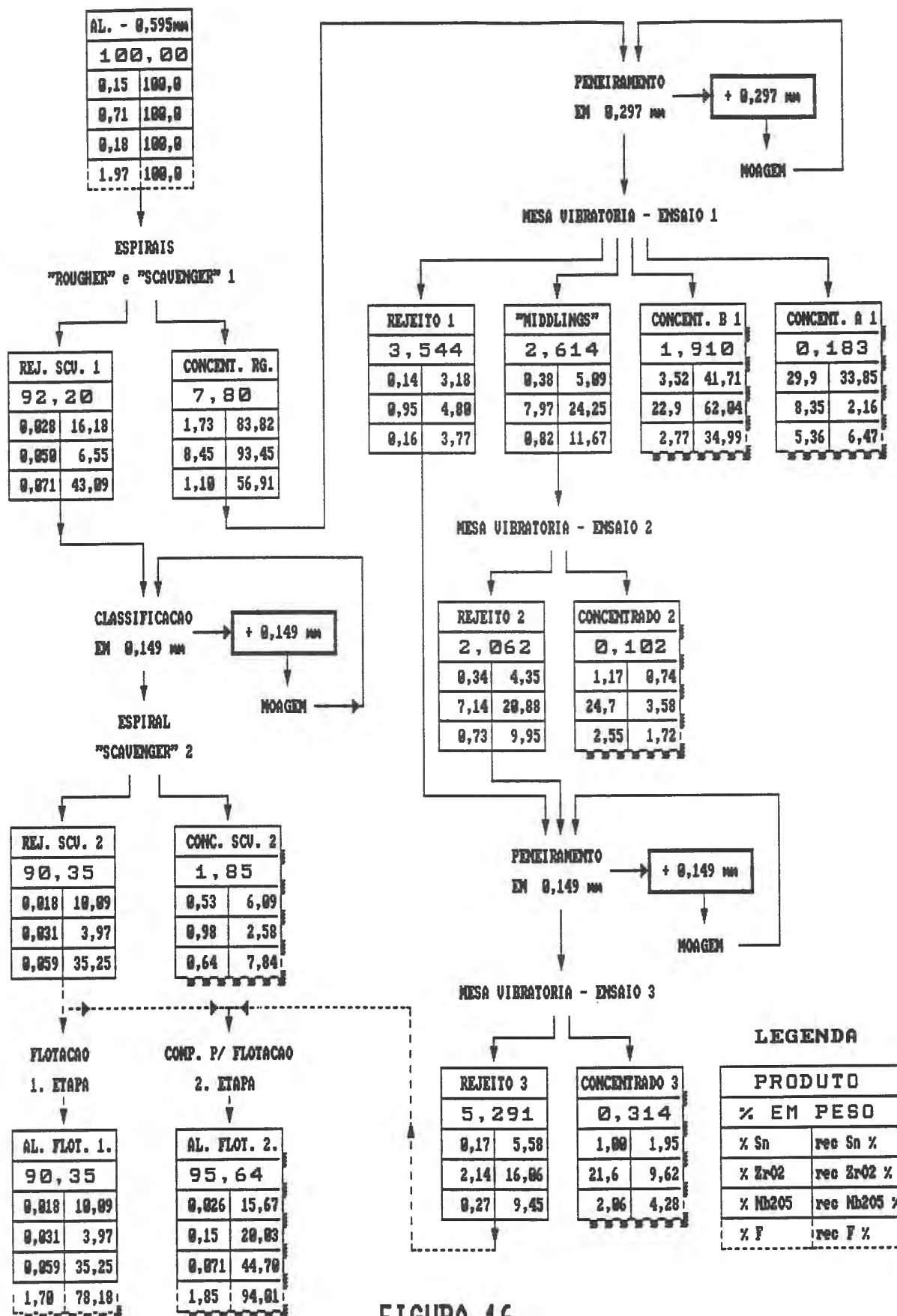


FIGURA 16

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"
FLUXOGRAMA DOS ENSAIOS DE CONCENTRACAO DENSITARIA

TABELA 19

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2" - ENSAIOS DE CONCENTRACAO DENSITARIA

ENSAIO	PRODUTO	% EM PESO		TEORES (%)			DENSIDADE	DISTRIBUICAO NO ENSAIO (%)			DISTRIBUICAO NA AMOSTRA (%)		
		ensaio	amostra	Sn	ZrO2	Nb2O5	g/cm ³	Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5
ESPIRAIS "ROUGHER" + "SCAV." 1	CONCENT. RGH.	7.80	7.800	1.73	8.45	1.10	3.30	83.82	93.45	56.91	83.82	93.45	56.91
	REJEITO SCV. 1	92.20	92.200	0.028	0.050	0.071		16.18	6.55	43.09	16.18	6.55	43.09
	TOTAL CALCULADO	100.00	100.000	0.16	0.71	0.15		100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
	TOTAL DOSADO			0.15	0.71	0.18							
MESA VIBRATORIA ensaio n. 1	CONCENTRADO A 1	2.34	0.183	29.90	8.35	5.36	5.24	40.38	2.31	11.37	33.85	2.16	6.47
	CONCENTRADO B 1	24.49	1.910	3.52	22.90	2.77	4.15	49.75	66.39	61.49	41.71	62.04	34.99
	"MIDDINGS"	27.74	2.164	0.38	7.97	0.82	3.10	6.07	26.17	20.52	5.09	24.45	11.67
	REJEITO 1	45.43	3.544	0.14	0.95	0.16	2.72	3.79	5.13	6.63	3.18	4.80	3.77
	TOTAL CALCULADO	100.00	7.800	1.73	8.45	1.10	3.23	100.00	100.00	100.00	83.82	93.45	56.91
TOTAL DOSADO			1.64	7.90	0.99	3.30							
MESA VIBRATORIA ensaio n. 2	CONCENTRADO 2	4.72	0.102	1.17	24.70	2.55	4.09	14.56	14.63	14.75	0.74	3.58	1.72
	REJEITO 2	95.28	2.062	0.34	7.14	0.73		85.44	85.37	85.25	4.35	20.88	9.95
	TOTAL CALCULADO	100.00	2.164	0.38	7.97	0.82		100.00	100.00	100.00	5.09	24.45	11.67
TOTAL DOSADO			0.33	7.44	0.80								
MESA VIBRATORIA ensaio n. 3	CONCENTRADO 3	5.60	0.314	1.00	21.60	2.06	3.92	25.87	37.45	31.16	1.95	9.62	4.28
	REJEITO 3	94.40	5.291	0.17	2.14	0.27		74.13	62.55	68.84	5.58	16.06	9.45
	TOTAL CALCULADO	100.00	5.605	0.22	3.23	0.37		100.00	100.00	100.00	7.53	25.67	13.72
TOTAL DOSADO			0.23	3.45	0.41								
ESPIRAL "SCAVENGER" 2	CONCENT. SCV. 2	2.01	1.85	0.53	0.98	0.64		37.65	39.34	18.20	6.09	2.58	7.84
	REJEITO SCV. 2	97.99	90.35	0.018	0.031	0.059		62.35	60.66	81.80	10.09	3.97	35.25
	TOTAL CALCULADO	100.00	92.20	0.028	0.050	0.071		100.00	100.00	100.00	16.18	6.55	43.09
				0.023	0.045	0.063							

obteve-se recuperações superiores a 95 % em todas as frações granulométricas acima de 0,074 mm.

O estágio "scavenger" 2 em espiral foi efetuado sobre o rejeito "scavenger" 1, após a remoagem do mesmo a menos 0,149 mm. Este teve por objetivo verificar as possibilidades de aumento de recuperação dos minerais pesados previamente à flotação dos fluoretos.

O concentrado obtido, 2,01 % em peso no ensaio ou 1,85 % sobre a amostra estudada, apresenta enriquecimentos entre 9 e 20 vezes e recuperações metalúrgicas entre 18 e 39 %, representando ganhos adicionais de recuperação de 2,5 % para o ZrO_2 , 6,1 % para o Sn e 7,8 % para o Nb_2O_5 . As baixas recuperações metalúrgicas verificadas estão relacionadas aos seguintes fatores:

- uma parcela expressiva dos elementos de interesse na alimentação do ensaio está contida abaixo de 0,037 mm (400 malhas Tyler): 54 % do Sn, 46 % do ZrO_2 e 44 % do Nb_2O_5 ;
- expressivo conteúdo de finos interferindo na eficiência do ensaio; 25 % da alimentação passante em 0,044 mm. A deslamagem prévia do material seria recomendável;
- a baixa densidade de corte do estágio anterior ("rougher" + "scavenger" 1) acarretou a recuperação de uma parcela mais expressiva de grãos mistos.

O ensaio 1 em mesa vibratória, efetuado a partir do concentrado "rougher" remoído a menos 0,297 mm, gerou dois concentrados distintos. O concentrado denominado A1, com teores de 29,9 % de Sn e 8,4 % de ZrO_2 e recuperações metalúrgicas de 33,9% de Sn e 2,2 % de ZrO_2 sobre a amostra, evidencia a possibilidade de uma boa separação entre a cassiterita e a zirconita, a ser futuramente otimizada escala piloto.

O concentrado B1 e os obtidos nos demais ensaios em mesa vibratória apresentam composições similares, com teores de ZrO₂ entre 21,6 % e 24,7 %, Sn entre 1,0 % e 3,5 % e Nb₂O₅ entre 2,1 % e 2,8 %.

As principais características destes concentrados são apresentadas na tabela 21.

TABELA 21

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"

TEORES E RECUPERAÇÕES PARA OS CONCENTRADOS DE PESADOS

	% PESO	TEORES (%)			RECUPERAÇÃO (%) (1)		
		Sn	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅	Sn	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅
conc. A1	0,183	29,9	8,35	5,36	33,9	2,2	6,5
conc. B1, 2 e 3	2,326	3,1	22,8	2,67	44,4	75,2	41,0

(1) recuperação sobre a amostra

As composições químicas dos quatro concentrados obtidos em mesa vibratória são apresentadas na tabela 22. As principais impurezas associadas a estes referem-se a oxi-hidróxidos de ferro, silicatos pesados (torita e anfibólio) e minerais de flúor. Salienta-se a presença de ouro, com teores variáveis entre 0,24 e 4,66 ppm, em média ao redor de 0,9 ppm, e de enxofre, analisado somente em dois dos concentrados, com teores da ordem de 0,2 a 0,3 % de S (sulfetos).

TABELA 22

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2" - COMPOSICAO DOS CONCENTRADOS DE MESA VIBRATORIA

ENSAIO	PRODUTO	% EM PESO		TEORES (%)										DISTRIBUICAO NA AMOSTRA (%)				
		amostra	amostra	Sn	ZrO2	Nb2O5	Ta2O5	Y2O3	Fe2O3	TiO2	SiO2	S	Au (ppm)	Sn	ZrO2	Nb2O5		
MESA VIBRATORIA n 1	CONCENTRADO A 1	0.183	29.90	8.35	5.36	0.59	0.18	20.00	0.40	7.84	0.28	2.64	33.85	2.16	6.47			
	CONCENTRADO B 1	1.910	3.52	22.90	2.77	0.49	0.34	22.10	0.85	22.50	n.d.	0.24	41.71	62.04	34.99			
MESA VIBRATORIA n 2	CONCENTRADO 2	0.102	1.17	24.70	2.55	0.56	0.42	18.60	1.70	12.70	0.17	4.66	0.74	3.58	1.72			
MESA VIBRATORIA n 3	CONCENTRADO 3	0.314	1.00	21.60	2.06	0.47	0.33	22.70	1.47	13.70	n.d.	3.01	1.95	9.62	4.28			
TOTAL DOS CONCENTRADOS OBTIDOS		2.509	5.03	21.75	2.86	0.50	0.33	21.88	0.93	19.93		0.94	78.24	77.39	47.46			

n.d.- nao determinado

7.2.3. Ensaio Exploratório para Recuperação de Ouro

Constatada a presença de ouro nos concentrados dos ensaios efetuados em mesa vibratória, procederam-se a estudos iniciais de cianetação em tanque agitado. Estes ensaios, efetuados com elevadas dosagens de NaCN, tiveram por único objetivo verificar se a parcela do ouro presente é acessível ou refratária à lixiviação por cianeto.

A descrição da metodologias e da filosofia adotada para a realização destes ensaios é apresentada por Kahn et al. (75).

As condições operacionais adotadas nestes ensaios foram:

- massa de sólidos: 90 a 200 g
- % de sólidos: 40 %
- dosagem de NaCN: 5 g/l
- pH: 10,5
- tempo de agitação: 48 horas

Os resultados destes ensaios, tabela 23, indicam um potencial de recuperação de ouro superior a 90 %.

A distribuição do ouro no concentrado de pesados, bem diversa da dos demais elementos de interesse, mais o fato de nas diferentes observações ao microscópio nunca terem sido identificadas partículas deste metal, sugerem a presença de ouro não liberado e de granulação fina.

TABELA 23

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2" - TEORES DE OURO NOS CONCENTRADOS DE PESADOS
E ENSAIOS DE CIANETAÇÃO EM TANQUE AGITADO

PRODUTO	% EM PESO amostra	TEORES DE Au (ppm)		DISTRIBUIÇÃO Au EXTRAÇÃO POR CONC. PESADOS CIANETAÇÃO (%) (1)
		dosado	calculado	
CONCENTRADO A 1	0,183	2,64	3,02	26,6 90
CONCENTRADO B 1	1,910	0,24	0,25	23,0 > 93
CONCENTRADO 2	0,102	4,66	3,90	19,2 92
CONCENTRADO 3	0,314	3,01	2,06	31,2 92
MÉDIA DOS CONCENTRADOS	2,509	0,94	0,83	100,0 > 92

(1) Distribuição do ouro efetuada a partir dos teores calculados das alimentações dos ensaios de cianetação em tanque agitado - lixívia, água de lavagem e resíduo

8. CONCENTRAÇÃO DE CRIOLITA

8.1. Metodologia Adotada

Os ensaios descontínuos de flotação foram realizados em duas etapas objetivando verificar as possibilidades e condições para a obtenção de concentrados de criolita.

Numa primeira etapa os ensaios foram conduzidos a partir dos rejeitos densitários da amostra "Granitos Cinza e Vermelho", visando unicamente selecionar os reagentes e as condições operacionais mais favoráveis à concentração dos minerais de flúor. O pequeno conteúdo de criolita e a elevada relação fluorita/criolita não justificavam a realização de estudos mais aprofundados para o desenvolvimento do processo de concentração a partir desta amostra; estes foram realizados, numa segunda etapa, a partir dos rejeitos densitários da amostra "Granito Cinza 2".

Os esquemas de composição desses rejeitos para os estudos de flotação são apresentados nas figuras 13 e 16 (ítem 7), respectivamente para as amostras "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" e "Granito Cinza 2". Estes, previamente à realização dos ensaios de flotação, foram adequados granulométricamente e, em seguida, deslamados.

Numa fase inicial dos estudos de concentração da criolita de ambas as amostras, (flotação estagiada), conduziram-se os ensaios de flotação exclusivamente a partir dos rejeitos finais da concentração densitária. Subseqüentemente, nos ensaios finais de cada uma das etapas, foram incorporados produtos intermediários, "middlings", visando elevar o teor e a recuperação do flúor contido na alimentação dos ensaios de flotação, visto que os

fluoretos, com densidades mais elevadas que a da ganga silicática, mostram um certo enriquecimento nos "middlings" da concentração densitária. Adicionalmente, alguns testes foram conduzidos diretamente a partir da amostra "Granito Cinza 2", após etapas de cominuição e deslamagem (Ítem 8.6).

A tabela 24 apresenta um sumário do balanço do flúor e os conteúdos de criolita nos rejeitos da concentração densitária, previamente à deslamagem para os ensaios de flotação. As perdas de criolita por solubilização da mesma em água, particularmente importantes para a amostra "Granito Cinza 2", não estão computadas; elas são discutidas no ítem 8.1.3.

TABELA 24
TEORES DE FLÚOR E DE CRIOLITA NOS REJEITOS
DA CONCENTRAÇÃO DENSITÁRIA

	% em peso	Teores (%)			Recup. (%)
		F	criolita	outros fl.	F (1)
"GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"					
1ª etapa	87,88	1,48	1,5	1,4	79,5
2ª etapa	97,08	1,59	1,7	1,4	94,6
"GRANITO CINZA 2"					
1ª etapa	90,35	1,70	2,4	1,0	78,2
2ª etapa	95,64	1,85	2,6	1,1	94,0

(1) recuperação sobre a alimentação inicial; valores não considerando as parcelas de criolita solubilizada em água nas etapas anteriores do processo.

8.1.1. Preparação da Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos"

Os rejeitos densitários da amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" foram processados de acordo com esquema exposto na figura 17.

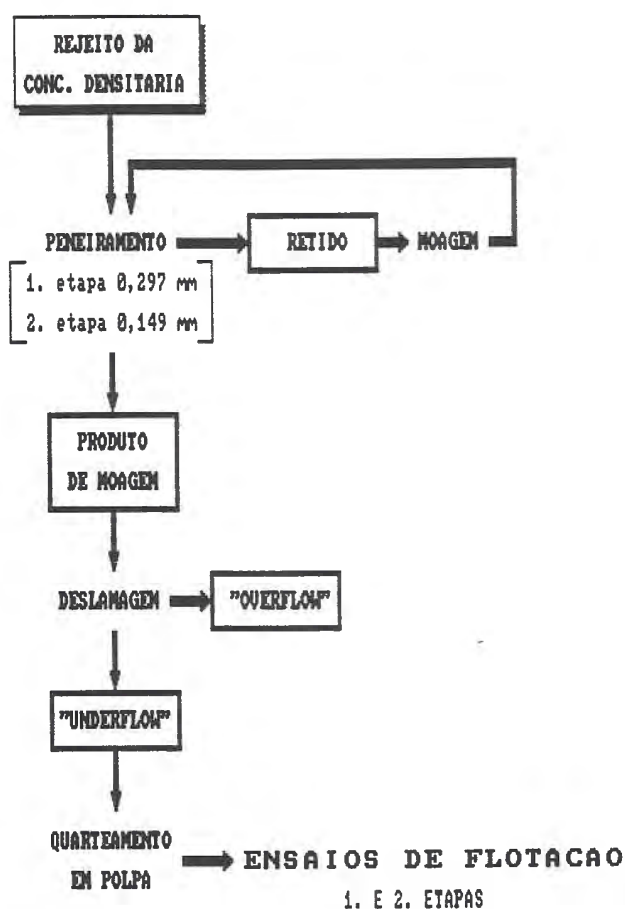


FIGURA 17

AMOSTRA "GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"
ESQUEMA DE PREPARACAO DOS REJEITOS DENSITARIOS
PARA OS ENSAIOS DESCONTINUOS DE FLOTACAO

O procedimento de cominuição adotado consistiu de moagem contínua simulada a úmido, através da utilização de moinho de jarro, com capacidade interna da ordem de 10 l, e utilização de barras como corpos moedores. A opção por carga de barras, não recomendada para as granulometrias das moagens efetuadas, foi adotada propositalmente, com o objetivo de minimizar a geração de finos.

Numa primeira etapa de pesquisa de reagentes adotou-se uma cominuição a menos 0,297 mm. Posteriormente, verificou-se que esta granulometria não propiciava uma liberação adequada da criolita e dos demais minerais de flúor. Estudos de grau de liberação da criolita e dos demais fluoretos, então efetuados, indicaram um grau de liberação entre fluoretos e silicatos da ordem de 80-85% para material abaixo de 0,149 mm e de 90-95 % para o passante em 0,074 mm. Na segunda etapa de ensaios, optou-se por uma moagem inicial a menos 0,149 mm.

A deslamagem dos produtos de moagem foram efetuadas através de ciclones de 25 mm de diâmetro, com corte granulométrico ao redor de 0,010 mm. Os resultados obtidos para as duas etapas citadas são apresentados na tabela 25. As parcelas de flúor no material deslamado representam cerca de 75 % e 91 % do total contido deste elemento na amostra estudada.

8.1.2. Preparação da Amostra "Granito Cinza 2"

Os rejeitos densitários da amostra "Granito Cinza 2" foram cominuídos a menos a 0,149 mm e, em seguida, deslamados, em procedimento idêntico ao adotado para a amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos". Os resultados de deslamagem são apresentados na tabela 26. As parcelas de flúor na alimentação das duas etapas

TABELA 25

AMOSTRA "GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"

DESLAMAGEM DOS REJEITOS DENSITÁRIOS

Produto	% em peso		teores (%)		rec. ens. (%)		rec. am. (%)
	ensaio	amostra	F (1)	CaO	F (1)	CaO	F (1)
1ª ETAPA							
"underflow"	96,59	84,88	1,47	0,47	94,44	86,49	75,08
"overflow"	3,41	3,00	2,45	2,08	5,56	13,51	4,42
total calc.	100,00	87,88	1,50	0,52	100,00	100,00	79,50
2ª ETAPA							
"underflow"	95,91	93,11	1,52	0,58	95,77	93,69	90,60
"overflow"	4,09	3,97	1,57	0,91	4,23	6,31	4,00
total calc.	100,00	97,08	1,52	0,59	100,00	100,00	94,60

(1) Não computadas as parcelas de flúor solubilizadas em água

TABELA 26

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2" - DESLAMAGEM DOS REJEITOS DENSITÁRIOS

Produto	% em peso		teores (%)		rec. ens. (%)		rec. am. (%)
	ensaio	amostra	F (1)	CaO	F (1)	CaO	F (1)
1ª ETAPA							
"underflow"	93,85	84,79	1,69	0,28	93,17	85,07	72,84
"overflow"	6,15	5,56	1,89	0,75	6,83	14,93	5,34
total calc.	100,00	90,35	1,70	0,31	100,00	100,00	78,18
2ª ETAPA							
"underflow"	94,09	89,99	1,93	0,30	94,04	86,43	88,41
"overflow"	5,91	5,65	1,95	0,75	5,96	12,97	5,60
total calc.	100,00	95,64	1,93	0,33	100,00	100,00	94,01

(1) Não computadas as parcelas de flúor solubilizadas em água

de ensaios de flotação são ligeiramente inferiores às verificadas para o "Granitos Cinza e Vermelho Compostos", cerca de 73 % e 88 % do total contido.

8.1.3. Solubilização da Criolita

No decorrer do presente trabalho foram encontradas certas dificuldades na implantação da metodologia para a análise de flúor nos produtos gerados nas várias etapas do estudo.

Esta foi efetuada através de dois métodos distintos, cada qual considerando diferentes processos de abertura ou solubilização do flúor:

- destilação do flúor com ácido perclórico seguida de titulação com nitrato de tório, para teores acima de 2 % de F;
- fusão alcalina com soda cáustica, seguida da determinação do flúor através de eletrodo de íon específico, para teores abaixo de 2 % de F.

Após o adequado ajuste dos métodos citados persistia uma tendência dos teores de flúor determinados através de destilação/titulação serem algo superiores aos obtidos através de fusão alcalina, fato este presumivelmente atribuído a uma solubilização incompleta do flúor na fusão alcalina.

As dificuldades analíticas implicaram em problemas para o fechamento do balanço metalúrgico do flúor e consequentes restrições em sua análise, encobrendo a real relevância da solubilização parcial da criolita em água, até fase bem adiantada dos trabalhos.

O sumário do balanço de flúor para os ensaios de concentração densitária e deslamagem da amostra "Granito Cinza 2", considerando a média dos resultados obtidos a partir das análises

dos produtos gerados, indica um teor calculado de 1,97 % de F, bem inferior ao dosado, 2,60 % de F (figura 18). A diferença verificada, se atribuída exclusivamente à solubilização parcial de criolita e outros fluoretos, representaria 24 % do total contido de flúor nesta amostra.

Não foram efetuadas medidas relativas à dissolução da criolita na amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos". Todos os resultados e discussões expostos a seguir estão restritos à amostra "Granito Cinza 2"

Ensaio específicos para avaliar a solubilidade da criolita e dos demais fluoretos presentes foram efetuados a partir de um concentrado obtido em ensaios descontínuos de flotação; este produto, com 48,5 % de F, era constituído por mais de 70 % de criolita, além de thomsenolita, pachnolita, fluorita, quartzo e feldspato. Estes ensaios foram realizados em diferentes valores de pH, com polpa a 5 % de sólidos, temperatura de 30 graus Celsius e agitação intensa por 30 minutos, seguido de filtragem e análise de F e Al na lixívia; o pH foi regulado através da adição de soda cáustica. Os valores obtidos, convertidos em criolita solúvel, são apresentados a seguir:

pH 7,0 : 0,11 g/l

pH 9,5 : 0,13 g/l

pH 10,5 : 0,09 g/l

A partir destas informações é de se esperar que as maiores perdas de flúor decorrentes da solubilização da criolita estejam relacionadas às operações de maior volume de trabalho, particularmente espessamento e secagem, adotadas no processamento da amostra em laboratório (ver figura 15, ítem 7) e detalhadas a seguir:

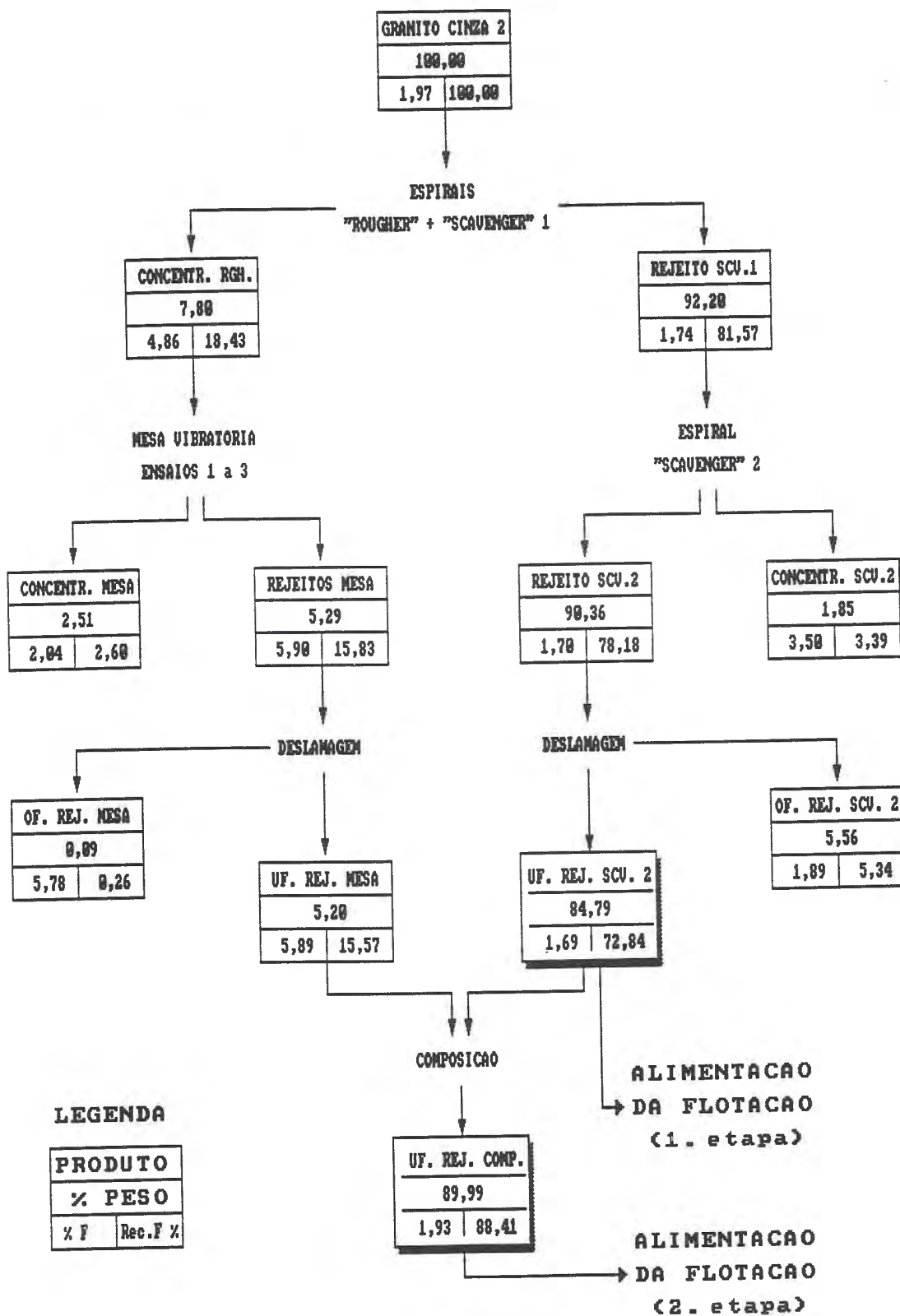


FIGURA 18

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"
SUMARIO DO BALANCO DO FLUOR NAS ETAPAS DE CONCENTRACAO DENSITARIA E DE DESLAMAGEM

- rejeito "scavenger" 1: espessamento, secagem, moagem a menos 0,149 mm em circuito fechado, espessamento e secagem;
- rejeito "scavenger" 2: espessamento e secagem;
- produtos de flotação: espessamento e secagem.

Nos ensaios de flotação verifica-se uma redução de 0,1 % a 0,3 % absolutos de F entre as alimentações dosadas e calculadas, em média de 0,20 % de F. Estas discrepâncias, no entanto, parecem estar mais relacionadas ao emprego dos dois métodos analíticos citados que propriamente à solubilização da criolita.

Informações adicionais sobre a solubilidade de criolita foram obtidas através da empresa Kryoliselkabet Oresund A/S (46). A criolita mostra elevada solubilidade em soluções aquosas de sais de alumínio e ferro, figura 19. Em soluções com sais de cromo e urânio apresenta solubilidade moderada. Valores de solubilidade em meio aquoso e em ácido clorídrico diluído são:

- solubilidade em água

15 graus Celsius : 0,34 g/l

20 graus Celsius : 0,36 g/l

25 graus Celsius : 0,39 g/l

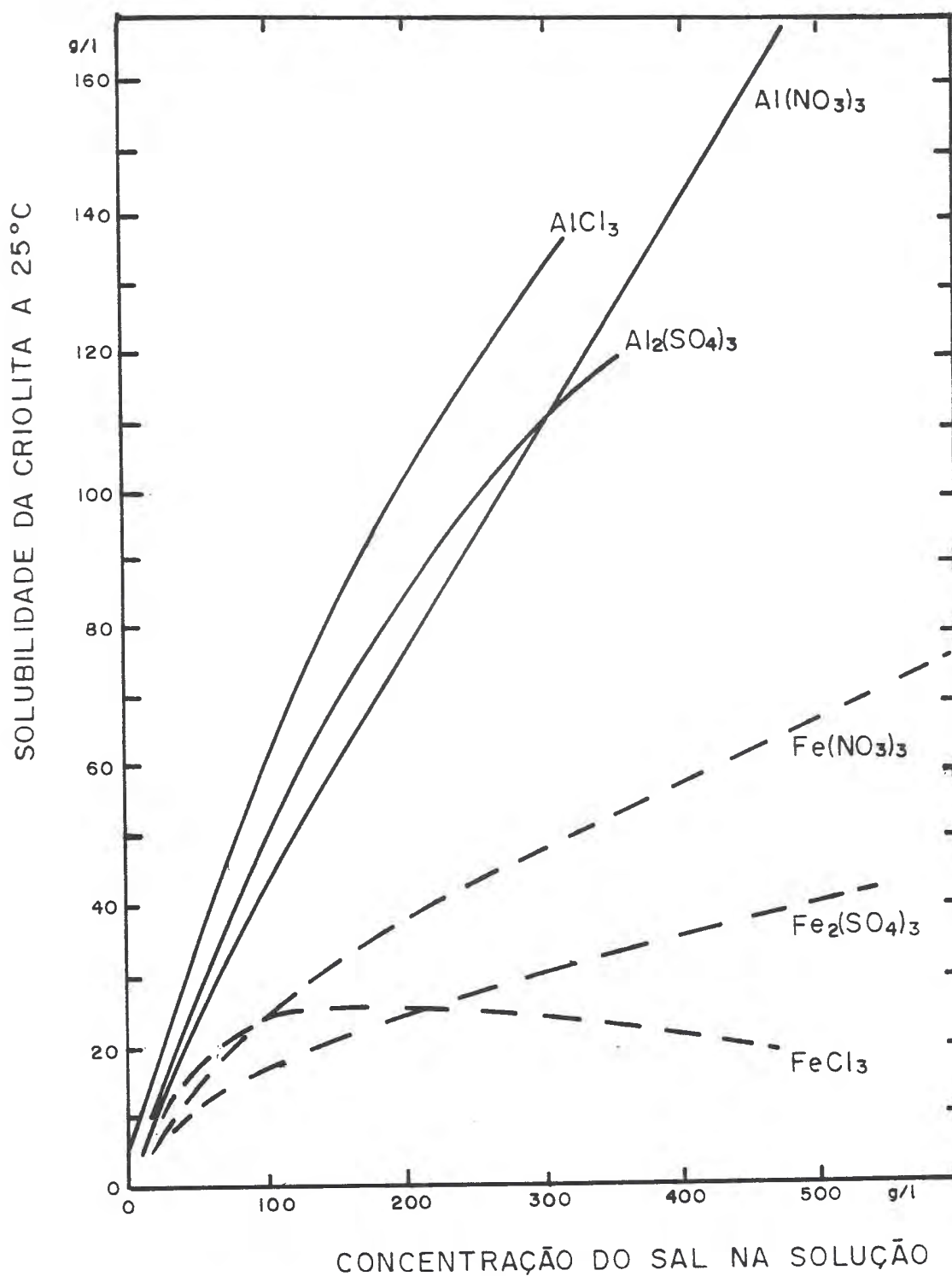
100 graus Celsius : 1,0 g/l

- solubilidade em HCl diluído (1,5 %)

20 graus Celsius : 10,3 g/l

A presença de fluoreto de sódio diminui a solubilidade da criolita em meio aquoso.

A partir destes resultados conclui-se que a recirculação da água de processo será de extrema importância, pois quanto maior a presença de íons de flúor e sódio na água de processo menor será a dissolução da criolita na água de processo e a contaminação da rede de drenagem por íons de flúor. Nos ensaios descontínuos ora realizados esta recirculação não foi considerada.



ADAPTADO DE (46)

FIGURA 19
SOLUBILIDADE DE CRIOLITA EM SOLUCOES
AQUOSAS DE SAIS DE ALUMINIO E FERRO

8.1.4. Procedimentos Adotados para os Ensaios de Flotação

Todos os ensaios foram efetuados em máquina de flotação de laboratório, modelo D12, marca Denver, com cubas transparentes, em resina de poliéster, e rotores e difusores de poliuretano.

As cubas empregadas foram adequadas em função do peso da amostra a ser processada em cada ensaio:

- cuba pequena (1,2 l): 50 a 200 g;
- cuba média (2,4 l): 500 a 550 g (à exceção do item 8.3.3);
- cuba grande (5,0 l): 100 a 1.100 g.

Diferentes procedimentos de ensaios foram adotados em função dos objetivos de cada etapa dos estudos:

- flotação estagiada: avaliação de seletividade e dosagens de reagentes para combinações variadas dos coletores e modificadores testados;
- ensaios com estágios "cleaner": avaliação da seletividade da flotação em estágios "cleaner" para condições pré-determinadas de reagentes e pH;
- ensaios com recirculação de massas, "locked cycle test" (76, 77 e 78): avaliação de interferências decorrentes da recirculação de "middlings", paralelamente à geração de maiores proporções de concentrados para a realização de etapas subsequentes do processo.

As escassas informações obtidas sobre a flotação de criolita indicam que o comportamento desta é muito similar ao da fluorita (54) e as únicas menções sobre coletores utilizados referem-se a ácidos graxos (53) e sulfonato de petróleo (54).

A seleção dos diversos reagentes empregados como coletores e modificadores no estudo de desenvolvimento do processo de flotação de criolita teve por premissa a utilização de ácidos

graxos e outros reagentes utilizados na flotação aniônica de fluorita, apatita, carbonatos e barita, dentre outros minerais semi-solúveis tipo sal, com características de flotabilidade algo semelhantes às da criolita.

Inúmeros são os trabalhos enfocando a flotação de minerais tipo sal, dentre os quais pode-se citar Hanna e Sommasundaran (79) e recentemente no Brasil Leal Filho (80), sistema apatita/carbonatos, e Chaves (81), sistema fluorita/quartzo/calcita, estes dois últimos apresentando uma ampla discussão sobre a flotação de fluorita, apatita e carbonatos portadores de cálcio, com detalhada abordagem dos mecanismos de coleta, ativação e depressão nesses sistemas, bem como sobre a prática operacional.

Segundo Eigeles, citado em (79), a similaridade da resposta dos vários minerais tipo sal às técnicas de flotação são frequentemente atribuídas a:

- semelhança da composição química superficial destes minerais;
- alta atividade superficial dos coletores usualmente utilizados;
- interação dos ânions ou cátions dissolvidos de um mineral sobre os demais minerais presentes na polpa, modificando as propriedades interfaciais;
- interação entre as espécies iônicas dissolvidas e o coletor, podendo contribuir para a redução da seletividade do processo.

A concentração destes minerais usualmente se faz por flotação direta com o emprego de coletores aniônicos; o emprego de coletores catiônicos, aminas e sais quaternários de amônio principalmente, é menos difundido (79).

Os ácidos graxos insaturados correspondem aos coletores

mais difundidos na flotação dos minerais tipo sal. Os mais utilizados são o "tall oil" e seus derivados ou os ácidos derivados do sebo, sendo comum a tendência de se adaptar a flotação ao ácido graxo mais facilmente encontrável (82).

Via de regra a coleta destes minerais ocorre por quimissorção; esta decorre da estabilidade dos sais carboxílicos destes minerais aliado ao seu caráter semi-solúvel. A natureza química da coleta é facilmente evidenciada pela presença da banda de absorção da carboxila em análises por espectrometria de infravermelho (83 e 84).

A solubilização parcial da criolita (0,4 g/l) acarreta numa maior presença de íons de sódio, alumínio e flúor em solução, podendo implicar em maior consumo de oleato pela formação de oleato de sódio. Nos estudos apresentados adiante, verificou-se quando da adição de NaF um incremento no consumo do coletor, o qual pode estar relacionado a este mecanismo. Adicionalmente, cita-se no processamento da criolita de Ivigtut, a utilização da água de processo saturada em criolita (*).

Sulfonatos são compostos obtidos por sulfonatação de alcoois, com fórmula geral $R-SO_2-O-$, semelhantes aos sulfatos de arila e alcoíla, que competem com os ácidos graxos nas mesmas aplicações. Segundo Baphu, citado em (81), a sua utilização vem sendo incrementada na América do Norte na flotação específica do sistema fluorita/carbonatos. Em Copenhague é empregada na flotação do sistema criolita/fluorita (54).

Outros coletores empregados na flotação de sistemas com a presença de dois ou mais minerais tipo sal, onde a seletividade entre estes é bem mais crítica, são os sulfosuccinatos, os

(*) K. E. Aunsholt, comunicação pessoal

sulfosuccinamatos, os sarcosinatos, e o ácido fosfônico e seus derivados, dentre outros.

Os agentes modificadores tais como silicato de sódio, polifosfatos, fluoretos, bissulfito de sódio, polissacarídeos, derivados de celulose, polifenóis e éteres poliglicólicos dentre outros, são citados como reagentes provedores de seletividade na flotação de minerais tipo sal (79).

De acordo com Eigeles, referido em (79), a interação dos vários modificadores na flotação de minerais tipo sal, sejam eles orgânicos ou inorgânicos, podem ser atribuídas a quatro fatores principais:

- efeito do modificador atuando diretamente sobre o mineral, alterando as cargas de superfície e a capacidade de adsorção;
- redução da adsorção do coletor na superfície do mineral mediante o recobrimento de sua superfície ("coating") pelo modificador;
- efeito sobre o quimismo da solução da polpa de flotação;
- efeitos sobre as características da espuma.

Dentre os reagentes modificadores inorgânicos o silicato de sódio é um dos mais utilizados, apresentando efeitos de dispersante e de depressor de ganga (carbonatos, silicatos, etc). O termo "silicato de sódio" refere-se a toda uma família de produtos que consiste principalmente de óxido de sódio e dióxido de silício em proporções variadas, e cuja composição pode ser representada pela fórmula geral $\text{Na}_2\text{O} \cdot r\text{SiO}_2$, onde r é chamado de módulo ou razão de silicato de sódio (85).

Dentre os polissacarídeos empregados como depressores encontram-se os amidos, de uso tão intensivo ou mesmo mais importante que o silicato de sódio em determinados sistemas de flotação de minerais tipo sal, derivados de celulose, como por

exemplo a carboximetilcelulose, e gomas naturais. Tanino e seus derivados, compostos polifenólicos, constituem também reagentes de reconhecida ação depressora.

Adicionalmente, a flotação reversa, com a utilização de coletores catiônicos, foi também pesquisada como uma alternativa à realização de estágios "cleaner" a partir do concentrado "rougher" obtido na flotação aniônica, objetivando a redução do conteúdo de silicatos no concentrado de fluoretos. As aminas e seus derivados, em meio ácido, correspondem aos coletores catiônicos mais difundidos nesta modalidade de flotação (86).

Os coletores empregados na pesquisa de processo de concentração de criolita foram:

- "tall oil" (ácidos graxos) bruto, monodestilado e bidestilado, marca Ceralit, saponificado a 1% ou adicionado diretamente;
- óleo de arroz;
- ácido oléico puro;
- KE-883B, sulfosuccinato de sódio, marca Henkel, diluído a 1%;
- Flotisor SM-15, éster de ácido fosfórico, marca Hoechst, diluído a 1%;
- FS-2, mistura de ácidos carboxílicos saturados e insaturados, marca Hoechst, diluído a 1%;
- Aero 801R, sulfonato de petróleo, marca Cyanamid, diluído a 1%;
- Aero 825, sulfonato de petróleo, marca Cyanamid, diluído a 1%;
- Aero 840, sulfonato de petróleo, marca Cyanamid, diluído a 1%;
- Aero 830, sulfonato de petróleo, marca Cyanamid, diluído a 1%;

- Aero 845, sulfonato de petróleo, marca Cyanamid, diluído a 1%;
- Hamposyl 0, lauril sarcosinato, marca Rexolin Chemical A.B.;
- Briquest 281-25S, ácido fosfônico, marca Albrigh & Wilson Ltd.
- Armacflote MIC 66, derivado de compostos alifáticos nitrogenados, marca Akzo, diluído a 1%;

Os modificadores pesquisados foram:

- amido de milho convencional (Colamil) gelatinizado com soda na proporção 4:1, seguido de diluição a 1%
- fluossilicato de sódio diluído a 0,5%;
- silicato de sódio neutro diluído a 1%;
- silicato de sódio alcalino diluído a 1%;
- bisulfito de sódio diluído a 1%;
- fluoreto de sódio diluído a 1%;
- ácido fluossilícico diluído a 1%;
- quebracho TPD-CSD diluído a 1%;
- Tylose CR-50 e CBR-40 OC, carboximetilcelulose, marca Hoechst, diluída a 1%;
- Macrospec L-37, dispersante derivado de tanino, marca Akzo, diluído a 1%;
- Arkopal N-040, éter nonifenolpoliglicólico, marca Hoechst, diluído a 1%; reagente não-iônico que se comporta como espumante, apresentando também propriedades emulsificantes;
- sulfato de alumínio diluído a 1%;
- cloreto de bário diluído a 1%;

Como reguladores de pH foram empregados: hidróxido de sódio (soda, soda cáustica, NaOH) diluída a 10%; ácido fluorídrico diluído a 1% e 10% e ácido sulfúrico diluído a 1% e 10%.

As condições operacionais adotadas na realização dos ensaios efetuados, considerando as três etapas necessárias à concentração da criolita, são apresentadas na tabela 27. Algumas modificações introduzidas neste procedimento, serão discutidas oportunamente.

TABELA 27

CONDIÇÕES ADOTADAS NAS ETAPAS DE CONDICIONAMENTO E FLOTAÇÃO

	CONDICIONAMENTO			FLOTAÇÃO	
	% sólidos	rpm	tempo (min)	% sólidos	rpm
FLOTAÇÃO DIRETA ANIÔNICA (cubas média e grande)					
modificador	50-55	1500	3		
coletor	20-25	1200	1	20-25	1200 (1) 1000 (2)
FLOTAÇÃO REVERSA CATIÔNICA (cubas pequena e média)					
descoleta	20	1200	4-5		
coletor	20	900	3	20	900
FLOTAÇÃO DIRETA ANIÔNICA COM SULFONATO (cuba pequena)					
descoleta	10-20	1200	2 x 3		
coletor	5-10	900	1	2-10	900

(1) flotação estagiada e "rougher"

(2) estágio "cleaner"

8.1.5. Sequência de Realização dos Ensaios

Os ensaios descontínuos de flotação foram efetuados segundo a sequência apresentada na tabela 28. Ensaios adicionais para a redução dos teores de Fe₂O₃ nos concentrados finais da etapa de flotação foram também realizados. Estes compreenderam ensaios de

separação magnética de alta intensidade a úmido, "WHIMS", em escala descontínua, seguido por ensaios de lixiviação clorídrica.

TABELA 28

SEQUÊNCIA DOS ENSAIOS DESCONTÍNUOS DE FLOTAÇÃO

Série nº	Finalidade	nº de ensaios
<u>AMOSTRA "GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"</u>		
01	pesquisa inicial de coletores e modificadores	28
02	conjugação de coletores modificadores mais seletivos	11
03	ensaios com estágios "cleaner"	9
<u>AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"</u>		
Flotação direta aniônica		
04	variação de pH e modo de adição de "tall oil"	7
05	variação de temperatura	4
06	variação da porcentagem de sólidos	6
07	variação da dosagem de NaF	9
08	pesquisa de modificadores	28
09	variação da dosagem de fluossilicato de sódio paralelamente ao emprego de diferentes variedades de "tall oil"	11
10	mistura de coletores	14
11	estágios "cleaner"	4
Flotação reversa catiônica		
12	testes iniciais	4
13	estágios "cleaner" com recirculação de massas	3
Flotação direta aniônica com sulfonato de petróleo		
14	pesquisa de coletores	6
15	estágios "cleaner"	2
16	estágios "cleaner" com recirculação de massas	1
Avaliação da influência da malha de moagem		
17	alternativa de flotação "rougher" com minério cominuído a menos 0,297 mm	2

8.1.6. Critérios para Apresentação e Análise de Resultados

Dois critérios foram adotados no sentido de minimizar a interferência de eventuais desvios analíticos das determinações de flúor sobre o balanço metalúrgico deste elemento.

Os desvios analíticos na determinação de flúor nos rejeitos finais da etapa de flotação aniônica, usualmente com teores inferiores a 0,5 % de F, interferiam sobremaneira na análise comparativa dos resultados destes ensaios, particularmente naqueles conduzidos com os rejeitos da concentração densitária da amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos". Visando minimizar estas interferências adotou-se o conteúdo acumulado de flúor contido nos vários produtos como referencial de recuperação. A parcela de flúor contida foi correlacionada com a recuperação deste elemento através dos teores médios calculados para as alimentações de cada uma das etapas de ensaios efetuados, tabela 29.

TABELA 29

TEORES MÉDIOS CALCULADOS DE FLÚOR NAS ALIMENTAÇÕES DOS ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

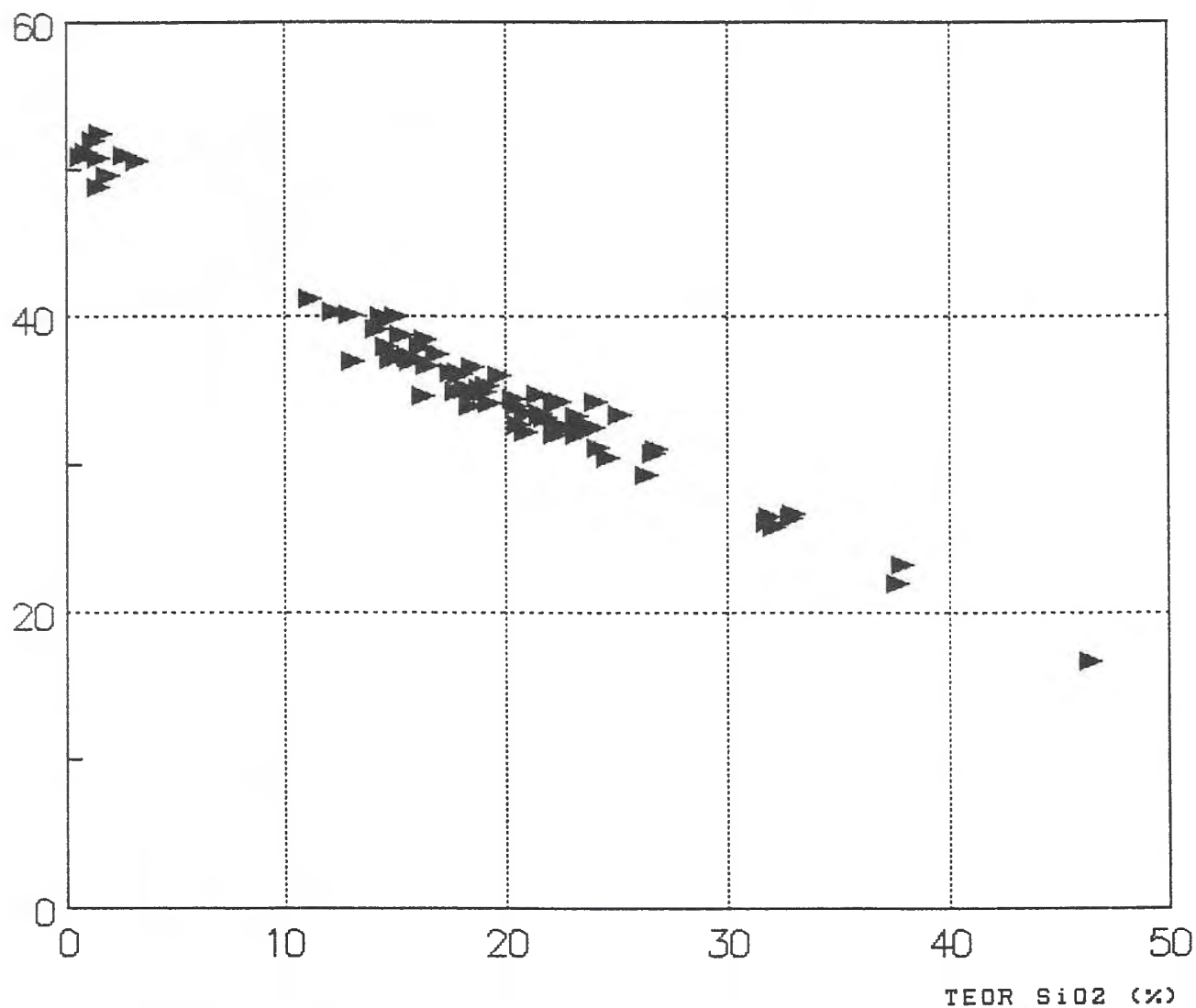
	Teor F (%)	Desvio Padrão	nº ensaios
"GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"			
1ª etapa	1,55	0,15	21
2ª etapa	1,50	0,13	22
"GRANITO CINZA 2"			
1ª etapa	1,46	0,04	56
2ª etapa	1,75	0,06	15

Por outro lado, as determinações de flúor efetuadas através de destilação, seguida por titulação, compreendem análises excessivamente trabalhosas e demoradas, além de apresentarem um elevado custo unitário. Uma perda parcial de flúor pode ocorrer em algumas destas análises, implicando na redução dos teores analisados frente aos teores reais. Na fase dos estudos com a amostra "Granito Cinza 2", determinações sistemáticas de SiO₂ foram efetuadas nos produtos com teores de flúor mais elevados (acima de 20 %), não só como parâmetro de interesse ao desenvolvimento do processo, mas também como forma de diagnosticar eventuais problemas analíticos nas determinações de flúor. A partir de um certo número de análises verificou-se uma elevada correlação entre os teores de F e SiO₂, sendo que os valores discrepantes, após reanalisados, se enquadravam na correlação estabelecida, figura 20.

Com base nesta correlação, a partir de um dado momento, as análises de flúor nas amostras com teores mais elevados (acima de 25 %) deixaram de ser efetuadas, assumindo-se o teor calculado de flúor a partir do teor dosado de sílica, de acordo com a equação de regressão linear apresentada na figura 20.

Este procedimento, além de minimizar os desvios dos teores calculados em relação a uma série de ensaios (tabela 29) restringiu significativamente o período de tempo necessário para a obtenção de resultados consistentes, passíveis de uma avaliação comparativa, bem como o número de determinações de flúor de alto teor, que ficaram limitadas aos produtos gerados nos ensaios com melhores resultados.

TEOR F (%)



$$\% F (\text{calc.}) = - 0,7727 * \% SiO2 (\text{dos.}) + 50,39$$

COEFICIENTE DE CORRELACAO = 0,9632

NUMERO DE OBSERVACOES = 78

DESVIO MEDIO ENTRE TEORES DOSADOS E CALCULADOS DE FLUOR = 3,1 %

FIGURA 20
CORRELACAO ENTRE TEORES DOSADOS DE F E SiO2

8.2. Ensaio de Flotação Aniônica com a Amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos"

Os estudos com a amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos" tiveram por objetivo principal avaliar os reagentes e as condições operacionais mais favoráveis à concentração dos fluoretos.

Face ao pequeno conteúdo de criolita e uma elevada relação fluorita/criolita, aliado à maior dispersão analítica na determinação dos teores de flúor, bem como à não sistematização do controle de temperatura da polpa no decorrer dos ensaios de flotação, os estudos com a amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos" serão abordados de forma resumida, citando-se apenas os reagentes utilizados e as principais conclusões obtidas.

8.2.1. Sumário dos Ensaio Realizados

A primeira etapa de pesquisa de coletores compreendeu a realização de 19 ensaios de flotação estagiada, com material cominuído a menos 0,297 mm. Estes ensaios foram efetuados em meio alcalino, com pH entre 8,5 e 11,5, utilizando amido de milho como depressor da ganga silicática. Os coletores pesquisados foram: "tall oil" comum, óleo de arroz, ácido oléico, Hamposyl-0, Aero 830, Aero 845, KE 883B, Flotisor SM-15, Flotisor SM-15 conjugado com óleo de pinho (3:1) e Flotisor FS-2.

Ensaio em meio ácido, com pH variando entre 3,5 e 5,5, foram efetuados mediante o emprego dos coletores Briquest 281-25S e de mistura entre Aero 845 e óleo de pinho (2:1). Os resultados alcançados não foram satisfatórios.

Os ácidos graxos, mais particularmente o "tall oil" comum,

foram os coletores que mostraram maior seletividade na flotação dos fluoretos.

Não foi observada distinção entre as seletividades para os diferentes minerais de flúor que indicassem meios de separação entre a criolita e os demais minerais de flúor presentes.

Constatada a maior seletividade do "tall oil" na flotação dos fluoretos efetuaram-se nove ensaios de flotação estagiada, seis dos quais com amostra cominuída a menos 0,149 mm, em que foram variadas as condições de pH de condicionamento (7,2 a 12,0) e de flotação (9,0 a 12,0), paralelamente ao emprego de NaF como depressor, conjugado ou não com amido de milho. Os resultados indicaram a necessidade de condicionamento em pH superior a 9,0 e flotação em pH próximo de 10,0.

A utilização de NaF isoladamente do amido de milho, e em níveis de dosagens semelhantes, mostrou menor eficiência que este último. Já a conjugação destes dois reagentes quando da adição do "tall oil" bruto, sem saponificação prévia, aumenta ligeiramente não só a seletividade global da flotação dos minerais de flúor, como também a seletividade da fluorita em relação à criolita (evidenciado pela elevação dos teores de Ca).

Uma pesquisa inicial de misturas de "tall oil" com outros coletores, KE 883B, Aero 845, Flotiner SM-15 e Hamposil-0, compreendeu a realização de 11 ensaios de flotação estagiada, todos efetuados com pH entre 9,5 e 10,5, utilizando, essencialmente, amido de milho como depressor; silicato de sódio neutro e Tylose CR-50 foram também testados para a mistura de "tall oil" com KE 883B.

Os melhores resultados foram alcançados para misturas de "tall oil" e KE 883B na proporção de 7:1, a única pesquisada nesta fase dos trabalhos. Nesta condição, o silicato de sódio neutro foi o

modificador que proporcionou maior seletividade para a flotação de fluoretos. As demais condições testadas, Flotisor SM-15, empregado isoladamente ou em mistura com "tall oil" na proporção de de 1:7, "tall oil" com Aero 840, nas proporções de 1:1 e 5:2, e "tall oil" com Hamposil-0, na proporção 12:1, apresentaram resultados inferiores aos observados para o "tall oil" puro ou em mistura com KE 883B.

A partir dos resultados dos ensaios de flotação estagiada foram selecionadas as melhores conjugações de reagentes para a realização de uma série inicial de 9 ensaios com a inclusão de estágios "cleaner". Todos os ensaios foram efetuados com o material cominuído a menos 0,149 mm; fez-se exceção um único ensaio em que o concentrado "rougher" foi remoído a menos 0,074 mm para efeito comparativo.

Os dois melhores resultados foram alcançados mediante misturas de "tall oil" com Flotisor SM-15 e com KE 883B.

Nos ensaios com utilização de "tall oil" como único coletor verificou-se uma aparente melhora nos resultados com a remoagem do concentrado "rougher" a menos 0,074 mm (ensaio 51).

8.2.2. Conclusões e Considerações Gerais Sobre os Ensaios de Flotação Aniônica

As principais características dos melhores concentrados obtidos nos ensaios efetuados nesta etapa dos trabalhos, com as respectivas condições adotadas, são apresentados na tabela 30.

As conclusões e principais considerações estabelecidas são:

- a recuperação máxima de flúor nos ensaios de flotação situa-se ao redor de 75 %, para concentrados com teores de 20 a 25 % de F. Tal fato está relacionado à presença de flúor em

TABELA 30

AMOSTRA "GRANITO CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"

SUMÁRIO DOS MELHORES RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS DE FLOTAÇÃO

Ensaio	Teores (%)	Recup. ensaio (%)	Coletor	Modificador	pH		
nº	F	Ca	SiO ₂	massa	F	cond. rgh.	cl.
ENSAIOS DE FLOTAÇÃO ESTAGIADA							
36	37,7	9,1	nd	2,45	65,4	"tall oil"	amido+NaF 10,0 10,0 -
43	36,7	9,5	nd	2,17	56,8	"tall oil"+KE 883B (7:1)	silic. sódio 10,5 10,5 -
ENSAIOS COM ESTÁGIOS "CLEANERS"							
39 (1)	45,4	8,7	4,45	1,17	33,3	"tall oil"+Flot.SM-15 (8:1)	amido 10,5 9,7 8,5
42 (1)	44,0	7,6	6,78	1,12	34,6	"tall oil"+KE 883B (7:1)	amido 10,5 10,5 7,4
51 (2)	44,8	10,5	5,6	0,94	31,4	"tall oil"	amido+NaF 10,0 10,0 7,4

(1) concentrado "cleaner" (- 0,149 mm)

(2) concentrado "cleaner" obtido a partir da remoagem do concentrado "rougher" a menos 0,074 mm

Notações: cond. condicionamento

rgh. "rougher"

cl. "cleaner"

- microinclusões nos silicatos, em outras espécies minerais que não fluoretos (micas e anfibólios) e à liberação dos fluoretos em granulometria relativamente fina;
- o "tall oil" comum foi o coletor mais seletivo nos ensaios de flotação estagiada;
 - entre os reagentes modificadores pesquisados a mistura de amido de milho com NaF foi a que proporcionou a melhor seletividade na flotação fluoretos/silicatos. Entre os minerais de flúor, a adição de NaF torna a flotação mais seletiva para a fluorita que para a criolita (elevação nos teores de Ca dos concentrados);
 - nos ensaios com estágios "cleaner" as misturas de "tall oil" com Flotisor SM-15 e KE 883B apresentaram resultados superiores aos alcançados com o uso isolado de "tall oil";
 - a remoagem do concentrado "rougher" em granulometria mais fina, 0,074 mm, com o incremento da liberação entre fluoretos e silicatos, propiciou uma melhora na seletividade da flotação nos estágios "cleaner" (ensaio 51);
 - os teores de sílica nos concentrados "cleaner", entre 4,4 e 6,8 % de SiO₂, situam-se bem acima das especificações dos concentrados comerciais (Ítem 3.2). As recuperações de F para estes concentrados situam-se entre 31 e 35 % do total contido deste elemento na alimentação dos ensaios de flotação;
 - nos ensaios realizados, praticamente não houve diferenças entre a seletividade da criolita em relação aos demais minerais de flúor que sugerissem ou permitissem um meio de separação entre estes;
 - os problemas de reprodutibilidade verificados nos ensaios devem ter como causa principal a ausência de controle

sistemático da temperatura nesta fase dos trabalhos (ver item 8.3.2, adiante), visto que estes foram conduzidos no período de inverno, em que as oscilações de temperatura da água utilizada são mais expressivas. Deste modo, os resultados e conclusões desta etapa de pesquisa inicial devem ser considerados com algumas reservas.

8.3. Ensaio Sistemático de Flotação Aniônica com a Amostra "Granito Cinza 2"

Os ensaios sistemáticos de flotação direta, com o emprego de coletores aniônicos, foram conduzidos segundo uma programação de trabalhos estabelecida a partir dos resultados resumidos no item anterior.

Inicialmente foram avaliadas as melhores condições operacionais no que tange a pH, temperatura da polpa, porcentagem de sólidos na etapa de flotação e forma de adição do coletor (bruto ou saponificado). Seguiu-se uma pesquisa para definição dos modificadores mais seletivos e suas respectivas dosagens. Finalmente, foram avaliadas outras variedades de "tall oil" (mono e bi-destilado) e misturas com outros reagentes.

8.3.1. Variação de pH e Forma de Adição do Coletor

Foi efetuada uma série de sete ensaios de flotação estagiada, com variação do pH entre 9,5 e 12,0 e emprego de "tall oil", adicionado diretamente ou saponificado. O condicionamento, em todos os ensaios, foi realizado em pH de 9,5 a 10,0 e com dosagem de amido de milho padronizada em 180 g/t.

A flotação em pH entre 9,5 e 10,5 apresenta resultados

similares; elevando-se o pH para 12,0 nota-se um certo aumento na recuperação de flúor aliado a uma perda de seletividade - flotação de uma parcela de ganga bem mais expressiva. Na continuidade dos ensaios o pH de flotação foi fixado em 9,5, face ao menor consumo de soda.

O emprego de "tall oil" saponificado apresentou desempenho superior ao do "tall oil" bruto quando do emprego de amido de milho como depressor.

8.3.2. Influência da Temperatura

Alguns dos ensaios referentes ao item 8.2, embora efetuados em condições similares, mostraram discrepâncias expressivas entre os seus resultados. Dentre as possíveis causas aventadas, atentou-se para a influência da temperatura da polpa, parâmetro até então não controlado.

O aquecimento da polpa (79) eleva a atividade química do coletor elevando a recuperação dos minerais tipo sal, dentre outros. Steiner, citado em (87), enfatiza a importância de uma maior redução da espessura da camada de hidratação na superfície da fluorita quando comparada à da calcita, com o aquecimento da polpa, como um dos aspectos provedores de seletividade no sistema fluorita/calcita.

Foram realizados quatro ensaios de flotação estagiada em idênticas condições, variando-se unicamente a temperatura da polpa: 10, 20, 30 e 35 graus Celsius. As dosagens de reagentes adotadas foram: 180 g/t de amido de milho e 300g/t de NaF na etapa de condicionamento e 200 g/t de "tall oil" saponificado por estágio de flotação.

Os resultados obtidos mostram uma influência marcante da temperatura. A análise dos resultados de teor versus recuperação de flúor apresentam uma tendência geral uniforme, sendo que em temperaturas mais baixas se observam teores mais elevados aliados a menores recuperações e, em temperaturas mais elevadas, comportamento inverso.

De acordo com o exposto e frente à localização da mina de Pitinga, fixou-se uma temperatura mínima de 25 graus Celsius para a realização dos ensaios subsequentes, idealmente entre 28 e 30 graus Celsius, aliado ao controle sistemático deste parâmetro.

8.3.3. Influência da Porcentagem de Sólidos

A avaliação da influência da porcentagem de sólidos da polpa na etapa de flotação compreendeu a realização de 6 ensaios de flotação estagiada em idênticas condições, variando-se unicamente a porcentagem de sólidos, 20%, 30% e 40% na etapa de flotação, e a forma de adição do "tall oil", bruto ou saponificado. Na etapa de condicionamento a porcentagem de sólidos foi mantida entre 50 a 55 %; as dosagens de reagentes adotadas são iguais às referidas no item 8.3.2.

A elevação da porcentagem de sólidos na etapa de flotação implica em nítida perda da seletividade do processo, evidenciada por uma expressiva redução nos teores e na recuperação de flúor. Na continuidade dos estudos a porcentagem de sólidos foi fixada em cerca de 20 % para os ensaios de flotação estagiada e "rougher".

Em relação à forma de adição do "tall oil" foram confirmados os resultados do item 8.3.1, para o caso da utilização de amido de milho como depressor.

8.3.4. Ensaio com Variação da Dosagem de NaF

Esta série, num total de 9 ensaios de flotação estagiada, foi efetuada com base nos resultados do ítem 8.2, tendo por objetivo avaliar a interferência do NaF na seletividade da flotação dos minerais de flúor, quando conjugado com amido de milho.

A dosagem de amido de milho foi padronizada em 180 g/t. "Tall oil", bruto ou saponificado, foi adicionado à razão de 200 g/t por estágio. A dosagem de NaF foi pesquisada no intervalo de 50 a 800 g/t.

Em contraposição aos resultados apresentados no ítem 8.3.1. o emprego de NaF conjugado com amido mostra-se mais seletivo com a adição de "tall oil" bruto que com o saponificado, cerca de 2 a 4 % absolutos a mais no teor de flúor no concentrado para um dado valor de recuperação. No entanto, esta melhora na seletividade é também acompanhada por um incremento no consumo de "tall oil" bruto para um dado valor de recuperação, quando comparado com o "tall oil" saponificado.

A variação no nível de dosagem de NaF parece ter pouca sensibilidade em relação à seletividade da flotação, principalmente abaixo de 500 g/t. Os melhores resultados foram alcançados com dosagens da ordem de 800 g/t.

8.3.5. Pesquisa de Modificadores

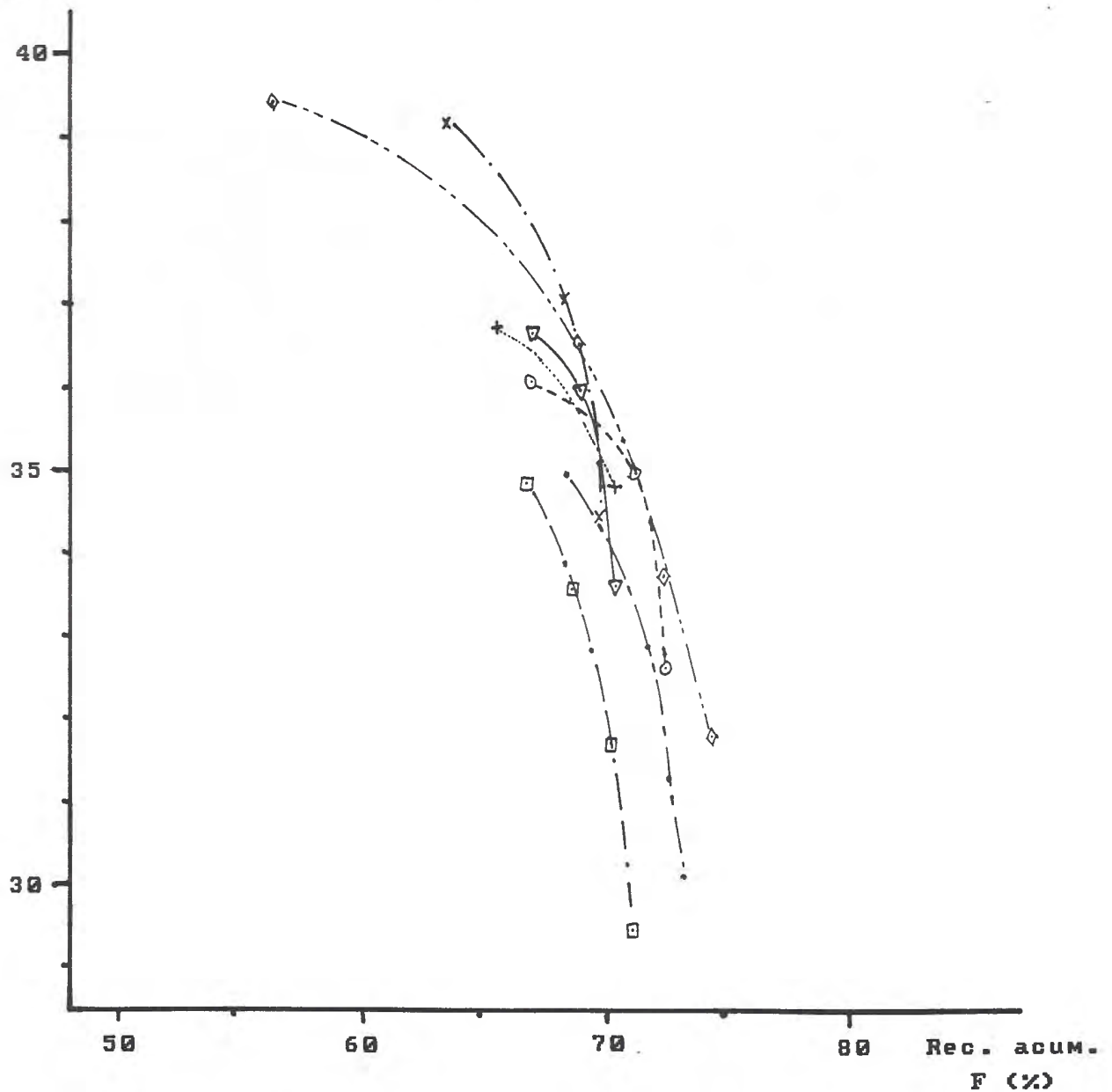
Uma pesquisa adicional compreendeu a realização de 28 ensaios de flotação estagiada, utilizando "tall oil" saponificado, em dosagens de 200 g/t por estágio. Os reagentes e as respectivas dosagens pesquisadas foram:

- fluoreto de sódio: 200, 500 e 800 g/t;
- fluossilicato de sódio: 150 e 205 g/t;
- silicato de sódio neutro: 50, 100 e 200 g/t;
- silicato de sódio alcalino: 50, 100 e 200 g/t;
- bisulfito de sódio: 200 g/t;
- ácido fluossilícico: 150 g/t;
- Tylose CR-50: 200 g/t;
- Tylose CBR-40 OC: 200 g/t;
- Macrospec L-37: 25, 50 e 150 g/t;
- Quebracho TPD-CSD: 200 g/t;
- amido de milho, 100g/t, e fluossilicato de sódio, 100 g/t;
- fluossilicato de sódio, 150 g/t, e sulfato de alumínio, 100 g/t;
- fluossilicato de sódio, 150 g/t, e sulfato de alumínio, 300 g/t;
- fluossilicato de sódio, 150 g/t, e cloreto de bário, 300 g/t;
- amido de milho, 100 g/t, e cloreto de bário, 300 g/t.

Os melhores resultados alcançados estão expostos na figura 21, em termos de teores acumulados versus recuperação acumulada de flúor; nesta figura são também apresentados os melhores resultados dos ensaios das séries dos itens 8.3.1. (amido de milho) e 8.3.4. (conjugação de amido de milho com NaF - ensaio 22).

Os modificadores mais seletivos apresentaram pequenas diferenças na depressão da ganga do minério. São eles:

- fluossilicato de sódio;
- silicato de sódio alcalino;
- amido de milho.



ENSAIO MODIFICADOR

- x 36 FLUOSSILICATO DE SODIO (205 g/t)
- ▽ 44 SILICATO DE SODIO ALCALINO (100 g/t)
- + 31 AMIDO DE MILHO (200 g/t)
- 36R FLUOSSILICATO DE SODIO (150 g/t)
- * 27 AMIDO DE MILHO (180 g/t) e NaF (300 g/t)
- 75 AMIDO DE MILHO (100 g/t) e FLUOSSIL. SODIO (100 g/t)
- ◇ 22 AMIDO DE MILHO (180 g/t) e NaF (800 g/t) - tall oil bruto

FIGURA 21
 AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"
 TEORES DE FLUOR VERSUS RECUPERACAO DE FLUOR
 PARA OS MODIFICADORES MAIS SELETIVOS

O fluossilicato de sódio, dentre estes, é o que apresentou uma seletividade ligeiramente superior, sendo adotado como modificador "padrão" nos ensaios subsequentes (ítem 8.3.6 e 8.3.7)

A recuperação máxima de flúor esperada para a concentração dos fluoretos situa-se ao redor de 75 % do total contido deste elemento na alimentação da etapa de flotação. Os motivos atribuídos são aqueles já apresentados no ítem anterior (8.2).

8.3.6. Ensaio com Variação dos Níveis de Dosagem de Fluossilicato de Sódio Paralelamente ao Emprego de Diferentes Variedades de "Tall Oil"

Esta série, englobando 11 ensaios de flotação estagiada, foi efetuada no sentido de avaliar o nível de dosagem ideal de fluossilicato de sódio, bem como o desempenho de diferentes variedades de "tall oil": comum, monodestilado e bidestilado.

Os diferentes coletores foram adicionadas tanto na forma saponificada como em bruto; os melhores resultados, a exemplo do citado no ítem 8.3.1, foram alcançados com o "tall oil" saponificado.

Os resultados obtidos para a conjugação de fluossilicato de sódio com "tall oil" comum se mostraram ligeiramente superiores aos verificados para as demais variedades de "tall oil", cerca de 1 % absoluto no teor de flúor para um dado valor de recuperação deste elemento.

A dosagem de fluossilicato de sódio, pesquisada no intervalo de 50 a 300 g/t, encontrou sua melhor condição entre 200 e 300 g/t.

8.3.7. Misturas de "Tall Oil" com Outros Reagentes

A avaliação do desempenho de misturas de "tall oil" comum e monodestilado com KE 883B, Flotisor SM-15 e Arkopal NO40, em proporções variadas, compreendeu a execução de 14 ensaios de flotação estagiada.

Fluossilicato de sódio foi adicionado à razão de 300 g/t; fazem-se exceções dois ensaios com mistura de "tall oil" comum e Arkopal, em que também foi avaliada a dosagem de 150 g/t.

As proporções pesquisadas para as misturas de "tall oil" com KE 883B foram de 6:1 e 3:1, as com Flotisor SM-15 de 19:1, 9:1 e 6:1 e as com Arkopal de 19:1.

Os ensaios com a adição de KE 883B e Arkopal NO40 ao "tall oil" apresentaram resultados muito similares aos alcançados sem a inclusão destes reagentes; não foi verificada qualquer melhora efetiva na seletividade da flotação dos fluoretos em relação aos silicatos.

Para a mistura Flotisor SM-15, em níveis de dosagem de até 400 g/t, observa-se uma redução na seletividade da flotação de fluoretos, paralelamente ao incremento na recuperação destes. Em dosagens mais elevadas a seletividade cresce; a recuperação de flúor é de 3 a 6 % superior e o teor de flúor pelo menos 2 % mais elevado em termos absolutos (ensaio com "tall oil" monodestilado em relação 6:1).

8.3.8. Conclusões sobre os Ensaios de Flotação Estagiada

Os melhores resultados dos ensaios de flotação estagiada foram obtidos através da utilização de:

- coletor: "tall oil" comum;

- modificador: fluossilicato de sódio (200 a 300 g/t)

Os teores e recuperações de flúor nestas condições são apresentados na tabela 31.

TABELA 31

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"

MELHORES RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FLOTAÇÃO ANIÔNICA ESTAGIADA

dosagens "tall oil" (g/t)	teores F (%)		recuperação F (%) (1)	
	ensaio 36	ensaio 52R	ensaio 36	ensaio 52R
200	39,1	38,5	63	61
400	37,0	37,2	68	66
800	34,4	34,2	71	69

(1) recuperação do flúor sobre a alimentação da etapa de flotação

dosagens de fluossilicato de sódio: ensaio 36 = 205 g/t

ensaio 52R = 300 g/t

De forma semelhante ao observado no item 8.2, a recuperação máxima de flúor situa-se ao redor de 75 % sobre o total contido deste elemento na alimentação da etapa de flotação, fato este relacionado à presença de flúor em microinclusões e em outras espécies minerais que não fluoretos, bem como à liberação dos fluoretos em granulação fina.

Alternativamente ao fluossilicato de sódio, o silicato de sódio alcalino (ensaio 44) e o amido de milho (ensaio 31) apresentaram desempenhos bem próximos a este (item 8.3.5).

Dentre as variáveis a serem controladas no processo, destaca-se a temperatura da polpa, que interfere diretamente sobre os teores e recuperações de flúor. O pH ideal de flotação situa-se entre 9,5 e 10,5, sendo que o condicionamento deve ser efetuado

em pH acima de 9,0. A elevação da porcentagem de sólidos na etapa de flotação implica em perda da seletividade do processo, com expressiva redução de teores e recuperação de flúor no concentrado, idealmente esta deve ser mantida ao redor de 20 % de sólidos. A variação da porcentagem de sólidos no condicionamento não foi pesquisada, tendo sido mantida entre 50 e 55 % de sólidos.

As demais variedades de "tall oil" testadas, bem como misturas em diferentes proporções com outros reagentes (KE 883B, Flotisor SM-15 e Arkopal NO40), não forneceram resultados superiores àqueles obtidos com "tall oil" comum.

A criolita e os demais minerais de flúor apresentaram características de flotabilidade semelhantes, não tendo sido encontradas, nesta etapa dos trabalhos, condições que permitam a separação da criolita dos demais fluoretos presentes.

8.3.9. Ensaio com Estágios "Cleaner"

Definidas as melhores condições para a flotação direta dos minerais de flúor, foram efetuadas três séries de ensaios de flotação, em que os concentrados obtidos nos vários estágios foram compostos para dar origem a um concentrado "rougher". Estes ensaios foram conduzidos a partir da amostra composta da "segunda etapa" (item 8.1).

As principais características desses concentrados são apresentadas na tabela 32.

TABELA 33

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2" - SUMARIO DOS RESULTADOS DE CARACTERIZACAO DO CONCENTRADO "ROUGHER", ensaio 102

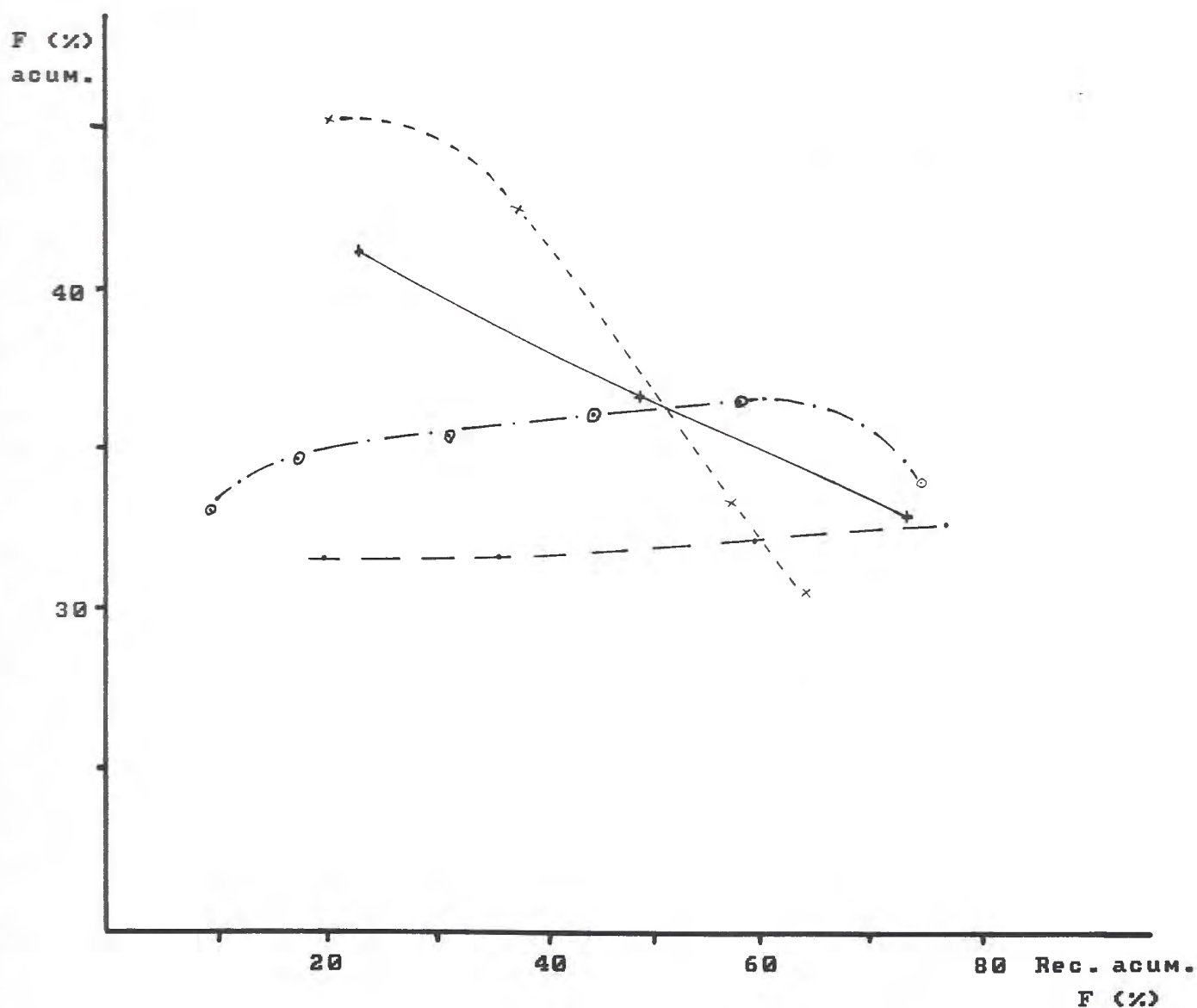
FRACAO (mm)	% EM PESO	Teor	MINERAIS (%)			DISTRIBUICAO (%)		GRAU DE LIBERACAO DA CRIOLITA (%) acumul. no fracao passante			
			criolita	fluoretos silicatos outros	oxi-hid. ferro	F	F				
+ 0,105	12.30	28.5	45	3.5	9	42	0.5	10.25	10.68	76	> 90
- 0,105 + 0,074	13.34	32.2	49	4.5	11	34.8	0.7	12.56	12.61	82	> 91
- 0,074 + 0,053	16.85	35.1	55	5.5	10	29.3	0.7	17.30	17.87	90	> 93
- 0,053 + 0,037	20.07	36.0	55	5	12	27.4	0.6	21.13	21.29	92	> 94
- 0,037	37.44	35.4	52	5.5	13	29	0.5	38.76	37.55	> 95	> 95
TOTAL CALCULADO	100.00	34.2	51.8	5.0	12	31.1	0.6	100.00	100.00	> 90	> 90

Os quatro ensaios efetuados, figura 22, não lograram alcançar uma elevação mais expressiva nos teores de flúor, nem redução no conteúdo de sílica e demais impurezas presentes.

A continuidade da pesquisa, contando, por exemplo, com a realização de ensaios com mistura de coletores ("tall oil" com Flotador SM-15 ou KE 883B), que apresentaram resultados superiores aos alcançados com o uso isolado de "tall oil" no item 8.2, foi suspensa frente aos resultados bem mais positivos, alcançados através da flotação catiônica, que serão descritos no item 8.4.

As principais considerações e conclusões desta série de ensaios são:

- a realização de estágios "cleaner" em pH natural (6,5 a 7,0) não é seletiva, havendo a necessidade de manter o pH da polpa em valores próximos ao adotado na flotação "rougher";
- o fluossilicato de sódio, embora com o melhor desempenho na flotação estagiada, não se mostrou eficiente nos estágios "cleaner", particularmente quanto à depressão de minerais micáceos, anfibólio e oxi-hidróxidos de ferro. A dosagem deste reagente foi fixada em 200 g/t com base nos resultados apresentados no item 8.3.6.;
- a introdução de amido de milho no "rougher" implicou numa sensível melhora para os estágios "cleaner", quando comparado à utilização isolada do fluossilicato de sódio, porém ainda sem permitir uma adequada redução no conteúdo de contaminantes. Os resultados alcançados foram semelhantes aos obtidos para a amostra "Granito Cinza e Vermelho Compostos", com a utilização "tall oil" comum (bruto) mais amido de milho e NaF (item 8.2.).



ENSAIO	FLUOSSILIC. SODIO	AMIDO DE MILHO	pH FLOT.
• 101A	200 g/t	-	6,8
+ 101B	200 g/t	-	9,0
o 101C	200 g/t	-	9,5
x 104A	100 g/t	100 g/t	9,5

FIGURA 22
 AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"
 TEORES DE FLUOR VERSUS RECUPERACAO DE FLUOR
 NOS ENSAIOS COM ESTAGIOS "CLEANER"

8.4. Ensaio de Flotação Catiônica

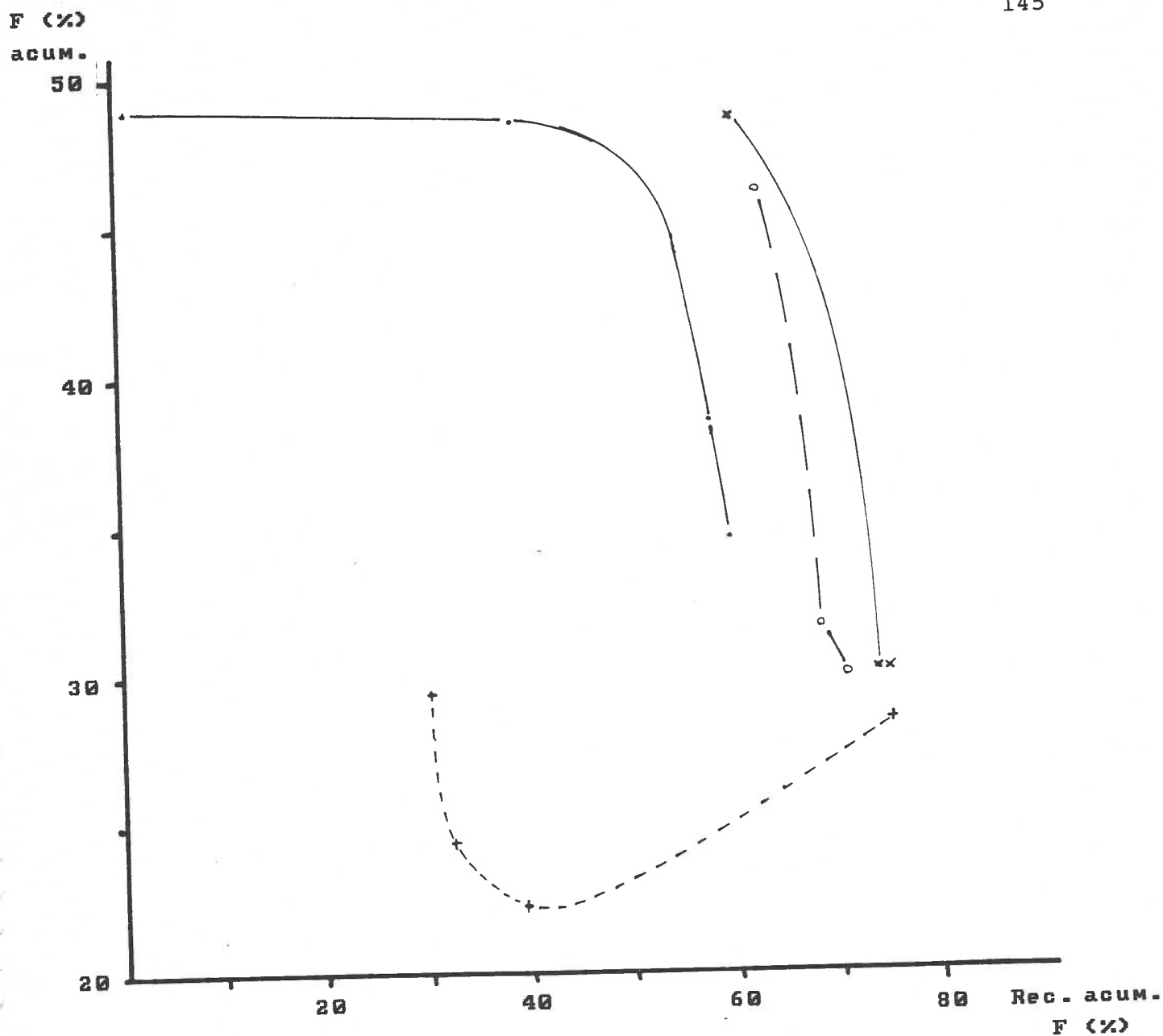
Simultaneamente aos ensaios de flotação com estágios "cleaner", foi pesquisada a alternativa de flotação reversa mediante utilização de coletor catiônico.

Os ensaios foram realizados a partir de concentrados "rougher" da flotação aniônica (item 8.3), obtidos no processamento da amostra composta da segunda etapa de estudos, após remoagem a menos 0,074 mm (200 malhas Tyler). A flotação foi efetuada em meio ácido, regulado com ácido fluorídrico; as demais condições operacionais são apresentadas na tabela 27. O único coletor pesquisado foi o Armacflote MIC-66.

As etapas "rougher" de flotação aniônica, preliminares aos ensaios iniciais de flotação catiônica (item 8.4.1) foram conduzidas com amostras da ordem de 500 a 550 g em cuba de 2,4 l. Na sequência dos trabalhos, em que foram processados cerca de 70 kg de amostra, optou-se por realizar a etapa de flotação "rougher" com amostras de 1000 a 1100 g, em cuba de 5 litros; os concentrados destes ensaios, quando comparados àqueles obtidos no item 8.3, apresentaram reduções nos teores de flúor, variáveis entre 3 e 6% absolutos, relacionadas essencialmente a aspectos mecânicos (mudança de cuba, rotor e difusor, bem como condições de agitação).

8.4.1. Ensaio Iniciais

A pesquisa inicial compreendeu a execução de quatro ensaios de flotação estagiada, cujas condições de pH da polpa e resultados, expressos em termos de teores acumulados versus recuperação acumulada de flúor, estão expostos na figura 23.



ENSAIO	PRODUTO UTILIZ.	pH	
		DESCOLETA	FLOTACAO
• 104B	CONC. "CLEANER"	3,0	3,5
+ 104C	CONC. "ROUGHER"	4,0	5,2
o 104D	CONC. "CLEANER"	3,0	3,5
x 106	CONC. "CLEANER"	4,0	3,5

FIGURA 23
 AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2
 TEORES DE FLUOR VERSUS RECUPERACAO DE FLUOR
 NOS ENSAIOS INICIAIS DE FLOTACAO CATIONICA

Os melhores resultados foram alcançados com descoleta em pH 3,0 e flotação em pH da ordem de 3,5. A operação em valores de pH superiores aos assinalados não permitiu a adequada descoleta do "tall oil" utilizado na etapa anterior de flotação ("rougher"); o estranho formato da curva obtida para o ensaio 104 evidencia claramente esta interferência.

Adicionalmente, verifica-se no primeiro estágio a flotação de uma pequena quantidade de massa, correspondendo, essencialmente, à parcela de lamas geradas na cominuição do concentrado "rougher" a menos 0,074 mm. Nas curvas de teores acumulados versus recuperação acumulada de flúor este estágio é caracterizado por uma redução na recuperação de flúor praticamente sem alteração expressiva nos teores de flúor e cálcio, padrão bem distinto do observado para os demais estágios de flotação reversa.

Os concentrados da flotação reversa (material deprimido) evidenciam a possibilidade de obtenção de produtos com elevados teores de flúor, aliados a impurezas da ordem de 2 a 2,5 % de SiO₂ e recuperações metalúrgicas de flúor bem superiores às aquelas alcançadas através da flotação aniônica com estágios "cleaner".

8.4.2. Ensaio com Estágios "Cleaner" e Recirculação de Massas

Ensaio com estágios "cleaner" e recirculação de massas, "locked cycle tests", foram realizados no sentido de verificar as possibilidades de minimizar as perdas de flúor associadas aos concentrados do segundo estágio da flotação reversa, cerca de 6 a 17 % do total de flúor contido no material deslamado para os ensaios 104B, 104D e 106.

O esquema adotado na condução destes ensaios (108, 109 e 113) é apresentado na figura 24. O pH de descoleta variou entre 2,0 e 2,8, ao passo que o de flotação foi fixado em 3,0 a 3,5.

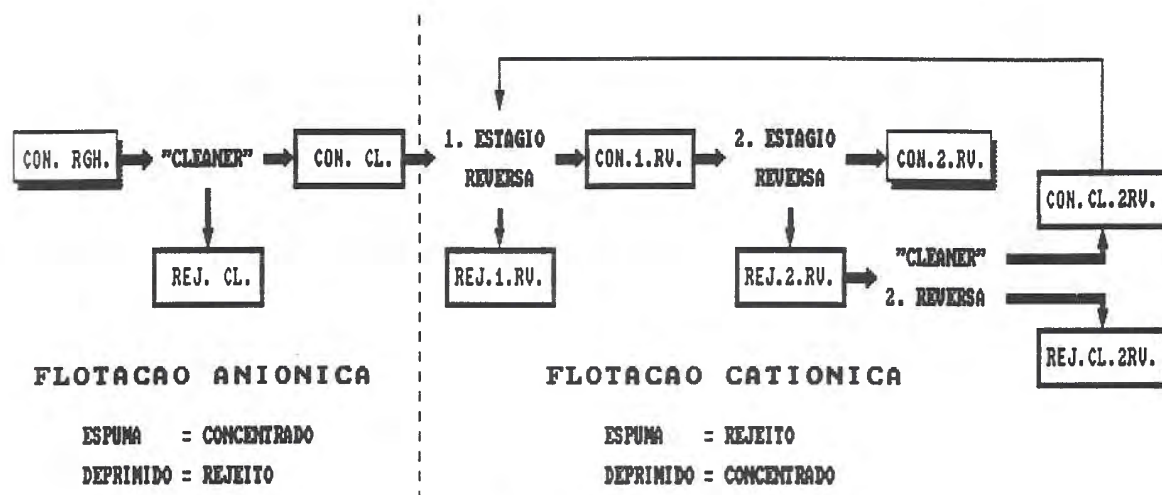


FIGURA 24

ESQUEMA DE RECIRCULACAO DE MASSAS ADOTADO NOS ENSAIOS DE FLOTACAO CATIONICA

Os concentrados da flotação reversa, com elevados teores de flúor e baixa sílica, foram utilizados numa etapa subsequente de separação entre a criolita e os demais fluoretos presentes (Ítem 8.5).

As figuras 25, 26 e 27, respectivamente, apresentam os comportamentos dos teores acumulados de flúor, cálcio e sílica em relação à recuperação acumulada de flúor. Os concentrados da flotação reversa dos ensaios 108 e 109 apresentaram teores de flúor acima de 47 % e cerca de 4 % de SiO₂; já no teste 113 o teor de SiO₂ foi reduzido a 2,35 %.

As parcelas de flúor nos produtos relacionados ao rejeito do segundo estágio de flotação reversa, principal ponto de perdas de flúor na flotação catiônica, estão estreitamente vinculadas ao nível de dosagem de coletor e ao número de estágios "cleaner".

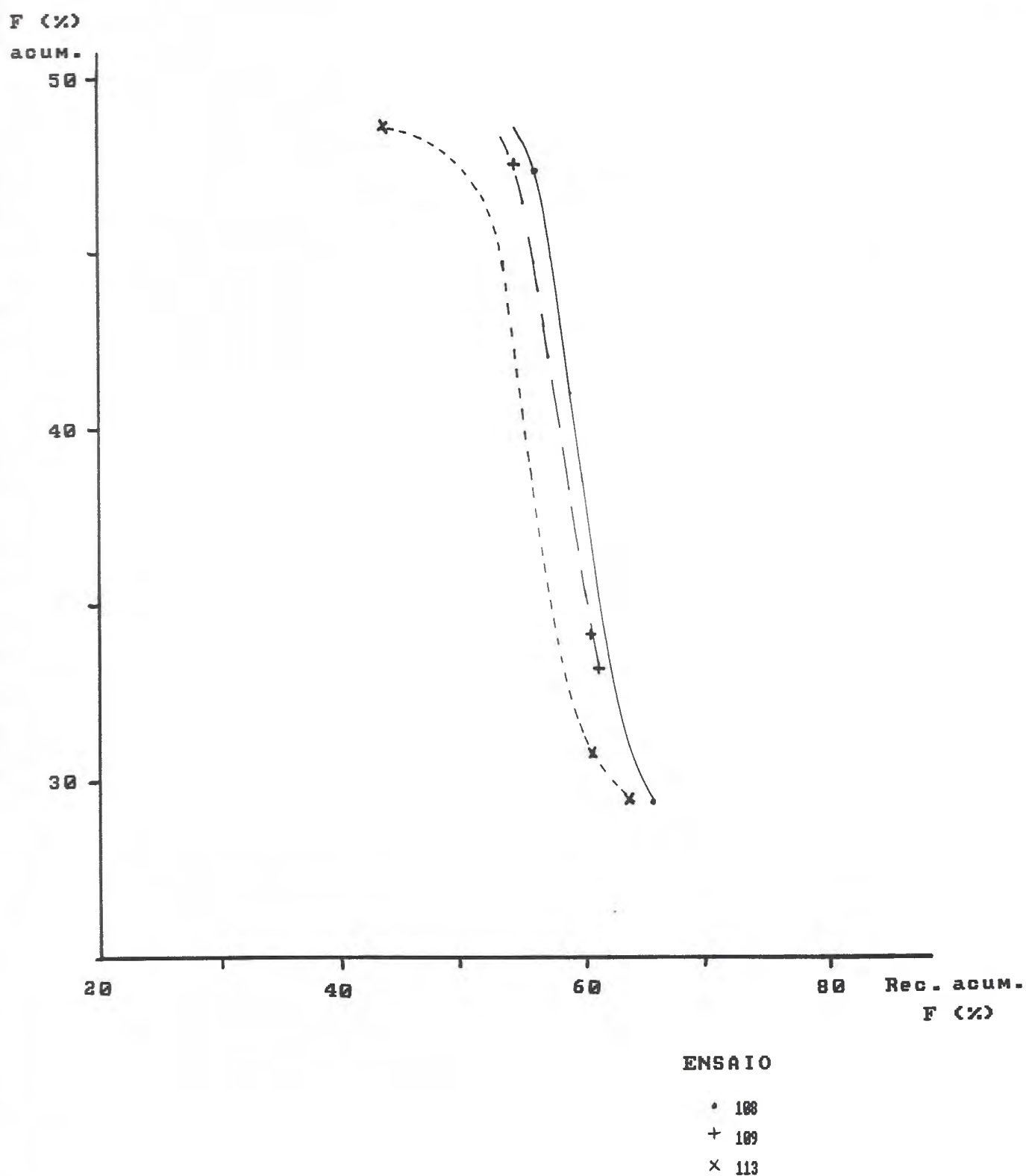


FIGURA 25
 AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"
 TEORES DE FLUOR VERSUS RECUPERACAO DE FLUOR NOS ENSAIOS
 DE FLOTACAO CATIONICA COM RECIRCULACAO DE MASSAS

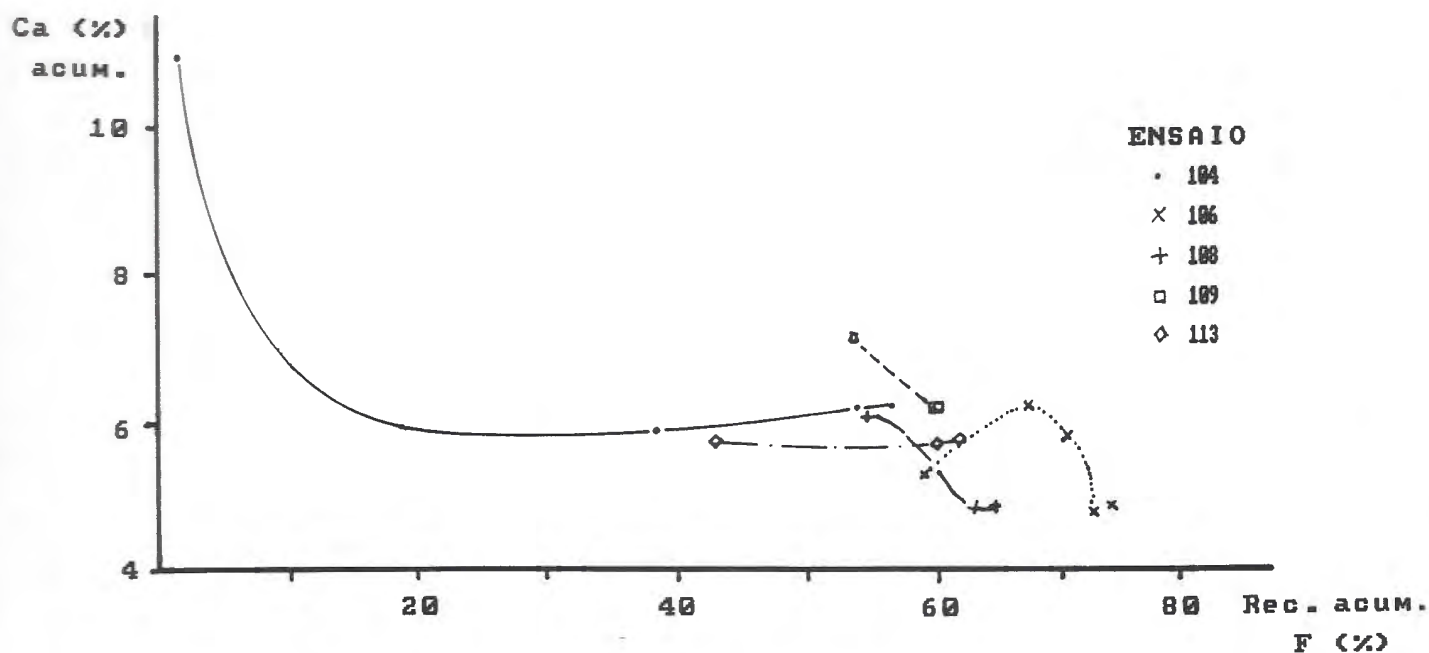


FIGURA 26
 AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2 - TEORES DE CALCIO UERSUS
 RECUPERACAO DE FLUOR NOS ENSAIOS DE FLOTACAO CATIONICA

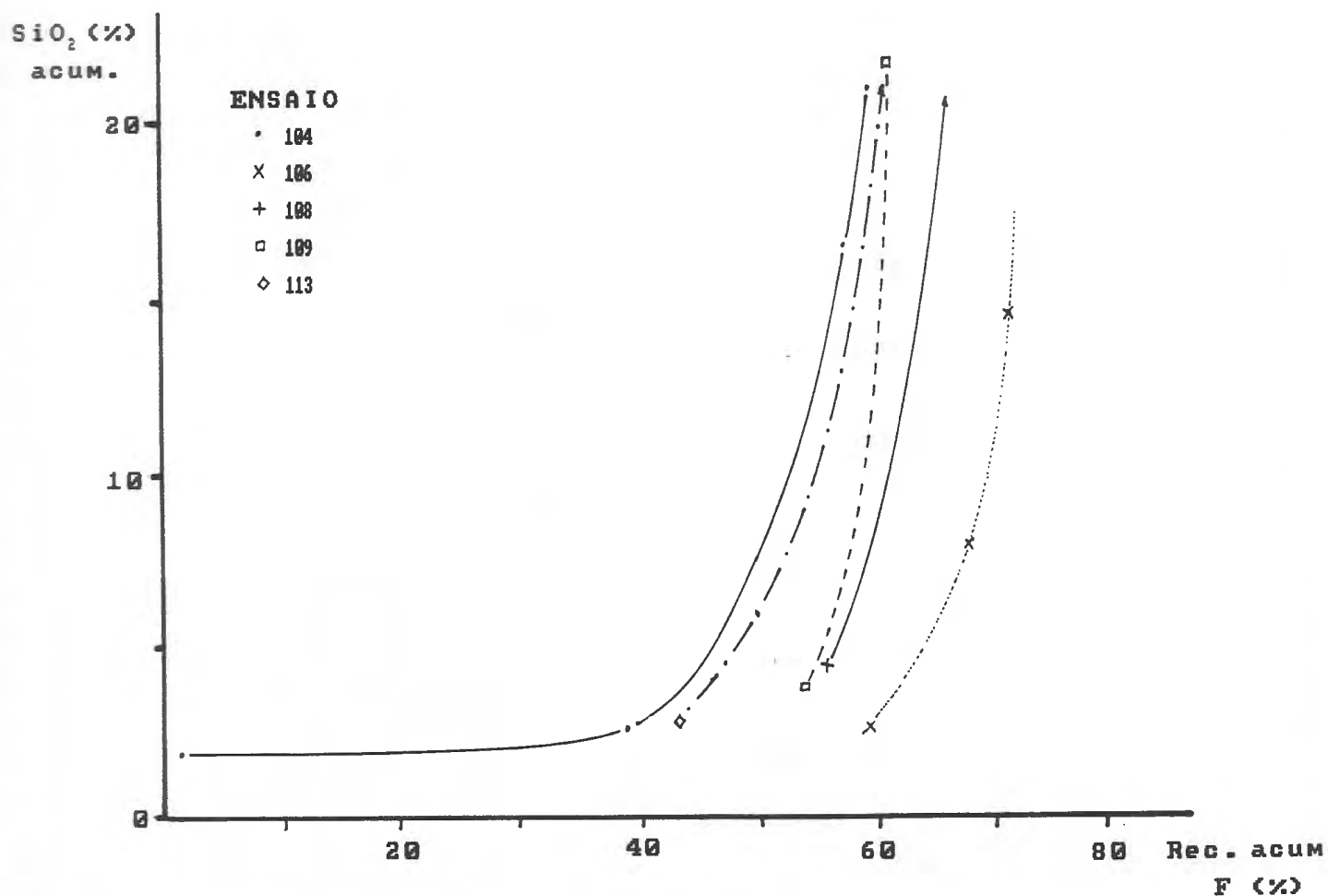


FIGURA 27
 AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2 - TEORES DE SILICA UERSUS
 RECUPERACAO DE FLUOR NOS ENSAIOS DE FLOTACAO CATIONICA

Nos ensaios 108 e 109 as parcelas de flúor no concentrado "cleaner" do segundo estágio da flotação reversa representaram entre 6 e 8 % do total contido deste elemento; no ensaio 113, em que se forçou uma redução maior da sílica contida no rejeito final, através de uma elevação na dosagem do coletor, esta perda se elevou para 19 %.

8.4.3. Considerações e Conclusões sobre os Ensaios de Flotação Catiônica

A flotação catiônica, pesquisada unicamente através da utilização de Armacflote MIC-66, apresentou excelente seletividade na separação entre fluoretos e silicatos, com resultados bem superiores aos obtidos através de estágios "cleaner" na flotação aniônica, ítem 8.3.9.

O reprocessamento do concentrado "rougher" da flotação aniônica, remoído a menos 0,074 mm, gerou concentrados com teores superiores a 48 % F e inferiores a 2,5 % de SiO₂, aliados a uma recuperação da ordem de 50 a 60 % do total de flúor contido na alimentação da primeira etapa de flotação.

A seletividade na separação entre a criolita e os demais minerais portadores de flúor foi alcançada com elevadas dosagens de reagentes, através da flotação de criolita e fluorita e depressão de thomsenolita e pachnolita. A separação entre os fluoretos através de flotação catiônica, no entanto, não é cogitada frente aos resultados apresentados no ítem 8.5, a seguir; os teores de cálcio no produto final desta etapa situam-se entre 5,5 e 6,5 % de Ca.

Outros coletores catiônicos devem ser pesquisados oportunamente, como alternativa ao Armacflote MIC-66, visando

minimizar ainda mais os teores das impurezas.

8.5. Ensaaios de Flotação Aniônica com Sulfonato de Petróleo

Ensaaios de flotação aniônica foram conduzidos a partir dos concentrados de fluoretos gerados na etapa anterior (item 8.4.), com o intuito de minimizar os conteúdos dos minerais de flúor portadores de cálcio (fluorita, thomsenolita e pachnolita) e, secundariamente, de sílica.

Esta linha de ensaios, mediante o emprego de sulfonato de petróleo como coletor, foi estabelecida seguindo o fluxograma de processamento adotado pela Kryolitselskabet Oresund A/S, para o beneficiamento da criolita de Ivigtut (54), apresentado no item 3.2.2.

Foram efetuados 9 ensaios, subdivididos em duas séries, empregando unicamente coletores fabricados pela Cyanamid:

- flotação estagiada para a avaliação dos vários coletores na separação entre criolita e demais minerais de flúor;
- ensaios com estágios "cleaner" e recirculação de massas.

8.5.1. Ensaaios de Flotação Estagiada

Foram efetuados seis ensaios de flotação estagiada com o emprego dos coletores Aero 801R, Aero 825 e Aero 840, cujos resultados são apresentados graficamente nas figuras 28 e 29, respectivamente, em termos de teores acumulados de cálcio e sílica versus recuperação acumulada de flúor. Os pH de condicionamento e da etapa de flotação, ao redor de 5,5, foram regulados através da adição de ácido sulfúrico.

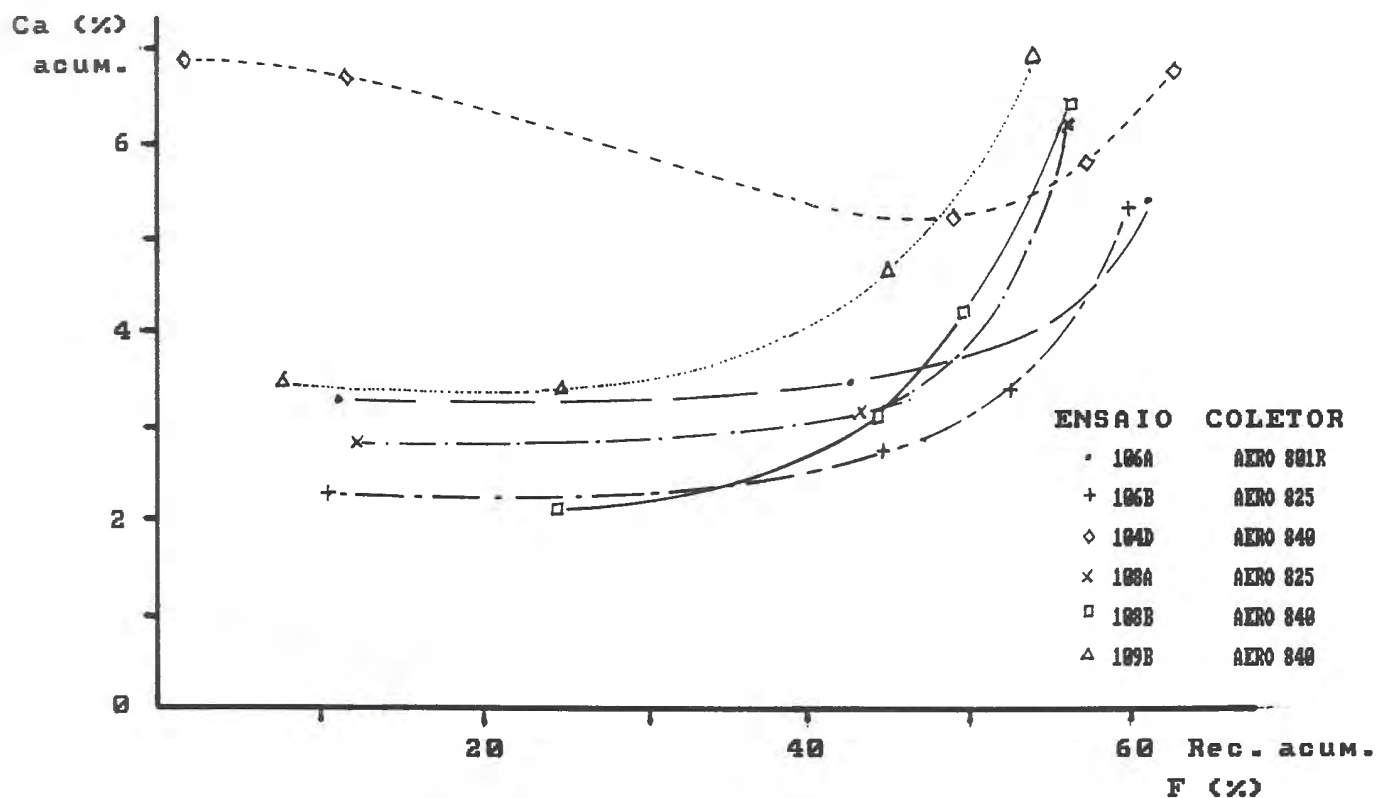


FIGURA 28
 AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2 - TEORES DE CALCIO UERSUS
 RECUPERACAO DE FLUOR NOS ENSAIOS DE FLOTACAO ESTAGIADA
 COM SULFONATO DE PETROLEO

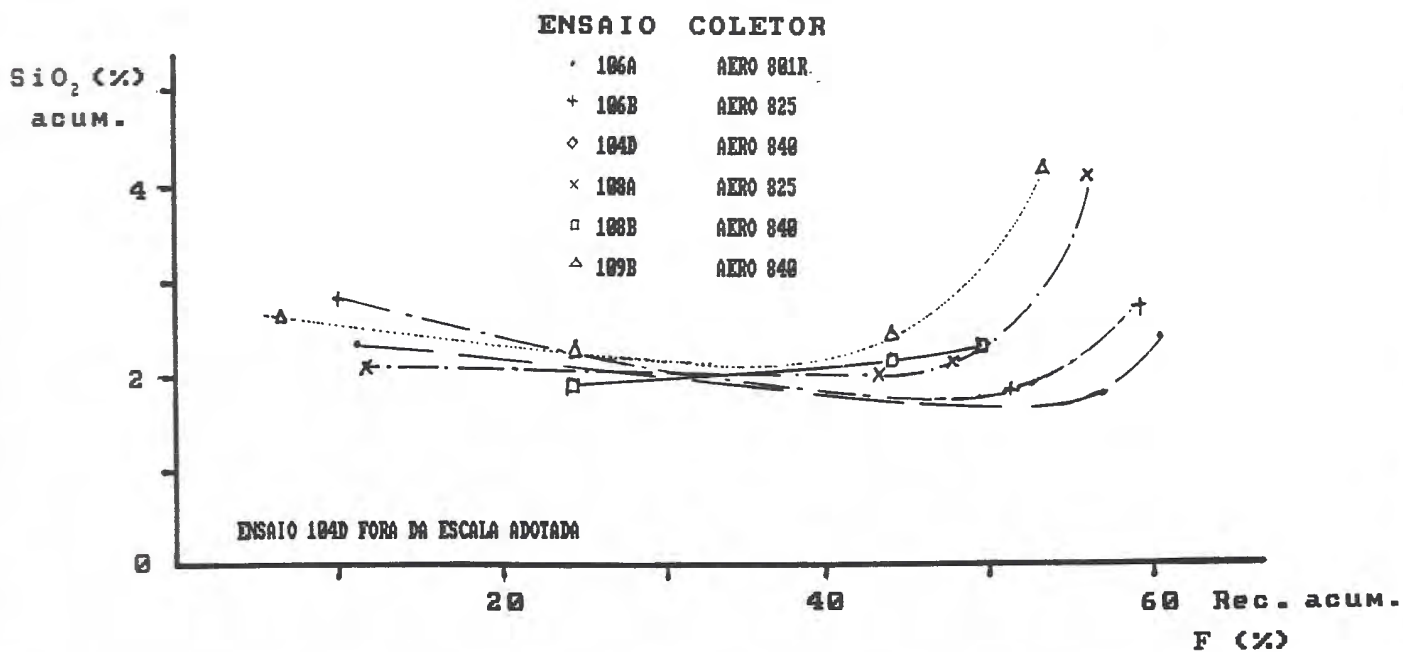


FIGURA 29
 AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2 - TEORES DE SILICA UERSUS
 RECUPERACAO DE FLUOR NOS ENSAIOS DE FLOTACAO ESTAGIADA
 COM SULFONATO DE PETROLEO

Destaca-se a necessidade de uma eficiente descoleta prévia do produto oriundo da etapa anterior de flotação, de modo a evitar interferências do coletor então utilizado, tal como ocorrido no ensaio 104D. O procedimento adotado nos demais ensaios consistiu de dois estágios de agitação do material por três minutos, na célula de flotação e em pH entre 5,0 e 5,5, seguido por um período equivalente para a decantação do material e subsequente desaguamento.

Os coletores mais seletivos, Aero 825 e Aero 840, lograram uma maior redução do teor de cálcio e, adicionalmente, de SiO₂. Os teores de cálcio nos concentrados obtidos, 2,0 a 2,5 % de Ca, encontram-se dentro da faixa de comercialização da criolita de Ivigtut, abaixo de 3 % de Ca.

8.5.2. Ensaio com Estágios "Cleaner"

Dois ensaios, cada qual com cinco estágios "cleaner", foram efetuados mediante a utilização dos coletores Aero 825 e Aero 840. Os resultados são representados graficamente nas figuras 30 e 31, respectivamente, em termos de teores acumulados de cálcio e sílica versus recuperação acumulada de flúor.

O Aero 840, dentre os coletores pesquisados, foi o que se mostrou mais seletivo para a redução do teor de cálcio. O concentrado de criolita obtido no quinto estágio "cleaner", ensaio 108C, apresenta as seguintes características:

% F	: 49,1	recuperação em massa (%)	: 1,14
% Ca	: 2,68	recuperação de F (%)	: 34,3
% SiO ₂	: 1,82	(recup. sobre a alimentação da flotação)	

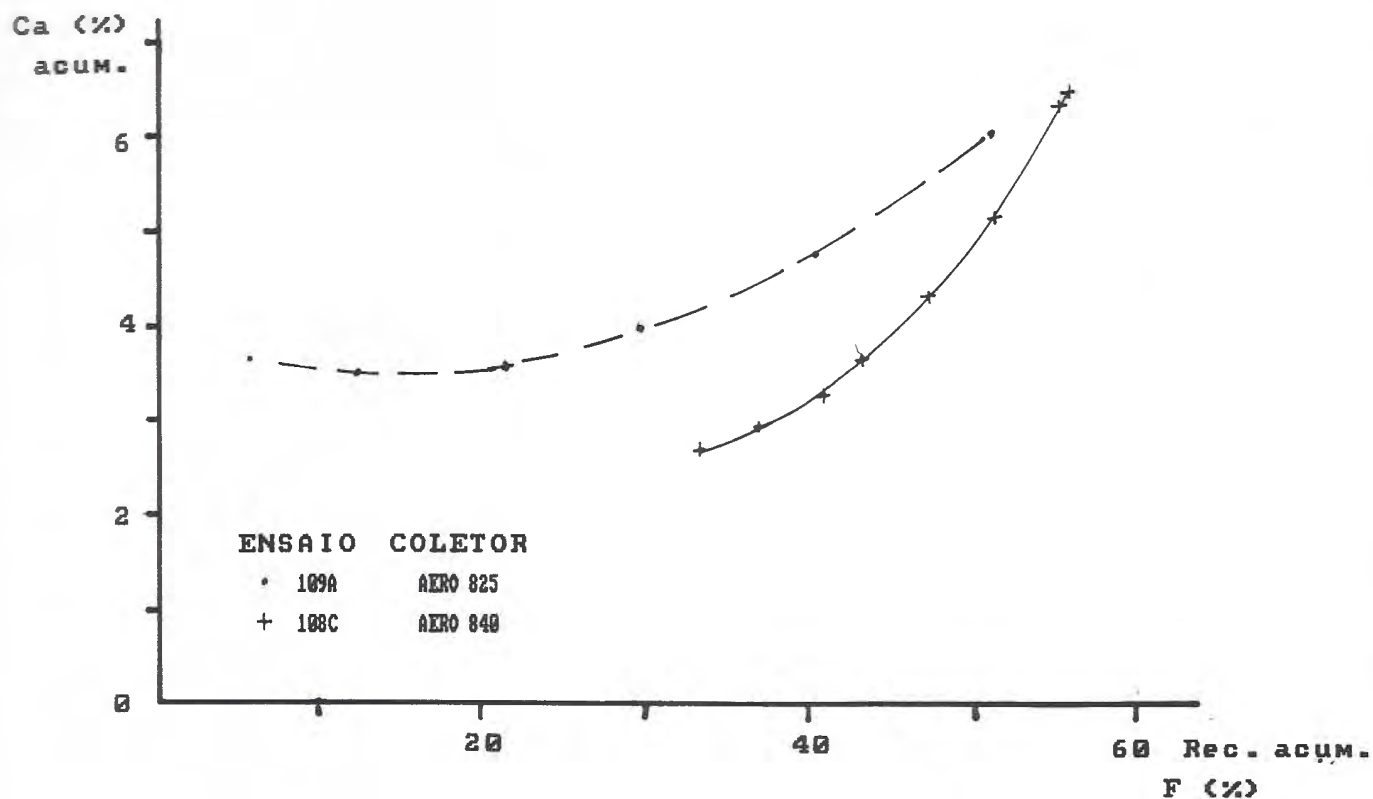


FIGURA 30
AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2 - TEORES DE CALCIO UERSUS
RECUPERACAO DE FLUOR NOS ENSAIOS DE FLOTACAO COM
SULFONATO DE PETROLEO E ESTAGIOS "CLEANER"

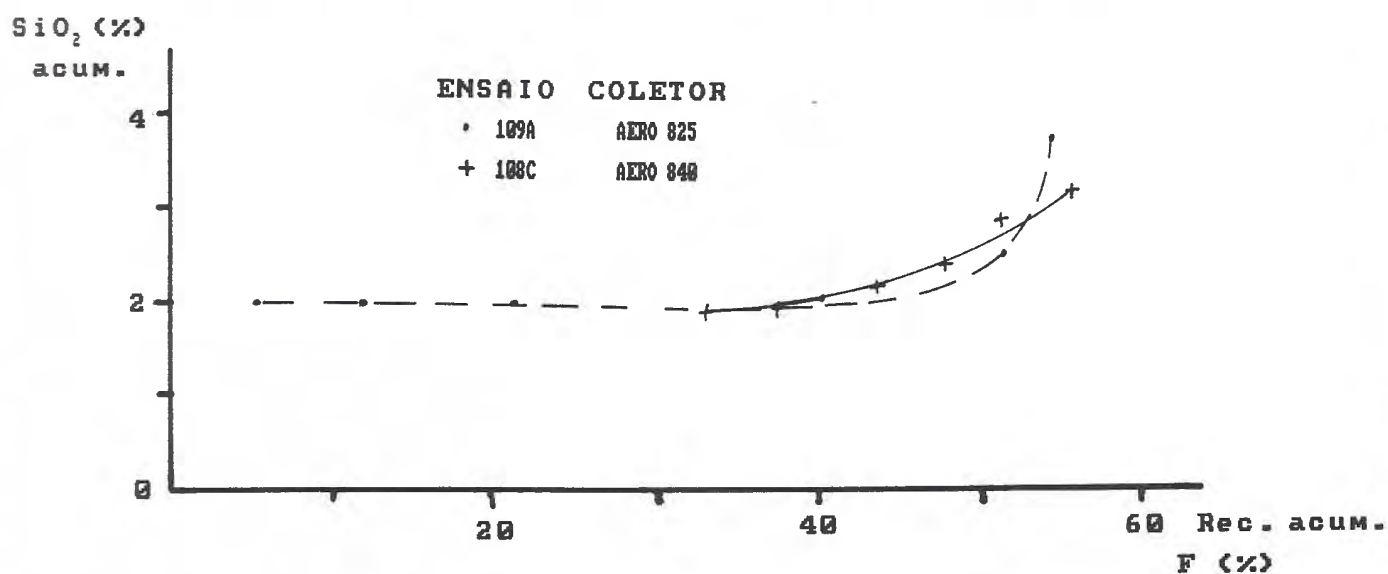


FIGURA 31
AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2 - TEORES DE SILICA UERSUS
RECUPERACAO DE FLUOR NOS ENSAIOS DE FLOTACAO COM

8.5.3. Ensaio com Estágios "Cleaner" e Recirculação de Massas

Uma vez estabelecido o comportamento dos coletores pesquisados foi efetuado um ensaio com três estágios "cleaner" e recirculação dos produtos intermediários, com o emprego de Aero 840.

A execução deste ensaio, 113A, foi efetuada em quatro ciclos, cada qual com cerca de 120 g de material, segundo o esquema exposto na figura 32. As principais características da alimentação e do concentrado obtido são apresentadas na tabela 34.

TABELA 34

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"

PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DA ALIMENTAÇÃO E CONCENTRADO DO ENSAIO DE FLOTAÇÃO COM SULFONATO DE PETRÓLEO E RECIRCULAÇÃO DE MASSAS

Produto	Teores (%)			Recuperação no ensaio (1)	
	F	Ca	SiO ₂	massa (%)	F (%)
Alimentação	48,7	5,91	2,35	1,52	48,6
Concentrado	49,4	2,28	1,39	1,31	43,4

(1) recuperações de flúor sobre a alimentação do primeiro estágio de flotação aniônica ("tall oil")

Os resultados deste ensaio evidenciaram uma elevada recirculação de massas e ausência de equilíbrio na recirculação dos minerais de flúor portadores de cálcio ao término do quarto ciclo. Estima-se para a situação de equilíbrio, num circuito com três estágios "cleaner", a obtenção de concentrados com teores

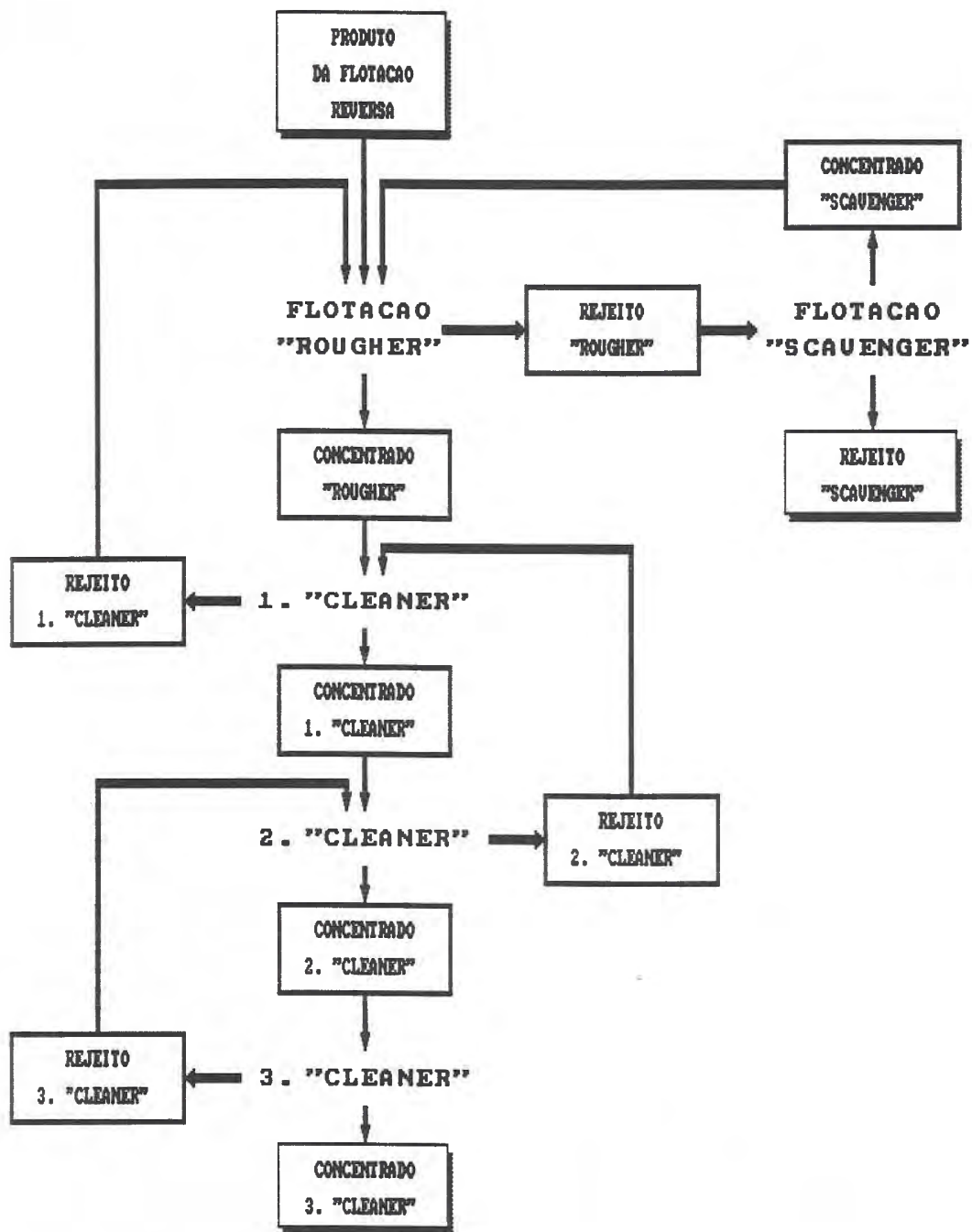


FIGURA 32

ESQUEMA DE RECIRCULACAO DE MASSAS ADOTADO NO ENSAIO DE FLOTACAO ANIONICA COM SULFONATO DE PETROLEO

de Ca entre 2,5 e 3,0 %, ou seja, dentro das especificações aceitas pelo mercado.

8.5.4. Conclusões sobre os Ensaios de Flotação Aniônica com Sulfonato de Petróleo

A flotação aniônica com sulfonato de petróleo, partindo de um concentrado "bulk" de minerais de flúor, constituído basicamente por criolita, com fluorita, thomsenolita e pachnolita subordinadas, possibilitou uma redução substancial nos teores de cálcio e, secundariamente, de sílica.

A semelhança entre as características de flotabilidade da criolita e dos demais minerais de flúor presentes exige a realização de vários estágios "cleaner" para uma efetiva redução dos teores de cálcio, implicando ainda, numa elevada recirculação de massas.

8.6. Estudo de Alternativas de Cominuição do Minério

A rota do processo ora desenvolvido para a concentração da criolita disseminada do Granito Madeira engloba três estágios de flotação:

- flotação direta dos minerais de flúor (aniônica com "tall oil");
- flotação reversa (catiônica) com depressão dos fluoretos e flotação de silicatos;
- flotação direta, aniônica com sulfonato de petróleo, com flotação da criolita e depressão dos demais fluoretos e parte dos silicatos remanescentes.

A primeira etapa compreende uma pré-concentração do minério,

elevando o teor de flúor de cerca de 2 % para valores da ordem de 30 % de F, com elevada recuperação de fluoretos. Este concentrado será necessariamente remoído, previamente às etapas subsequentes de flotação, de forma a promover uma liberação adequada entre os minerais de flúor e a ganga presente. Nos estudos referidos anteriormente a malha de cominuição adotada para a primeira etapa de flotação foi de 0,149 mm e para as demais etapas de 0,074 mm.

Os trabalhos discutidos a seguir, compreenderam o estudo de uma alternativa de cominuição mais grosseira, a menos 0,297 mm, para a realização da primeira etapa de flotação aniônica, numa tentativa de minimizar os custos de moagem do minério, sem uma redução expressiva da recuperação global de flúor no processo de beneficiamento.

Os ensaios foram efetuados a partir de uma contra parte da amostra "Granito Cinza 2", utilizada para a determinação de "work index", não tendo sido esta submetida à etapa prévia de concentração dos minerais pesados.

O material foi cominuído em moinho de jarros, com carga de barras de modo a evitar uma maior geração de finos, seguido de deslamagem num conjunto de ciclones de 25 mm de diâmetro. O resultados da deslamagem são apresentados na tabela 35.

TABELA 35

DESLAMAGEM DO MINÉRIO COMINUÍDO A MENOS 0,297 mm

Produto	% em peso	Teores (%)			Recuperação (%)	
		F	Ca	SiO ₂	F	Ca
"underflow"	93,26	2,51	0,35	73,2	92,81	85,67
"overflow"	6,74	2,69	0,81	61,7	7,19	14,33
Alim. calc.	100,00	2,52	0,38	72,4	100,00	100,00

O minério deslamado, com 2,52 % de F, apresenta teor de flúor significativamente superior ao das alimentações referidas nos itens anteriores, visto que a solubilidade da criolita no manuseio do material foi drasticamente reduzida. Tal incremento de teor correspondeu a uma elevação expressiva em termos de recuperação em massa nos ensaios referidos a seguir.

8.6.1. Ensaio de Flotação Estagiada

Um ensaio de flotação estagiada foi efetuado inicialmente a partir de uma amostra com massa da ordem de 1.100 g em cuba de 5,0 l.

O coletor utilizado foi "tall oil" comum, saponificado a 1%, adicionado em dosagens sucessivas de 200 g/t; os depressores empregados foram amido de milho (100 g/t) e fluossilicato de sódio (100 g/t).

Um concentrado com teor da ordem de 26 % de F, aliado a recuperações sobre a alimentação do ensaio de 72 % do flúor contido e 6,4 % em massa, é obtido com uma dosagem de "tall oil" da ordem de 400 g/t.

8.6.2. Ensaio com Três Etapas de Flotação

Apresentam-se neste ítem, os resultados de um ensaio de flotação compreendendo as três etapas de flotação, sem recirculação dos produtos intermediários.

Na primeira etapa de flotação aniônica foram processados cerca de 5,6 kg de amostra, através de cinco ensaios realizados em idênticas condições, utilizando cuba de 5,0 l. Os concentrados "rougher" da primeira etapa de flotação aniônica foram compostos

e remóidos a menos 0,074 mm, seguiu-se a realização de um estágio "cleaner" e dois estágios de flotação catiônica. O concentrado resultante desta última, após dois estágios de descoleta, foi submetido à flotação aniônica mediante o emprego de Aero 840, em dois estágios sucessivos, seguido de três estágios "cleaner" do concentrado gerado no primeiro estágio.

Os resultados, apresentados graficamente na figura 33, são resumidos na tabela 36 para os concentrados gerados em cada uma das três etapas de flotação.

TABELA 36
AMOSTRA "GRANITO CINZA 2" - PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS
DOS CONCENTRADOS OBTIDOS NAS TRÊS ETAPAS DE FLOTAÇÃO

ETAPA DE FLOTAÇÃO	Granulometria (mm)	Teores (%)			Rec. ensaio (%)	
		F	Ca	SiO ₂	massa	F
Aniônica "tall oil" (1)	0,297	24,4	3,18	33,0	6,72	73,8
Catiônica	0,074	47,9	5,21	3,33	2,66	57,2
Aniônica sulf. petr. (2)	0,074	48,8	3,07	2,13	2,21	48,5
Aniônica sulf. petr. (3)	0,074	49,2	1,38	1,64	1,35	28,8

(1) valores para o concentrado "rougher"

(2) valores referentes ao concentrado do primeiro estágio de flotação, sem a realização estágios "cleaner"

(3) valores para o concentrado do terceiro estágio "cleaner"

8.6.3. Conclusões sobre a Alternativa de Cominuição Mais Grosseira (menos 0,297 mm)

Os resultados alcançados indicam ser factível uma cominuição mais grosseira do minério para a realização da primeira etapa de flotação aniônica (menos 0,297 mm), sem maiores prejuízos quanto

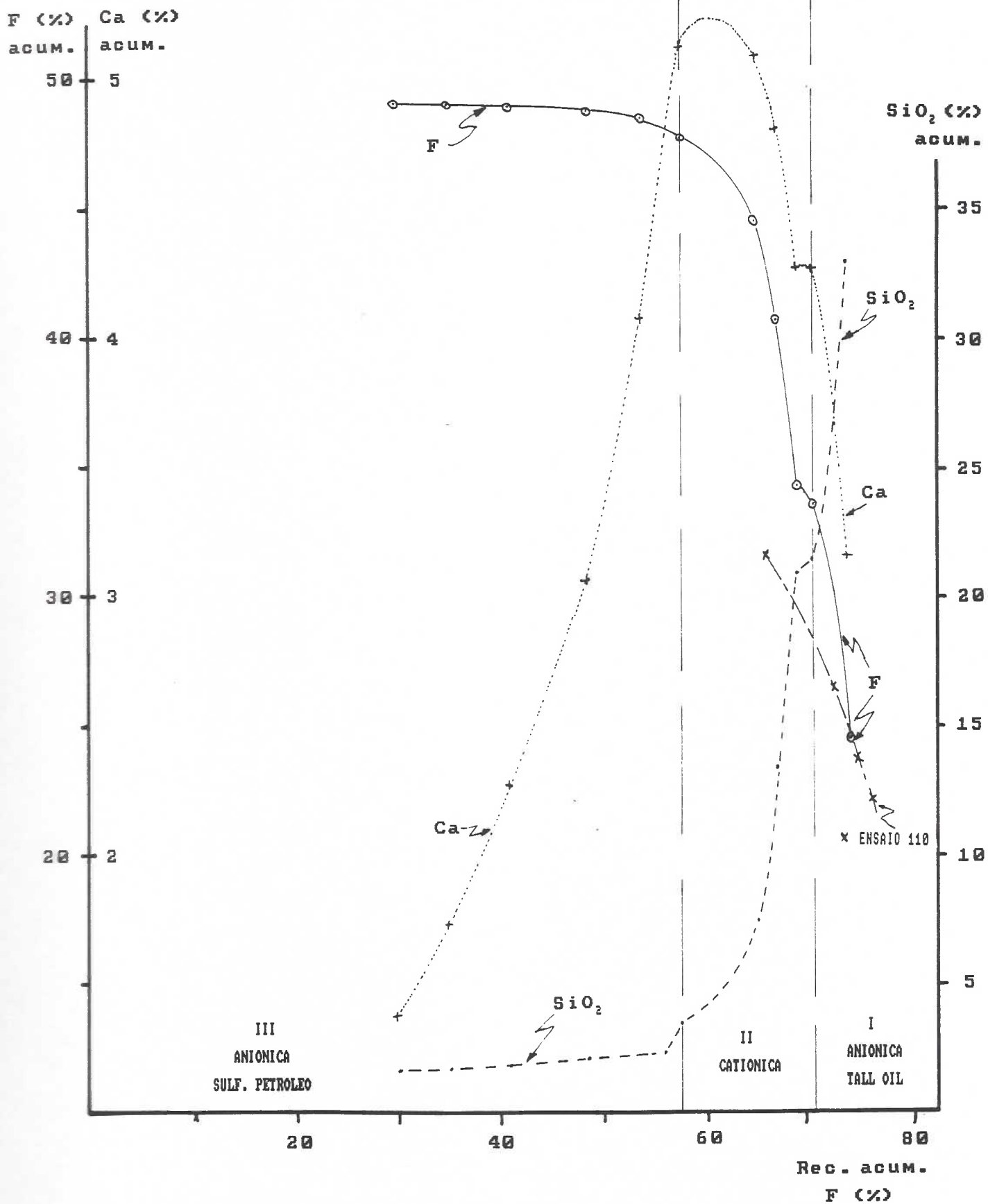


FIGURA 33
 AMOSTRA "GRANITO CINZA" 2
 ALTERNATIVAS DE COMUNICAO DO MINERIO
 TEORES DE F, Ca e SiO₂ VERSUS RECUPERACAO DE FLUOR

à recuperação do flúor, possibilitando a redução de uma parcela expressiva dos custos referentes às operações de moagem. O concentrado a ser gerado na primeira etapa de flotação, com expressiva parcela de fluoretos mistos com silicatos, deverá ser remoído previamente às etapas subsequentes do processo.

8.7. Caracterização dos Concentrados Obtidos

Os concentrados gerados nos quatro ciclos do terceiro estágio "cleaner" do ensaio de flotação aniônica com sulfonato de petróleo, efetuado com recirculação de massas (item 8.5.3), foram objeto de análise granulométrica, acompanhada por análise química das frações obtidas, tabela 37.

TABELA 37

ANALISE GRANULOMETRICA E QUIMICA POR FRACAO DO CONCENTRADO DE CRIOLITA DO ENSAIO 113A

FRACAO (mm)	% EM PESO		Teores (%)				DISTRIBUICAO NO ENSAIO (%)			
	retida	acumulada	F	Ca	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	F	Ca	SiO ₂	Fe ₂ O ₃
+ 0,053	7.85	7.85	48.8	2.90	1.71	1.30	7.85	12.56	9.29	18.20
- 0,053 + 0,044	10.61	18.46	48.8	2.09	1.66	0.73	10.61	12.24	12.20	13.81
- 0,044 + 0,037	14.38	32.84	48.8	1.77	1.44	0.55	14.38	14.05	14.34	14.10
- 0,037	67.16	100.00	48.8	1.65	1.38	0.45	67.16	61.15	64.17	53.89
TOTAL CALCULADO	100.00		48.8	1.81	1.44	0.56	100.00	100.00	100.00	100.00

Análise difratométrica deste concentrado indicou a presença predominante de criolita e conteúdos menores de fluorita, thomsenolita, pachnolita e eventual quartzo.

Adicionalmente, os demais produtos finais gerados nos ensaios de flotação aniônica com sulfonato de petróleo foram compostos de forma a gerar dois concentrados de criolita, cujas principais diferenças referem-se aos teores de sílica e cálcio. As composições destes produtos, comparadas às especificações requeridas pela indústria do alumínio, são expostas na tabela 38.

TABELA 38
CARACTERÍSTICAS DOS CONCENTRADOS DE FLOTAÇÃO
COMPARADAS ÀS ESPECIFICAÇÕES DE MERCADO

	Concentrados de criolita		Especificações
	A	B	
% F	49,6	53,1	> 51
% Na	28,0	29,5	> 27
% Al	12,4	12,8	> 12
% Ca	3,00	2,06	< 3 (*)
% SiO ₂	1,93	1,44	< 0,30 (1)
% Fe ₂ O ₃	0,71	0,54	< 0,10
% MgO	0,055	0,033	
% SrO	0,023	0,019	
% ZrO ₂	0,19	0,13	
% Y ₂ O ₃	0,19	0,14	

(1) Alcan; a especificação da Nitroquímica é de SiO₂ < 2,0 %

(*) K. E. Aunsholt, comunicação pessoal

As análises de flúor apresentadas referem-se a teores dosados. As determinações de flúor nesta faixa de teores não lograram atingir a precisão e exatidão desejadas, não sendo raro desvios de até 3% em termos absolutos.

Os concentrados de criolita não atendem às especificações da Alcan quanto aos teores de SiO_2 e Fe_2O_3 . Em relação à sílica, adotou-se como limite a especificação informada pela Nitroquímica, de 2,0 % de SiO_2 , como teor máximo admissível.

8.8. Ensaio para a Redução dos Teores de Ferro

A observação dos concentrados de criolita ao microscópio petrográfico evidenciou que parcela expressiva do ferro presente ocorre sob a forma de minerais individualizados ou mistos com fluoretos.

O espectro dos ensaios efetuados com o objetivo de reduzir os teores de ferro no concentrado de criolita foi limitado face à pequena quantidade de amostra disponível (300 g). Foram conduzidos, basicamente, ensaios de separação magnética de alta intensidade via úmida ("WHIMS"), seguido de lixiviação dos produtos não-magnéticos; nenhum ensaio de flotação específico ou de otimização das etapas de concentração de criolita foi efetuado com este propósito.

8.8.1. Separção Magnética de Alta Intensidade Via Úmida

Ensaio de separação magnética de alta intensidade via úmida foram conduzidos em equipamento de laboratório, marca Mineralmaq, mediante a utilização de matriz de tela expandida fina.

Foram efetuadas três separações para cada concentrado de criolita, sendo a primeira em intensidade de campo mais elevada (12 A); os resultados destes ensaios são apresentados na tabela 39.

Os produtos não-magnéticos, representando 87 a 91 % em peso nos ensaios executados, mostram teores de Fe_2O_3 da ordem de 40 % dos verificados para as alimentações, ou seja 0,24 % e 0,28 % de Fe_2O_3 , além de uma ligeira redução nos teores de SiO_2 . Observações destes produtos ao microscópio ainda indicam a presença de pontuações ferruginosas passíveis de serem eliminadas através de um repasse do não-magnético ou através de uma separação em intensidade de campo magnético mais elevada.

8.8.2. Ensaio de Lixiviação Clorídrica

Ensaio de lixiviação clorídrica foram realizados a partir dos produtos não-magnéticos referidos no item anterior; as condições operacionais adotadas foram:

- concentração de HCl: 10 %
- temperatura: ambiente (22 graus Celsius)
- % de sólidos: 30
- tempo: 2 horas

As perdas operacionais e de solubilização da criolita foram de 3,0 e 4,8 %, respectivamente para os concentrados "A" e "B". Os resíduos, tabela 40, apresentaram uma redução dos teores de Fe_2O_3 , Ca e SiO_2 , porém com valores ainda superiores às especificações de Fe_2O_3 .

TABELA 39

SEPARACAO MAGNETICA DE ALTA INTENSIDADE VIA UMIDA DOS CONCENTRADOS DE CRIOLITA

CONCENTRADO A

! PRODUTO	% EM PESO		Teores (%)				DISTRIBUICAO NO ENSAIO (%)			
	retida	F	Ca	SiO2	Fe2O3	F	Ca	SiO2	Fe2O3	
! MAGNETICO +3 A	3.62	38.2	2.80	4.69	11.50	2.82	3.23	8.73	57.35	
! FORT.MAGN. +6 A	1.43	48.2	3.07	2.34	0.93	1.40	1.40	1.72	1.83	
! FRAC. MAG. +12 A	8.23	48.7	3.14	2.30	0.65	8.16	8.24	9.73	7.37	
! NAO MAGN. -12 A	86.72	49.6	3.15	1.79	0.28	87.62	87.12	79.82	33.45	
! TOTAL CALCULADO	100.00	49.1	3.14	1.94	0.73	100.00	100.00	100.00	100.00	
! TOTAL DOSADO		49.6	3.00	1.93	0.71					

CONCENTRADO B

! PRODUTO	% EM PESO		Teores (%)				DISTRIBUICAO NO ENSAIO (%)			
	retida	F	Ca	SiO2	Fe2O3	F	Ca	SiO2	Fe2O3	
! MAGNETICO +3 A	3.17	38.7	2.50	3.83	9.86	2.42	3.63	8.22	52.09	
! FORT.MAGN. +6 A	1.91	46.7	2.37	2.53	1.96	1.76	2.07	3.27	6.24	
! FRAC. MAG. +12 A	4.04	48.7	2.14	1.78	0.79	3.87	3.96	4.87	5.32	
! NAO MAGN. -12 A	90.88	51.4	2.17	1.36	0.24	91.96	90.34	83.65	36.35	
! TOTAL CALCULADO	100.00	50.8	2.18	1.48	0.60	100.00	100.00	100.00	100.00	
! TOTAL DOSADO		53.1	2.06	1.44	0.54					

TABELA 40
 CARACTERÍSTICAS DOS RESÍDUOS DE LIXIVIAÇÃO
 COMPARADAS ÀS ESPECIFICAÇÕES DE MERCADO

	Concentrados de criolita		Especificações
	A	B	
§ F	52,5	52,0	> 51
§ Na	28,6	29,4	> 27
§ Al	12,5	12,9	> 12
§ Ca	2,44	1,57	< 3 (*)
§ SiO ₂	1,55	1,27	< 0,30 (1)
§ Fe ₂ O ₃	0,21	0,16	< 0,10

(1) Alcan, a especificação da Nitroquímica é de SiO₂ < 2,0 %

8.9. Conclusões e Considerações

A rota de processo ora desenvolvida para a concentração da criolita disseminada contida no Granito Madeira compreende as seguintes etapas:

- flotação aniônica dos rejeitos densitários cominuídos a menos 0,297 mm, mediante a utilização de "tall oil" como coletor;
- remoagem do concentrado da etapa anterior a menos 0,074 mm, seguido de flotação catiônica com o emprego de Armacflote MIC-66;
- flotação aniônica do rejeito do segundo estágio da flotação catiônica com o emprego de sulfonato de petróleo (Aero 840);
- separação magnética de alta intensidade via úmida, "WHIMS", do concentrado da etapa anterior;
- eventual lixiviação clorídrica do produto não-magnético.

Esta rota de processo carece ainda de ser otimizada.

(*) K. E. Aunsholt, comunicação pessoal

A etapa de flotação aniônica com sulfonato de petróleo, realizada com o intuito principal de minimizar os teores de cálcio, muito provavelmente poderá vir a ser simplificada, visto que, segundo informações geológicas recentes, os teores médios de cálcio na jazida são algo inferiores ao da amostra "Granito Cinza 2", ora processada.

Os teores dos concentrados finais obtidos se enquadram nas especificações do mercado consumidor, à exceção do Fe₂O₃.

Salienta-se que os estudos efetuados foram dirigidos no sentido de estabelecer uma rota de processo de beneficiamento que permitisse a obtenção de um concentrado comercial de criolita, o que, numa primeira etapa, implicou em reduzir os teores de sílica e cálcio. O enquadramento dos teores de ferro nas especificações de mercado deverá ser objeto de estudos futuros, a serem realizados sobre amostras mais representativas.

9. CONCLUSÕES

Os trabalhos efetuados consistiram na realização de estudos de caracterização tecnológica seguidos por ensaios descontínuos e semi-contínuos de desenvolvimento de processo de beneficiamento, objetivando estabelecer uma rota de processo para a concentração dos minerais de interesse econômico associados à rocha sã do Granito Madeira, Pitinga, AM.

Foram estudadas três amostras de minério, cada qual correspondendo a uma etapa de trabalhos, com objetivos específicos:

- amostra "Granito Cinza 1": estudos de caracterização tecnológica;
- amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos": concentração dos minerais pesados e ensaios iniciais de flotação de criolita;
- amostra "Granito Cinza 2": desenvolvimento de uma rota de beneficiamento para a concentração de criolita.

A concentração dos minerais pesados, cassiterita, zirconita e "niobatos", foi objeto de ensaios de concentração densitária em escala semi-contínua/descontínua; os concentrados de pesados foram processados através de separações eletrostática e magnética, com definição dos produtos passíveis de serem obtidos e respectivas recuperações metalúrgicas. Ensaio exploratório de cianetação foram conduzidos para avaliar as possibilidades de recuperação do ouro contido nos concentrados de pesados.

Dentre os fluoretos identificados, a criolita é o mineral de interesse econômico. A rota de processo estabelecida para a sua concentração, a partir de ensaios descontínuos, engloba três estágios de flotação, seguido de separação magnética e, eventual,

lixiviação.

O esquema de beneficiamento adotado compreende a concentração dos minerais pesados, seguido do reprocessamento dos rejeitos desta etapa para a concentração da criolita.

9.1. Concentração dos Minerais Pesados

Os ensaios de concentração densitária indicaram ser a espiral o equipamento mais adequado para os estágios iniciais de concentração dos minerais pesados.

O concentrado de pesados gerado no processamento da amostra "Granitos Cinza e Vermelho Compostos", obtido através de separações em mesa Mozley conjugada com meio denso, foi submetido a ensaios exploratórios de separação eletrostática, seguido por separações magnéticas em Frantz dos produtos condutores e não-condutores. As principais características dos produtos finais, com os respectivos teores e recuperações metalúrgicas, são apresentadas na tabela 41.

Os pré-concentrados de pesados da amostra "Granito Cinza 2", gerados em mesa vibratória, evidenciaram a possibilidade de uma separação densitária entre cassiterita e zirconita; as principais características destes concentrados, denominados, respectivamente, de "A1" e "B1, 2 e 3", estão expostas na tabela 42.

Adicionalmente, foi constatado nestes pré-concentrados de pesados um teor da ordem de 0,9 ppm de ouro. A distribuição do ouro nestes concentrados parece indicar que o mesmo ocorre em granulação muito fina e não liberado. Ensaios de cianetação indicaram um potencial de recuperação de ouro superior a 90 %.

TABELA 41

AMOSTRA "GRANITOS CINZA E VERMELHO COMPOSTOS"
PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DOS PRODUTOS OBTIDOS

PRODUTO	% PESO	TEORES (%)			RECUPERAÇÃO (%)		
		Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5
CONDUTORES							
MAG 0	0,144	0,82	0,60	0,24	0,8	0,1	0,2
MAG 1	0,077	5,58	0,90	4,79	2,8	0,1	2,1
MAG 2 (1)	0,090	14,3	3,01	22,4	8,3	0,3	11,3
NMAG (1)	0,132	57,5	5,56	1,54	49,1	0,9	1,1
NÃO-CONDUTORES							
MAG 1	0,237	0,36	4,16	1,08	0,6	1,0	1,2
MAG 2 (1)	0,253	0,56	18,6	12,3	1,1	5,4	16,9
NMAG (1)	1,088	0,27	55,7	0,45	2,2	69,5	2,7
FINOS (-0,044mm)	0,370	3,95	16,1	2,59	9,2	7,3	5,8

(1) concentrados finais

TABELA 42

AMOSTRA "GRANITO CINZA 2"
PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DOS PRÉ-CONCENTRADOS DE PESADOS

PRODUTO	% PESO	TEORES (%)			RECUPERAÇÃO (%)		
		Sn	ZrO2	Nb2O5	Sn	ZrO2	Nb2O5
conc. A1	0,183	29,9	8,35	5,36	33,9	2,2	6,5
conc. B1, 2 e 3	2,326	3,1	22,8	2,67	44,4	75,2	41,0
Total	2,509	5,0	21,8	2,86	78,3	77,4	47,5

As expressivas diferenças observadas entre as recuperações metalúrgicas obtidas para o ZrO_2 , Sn e Nb_2O_5 estão relacionadas às diferenças entre a granulação da zirconita, o mineral útil mais grosseiro, cassiterita e os minerais de nióbio ("niobatos"); estes últimos usualmente em agregados intercrescidos de columbita e pirocloro e com granulação fina. Grau de liberação da ordem de 80 % é atingido para a zirconita em granulação abaixo de 0,595 mm, para a cassiterita abaixo de 0,297 mm, e para os "niobatos" somente no passante em 0,149 mm

9.2. Concentração de Criolita

A rota de processo desenvolvida para a concentração de criolita compreendeu a realização de várias operações unitárias, descritas a seguir:

- deslamagem dos rejeitos da concentração densitária, com corte entre 0,010 e 0,015mm;
- flotação aniônica do material deslamado, mediante a utilização de "tall oil" como coletor e amido de milho como depressor e de soda cáustica como regulador de pH;
- remoagem do concentrado "rougher" a menos 0,074 mm (200 malhas Tyler), em circuito fechado com classificação, visando promover a liberação dos grãos de criolita;
- flotação reversa do concentrado "rougher" remoído, através do emprego de coletor catiônico Armacflote MIC-66 (Akzo). A flotação reversa se mostrou muito mais eficiente na separação entre fluoretos e silicatos que as tentativas de utilização de estágios "cleaner" adotadas na flotação aniônica com "tall oil". Esta etapa compreendeu a realização de dois estágios sucessivos de flotação, seguido de um ou dois

"cleaner" da espuma obtida no segundo estágio. No primeiro estágio de flotação obteve-se um rejeito final (espuma), correspondente às lamas geradas na remoagem do concentrado "rougher";

- descoleta do concentrado do segundo estágio da flotação catiônica, seguido de flotação aniônica com sulfonato de petróleo, Aero 840 (Cyanamid), e realização de três a cinco estágios "cleaner".
- separação magnética de alta intensidade via úmida, "WHIMS", do concentrado da última etapa de flotação visando minimizar os teores de ferro.
- lixiviação clorídrica do produto não-magnético, com HCl diluído a 10 %, para a redução suplementar dos teores de ferro. Observações ao microscópio indicaram ainda a presença de pontuações ferruginosas, passíveis de serem removidas através de uma separação magnética em intensidades de campo magnético mais elevadas ou em condições de lixiviação mais agressivas.

As principais características dos produtos obtidos nas etapas citadas acima, comparadas às especificações de mercado, são apresentadas na tabela 43.

TABELA 43

PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DOS PRODUTOS OBTIDOS NAS VARIAS ETAPAS DE CONCENTRACAO DA CRIOLITA

ETAPA	% EM PESO (concentrado)	F	Ca	TEORES (%)			Na	Al	RECUPERACAO F (%) (1)
				SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃			
MINERIO TAL QUAL	100	2,0 a 2,3	0,45 a 0,5	70	3,5				100,0
FLOTACAO ANIONICA	5,0 a 6,0	25 a 30	3,2 a 4,0	26 a 33	nd	nd	nd	nd	65 a 70
FLOTACAO CATIONICA	2,3 a 2,6	47 a 49	5,5 a 6,5	1,8 a 3,0	nd	nd	nd	nd	55 a 60
FLOTACAO ANIONICA	2,0 a 2,4	> 51	2,5 a 3,0	1,4 a 2,0	0,60	> 28	> 12	> 12	47 a 55
SEPARACAO MAGNETICA	1,7 a 1,85	> 51	2,5 a 3,0	1,4 a 1,8	0,25	> 29	> 12	> 12	40 a 44
LIXIVIACAO (?)	1,65 a 1,8	> 51	2,0 a 2,5	1,3 a 1,5	0,16	> 29	> 12	> 12	38 a 42
ESPECIFICACOES		> 51	< 3,0	0,3 (2)	< 0,10	> 27	> 12		
CONC. CRIOLITA				2,0 (3)					

nd - nao determinado

(1) valores estimados para circuito com recirculacao de massas, nao considerando as perdas de criolita por solubilizacao

(2) especificacoes da Alcan

(3) especificacoes da Nitroquimica

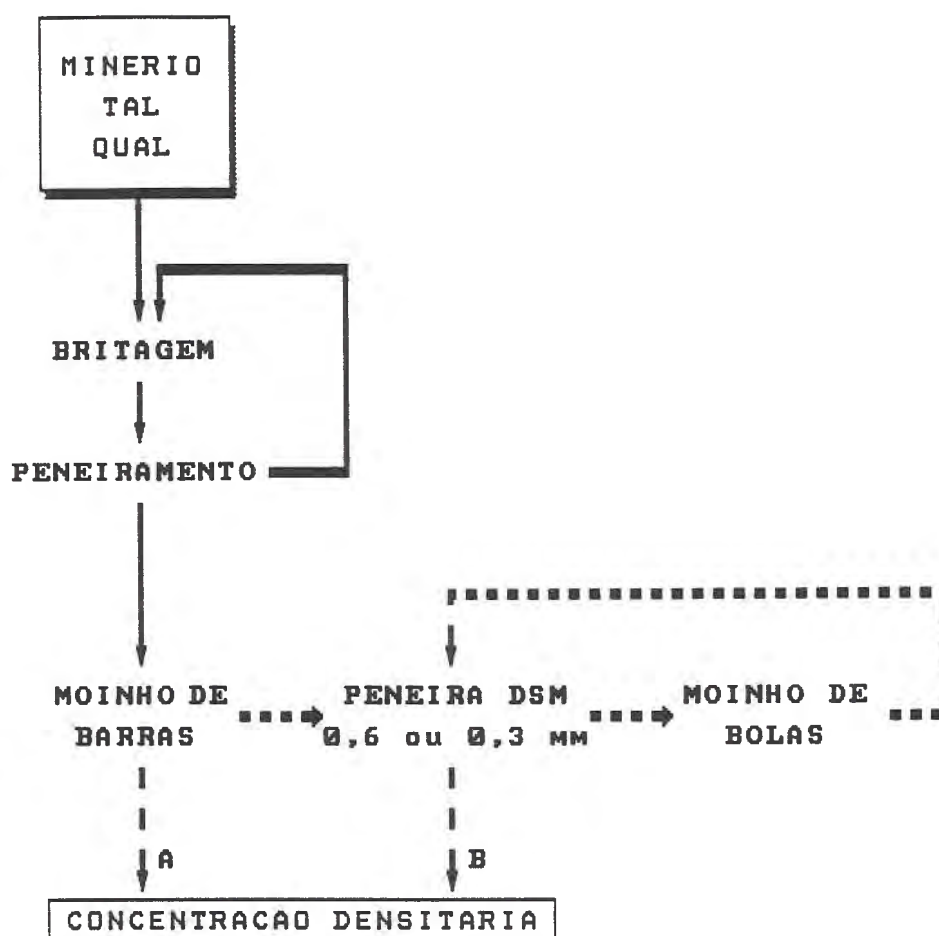
10. PROPOSIÇÃO DE CIRCUITO PARA ENSAIOS EM ESCALA PILOTO

Para a continuidade dos estudos e levantamento dos parâmetros de processo e de engenharia, sugere-se a realização de ensaios contínuos, em escala piloto, de acordo com os fluxogramas e discussões apresentadas a seguir.

10.1. Concentração dos Minerais Pesados

O minério deverá ser inicialmente britado, em dois ou três estágios, até granulometria adequada para a alimentação da etapa de moagem.

Duas alternativas são cogitadas para a etapa de moagem, figuras 34 e 35. A primeira compreende uma cominuição inicial mais grosseira, a menos 0,6 mm (opção "A"), num fluxograma mais complexo, com etapas de moagem intercaladas com estágios de concentração densitária, objetivando minimizar as perdas de minerais pesados nas frações finas. A outra opção, "B", bem mais simples, compreende a cominuição em moinho de barras, seguido de moagem em circuito fechado, através de peneira estática, a menos 0,3 mm. O produto da moagem alimentará um conjunto de espirais "rougher"; o rejeito "rougher" será reprocessado num estágio "scavenger". A depender da alternativa de moagem adotada, o rejeito "rougher" a menos 0,6 mm será submetido a um peneiramento em 0,3 mm, em peneira estática (tipo DSM), seguido da moagem do "oversize" em circuito fechado com essa peneira, através de moinho de bolas, previamente ao estágio "scavenger" de concentração densitária.



OPCOES A ESTUDAR:

- A - MOINHO DE BARRAS, COM OBTENCAO DE PRODUTO ABAIXO DE 0,6 mm
- B - MOINHOS DE BARRAS E BOLAS, ESTE ULTIMO EM CIRCUITO FECHADO COM PENEIRA ESTATICA, TIPO DSM, E OBTENCAO DE PRODUTO ABAIXO DE 0,3 mm

FIGURA 34
ALTERNATIVAS DE COMINUICAO A SEREM ESTUDADAS

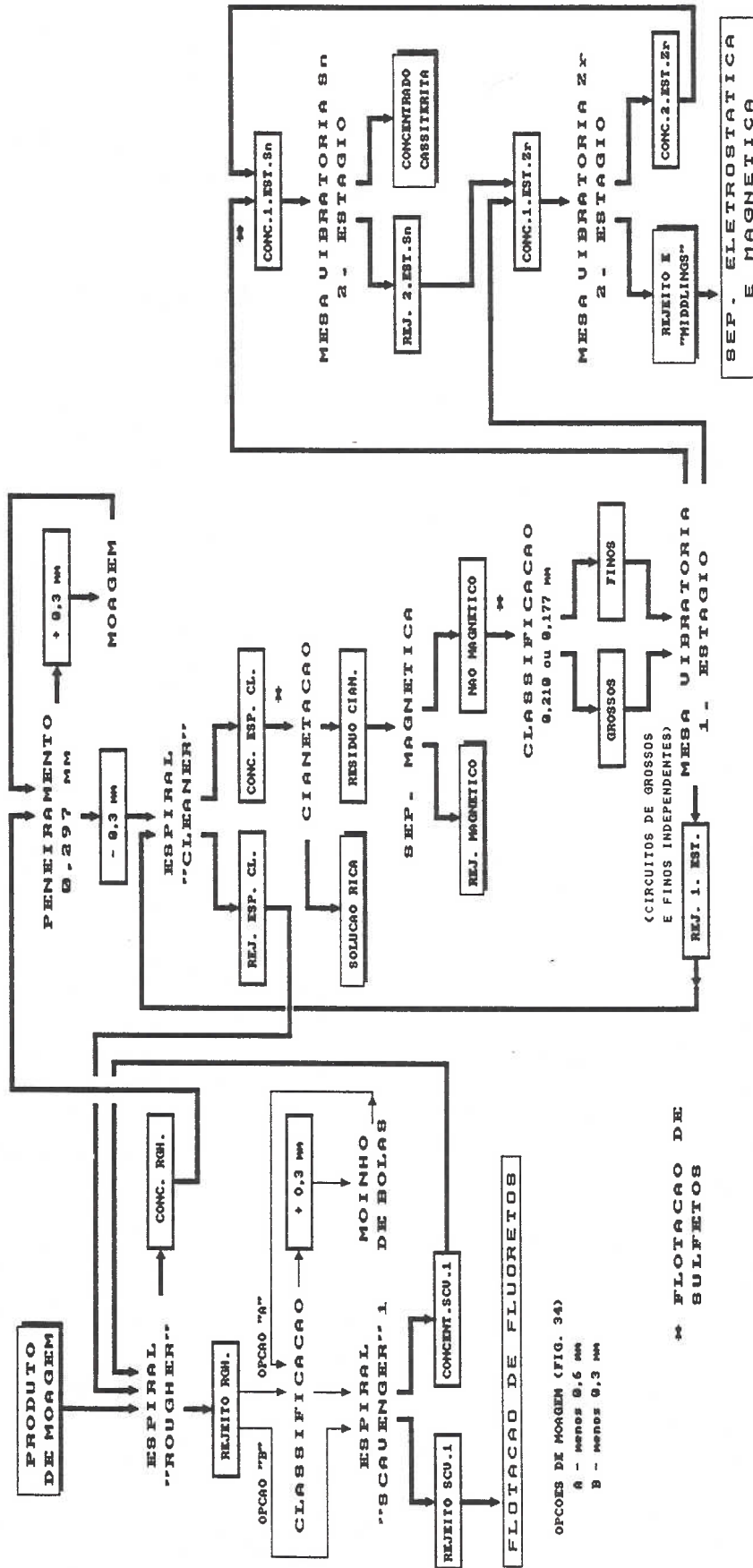


FIGURA 35
 PROPOSICAO DE CIRCUITO PARA A CONCENTRACAO DOS MINERAIS PESADOS

OPCOES DE MORGEM (FIG. 34)

A - MENOS 0,6 MM

B - MENOS 0,3 MM

⇨ FLOTACAO DE SULFETOS

O concentrado "rougher" será submetido a um estágio "cleaner" de concentração em espirais adequadas ao processamento de material com elevado conteúdo de minerais pesados, por exemplo os modelos HG7 ou HG8 da Mineral Deposits Ltd. No caso da opção pela cominuição inicial a menos 0,6 mm, o concentrado "rougher" será previamente submetido a um peneiramento em 0,3 mm, com moagem do "oversize" em circuito fechado.

O concentrado "cleaner" será desaguado e submetido à cianetação em coluna para a extração do ouro contido. O resíduo da cianetação será neutralizado e processado numa etapa de separação magnética a úmido em separador de baixa intensidade, para a remoção dos minerais ferromagnéticos (rejeito magnético). O produto não-magnético será classificado em dois produtos, grossos e finos, com corte entre 0,210 e 0,177 mm (ciclones, hidroclassificador ou mesmo peneiras circulares), que, na sequência, serão processados em unidades de concentração densitária independentes.

A última etapa de concentração densitária será efetuada em dois estágios, por meio de mesas vibratórias. O rejeito gerado no primeiro estágio será incorporado à alimentação do estágio "cleaner" das espirais. Adicionalmente, neste primeiro estágio serão obtidos dois pré-concentrados distintos, um rico em cassiterita e outro em zirconita, que serão reprocessados isoladamente num segundo estágio, obtendo um concentrado comercial de cassiterita, com teores da ordem de 60 % de Sn, e um produto misto, o qual será secado e processado através de separações eletrostática e magnética, com a obtenção de concentrados de zirconita e nióbio, além de recuperação suplementar de cassiterita. Segundo experiência da Mineração Taboca S.A. e de acordo com fluxograma atualmente adotado na

reconcentradora de Pitinga, a unidade de processamento de grossos poderá empregar jiques como alternativa às mesas vibratórias, com redução da área física, dos custos de investimento e operacional, bem como da complexidade de operação.

A proposição de um fluxograma para as etapas de separações eletrostática e magnética em escala piloto, embora devendo seguir em linhas gerais o procedimento estabelecido para o minério intemperizado, figura 6 (item 3), carece ainda da realização de um maior número de ensaios, particularmente em face das diferenças no grau de liberação verificado entre os minerais presentes no material intemperizado e na rocha sã. A realização destes teriam por objetivo:

- minimizar os teores de ZrO_2 nos condutores da separação eletrostática, eventualmente com a necessidade de inclusão de uma etapa final de processamento através de separador eletrostático de placas;
- minimizar a parcela de Nb_2O_5 associada ao não-condutor da separação eletrostática;
- avaliar o desempenho de diferentes separadores eletromagnéticos e de ímãs permanentes de alta intensidade (terras raras) no processamento dos produtos condutores e não-condutores da separação eletrostática.

No fluxograma proposto, a pequena quantidade de sulfetos presente no minério deverá acompanhar a cassiterita, sendo incorporada ao concentrado final deste mineral (estimado entre 0,5 e 2,0 % de S). Prevê-se a necessidade da inclusão de uma etapa de flotação para a remoção dos sulfetos, cuja localização no circuito deverá ser melhor estudada. Os três possíveis pontos aventados e suas inconveniências são:

- flotação de sulfetos a partir do concentrado "cleaner" das espirais, previamente à etapa de cianetação, com o processamento de uma maior quantidade de material e eventual redução na recuperação de ouro;
- flotação de sulfetos a partir do não-magnético do separador de baixa intensidade, com a provável necessidade de ativação dos sulfetos, visto que a cianetação prévia inibe parcialmente a flotação destes;
- flotação a partir dos pré-concentrados de cassiterita gerados no primeiro estágio de concentração em mesa vibratória, com o processamento de uma menor quantidade de material, porém em dois circuitos (finos e grossos) e com provável necessidade de ativação dos sulfetos.

10.2. Concentração de Criolita

A proposição de um fluxograma para a concentração de criolita, exposto na figura 36, foi estabelecida a partir dos resultados apresentados no item 8. Saliencia-se que previamente à realização dos ensaios em escala piloto seria recomendável que as duas últimas etapas de flotação fossem objeto de estudos de otimização, através da realização de ensaios descontínuos, em escala de laboratório, de acordo com as considerações apresentadas mais adiante.

Os rejeitos do estágio "scavenger" da concentração densitária por espirais, com granulação inferior a 0,297 mm, serão deslamados através de um conjunto de ciclones, idealmente com corte entre 0,01 e 0,015 mm.

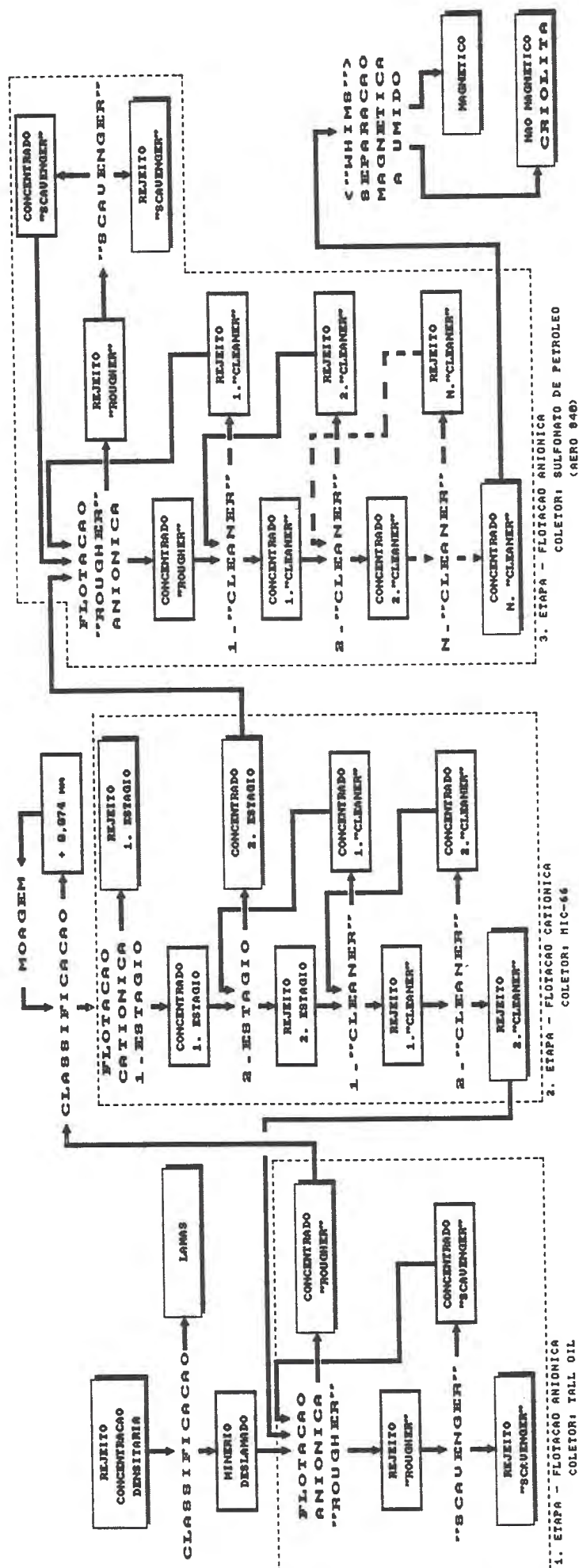


FIGURA 36
PROPOSICAO DE CIRCUITO PILOTO PARA A CONCENTRACAO DE CRIOLITA

O "underflow" da deslamagem será então condicionado e submetido a uma etapa de flotação direta "rougher" e "scavenger" nas seguintes condições:

- pH de condicionamento: 10,0
- coletor: "tall oil" saponificado (300 a 400 g/t no "rougher")
- modificadores: amido de milho (ao redor de 200 g/t)
NaOH (regulador de pH)
- pH de flotação: 9,2 a 9,5

A alternativa de deslamagem, classificação em dois estágios e condicionamento de finos e grossos em separado também deverá ser pesquisada.

O concentrado "rougher" será remoído em moinho de bolas, em circuito fechado com classificador, obtendo-se um produto com granulação inferior a 0,074 mm. Este será espessado e submetido à descoleta do "tall oil" mediante o emprego de ácido fluorídrico, em pH entre 2,0 e 3,0.

Na sequência, o material será processado através de flotação catiônica em dois estágios sucessivos. A espuma do primeiro estágio corresponderia a um rejeito acabado, ao passo que a gerada no segundo estágio será reprocessada num ou dois "cleaners", gerando um produto intermediário, cuja destinação deverá ser definida, após uma caracterização detalhada do mesmo:

- rejeito final;
- recirculação na alimentação da primeira etapa de flotação ("tall oil"), com ou sem remoagem prévia (a definir);

Alternativamente à utilização de um estágio de flotação catiônica para a remoção das lamas geradas na remoagem do concentrado "rougher" deverá também ser estudada a opção de remoção destas através de uma etapa de ciclonagem.

O material deprimido no segundo estágio da etapa de flotação

catiônica, concentrado "bulk" de fluoretos, será submetido a uma nova e intensiva descoleta, mediante lavagens sucessivas em pH ao redor de 5,0 a 5,5, regulado através de ácido sulfúrico, e processado numa última etapa de flotação, em pH entre 5,0 e 5,5, com o emprego de sulfonato de petróleo como coletor. Esta etapa compreenderá um conjunto de células de flotação constituído por um estágio "rougher", um "scavenger" e três a cinco estágios "cleaner". O número de estágios "cleaner" necessários para a redução dos teores de cálcio a valores aceitáveis será função do teor deste elemento na alimentação do circuito.

O concentrado do último estágio "cleaner" da flotação aniônica com sulfonato de petróleo será submetido a uma separação magnética de alta intensidade via úmida, "WHIMS", ou em separador magnético de alto gradiente, "HGMS", visando a adequação dos teores de ferro às especificações de mercado. Eventual etapa subsequente de lixiviação, em meio clorídrico ou fluorídrico, pode se fazer necessária para minimizar os teores de ferro que vierem a ser obtidos na separação em "WHIMS" ou "HGMS".

Como principal consideração, salienta-se que após ajustada a etapa "rougher" e "scavenger" de flotação aniônica com "tall oil", em escala contínua, deverão ser efetuados ensaios descontínuos de flotação visando a otimização da demais etapas, previamente à realização destas em operação contínua. Os estudos a serem realizados a partir do concentrado "rougher", a ser gerado num circuito piloto, deverão incluir:

- pesquisa de coletores catiônicos alternativos ao Armacflote MIC-66, objetivando minimizar os teores de SiO_2 e Fe_2O_3 no produto gerado na segunda etapa de flotação;
- pesquisa de reversão da primeira etapa de flotação através do condicionamento do concentrado "rougher", após remoagem a

menos 0,074 mm, em pH entre 4,5 e 5,0, regulado através de ácido sulfúrico, com a descoleta da criolita seguido da flotação de silicatos, nesta mesma faixa de pH, com emprego de ácidos graxos;

- estudos adicionais de otimização da última etapa de flotação, com a pesquisa de coletores alternativos ao Aero 840, bem como pesquisa de faixa de pH ideal e inclusão de reagentes seletivos na depressão do ferro e dos fluoretos portadores de cálcio. Ensaaios em condições de pH similar ao adotado no beneficiamento da criolita de Ivigtut (pH 2,0 - ver apêndice), deverão ser, obrigatoriamente, realizados.

Adicionalmente, uma avaliação mais detalhada sobre as implicações da solubilidade parcial da criolita em água (0,4 g/l a 25 graus Celsius) deverá ser objeto de um estudo específico. Este compreenderá:

- britagem do minério em diferentes granulometrias, seguido da percolação de água, de modo a verificar a necessidade ou não de cobertura das pilhas de homogeneização do minério;
- controle de solubilização da criolita nas várias etapas do processo de beneficiamento, facilmente efetuado por meio de análises químicas da água nova e de vários pontos do circuito, mediante determinações de flúor e alumínio. A otimização da recirculação da água de processo é uma necessidade fundamental no caso do beneficiamento deste minério.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) PAULO ABIB ENGENHARIA S.A. Caracterização tecnológica do minério primário do Granito Madeira, Pitinga, AM. São Paulo, 1988. 41p. (Relatório Interno)
- (2) PAULO ABIB ENGENHARIA S.A. Desenvolvimento de processo de beneficiamento para o minério primário do Granito Madeira, Pitinga, AM. São Paulo, 1989. 2v. (Relatório Interno)
- (3) PAULO ABIB ENGENHARIA S.A. Estudo de flotação de fluoretos do Granito Madeira, Pitinga, AM. São Paulo, 1990. 139p. (Relatório Interno)
- (4) VEIGA JR., J. P.; NUNES, A. C. B.; SOUZA, E. C.; SANTOS, J. O. S.; AMARAL, J. E.; PESSOA, M. R.; SOUZA, S. A. S. Projeto sulfetos do Uatumã. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Relatório final. Manaus, DNPM/CPRM, 1979. n.p. (Relatório Interno)
- (5) CARVALHO FILHO, N. B.; HORBE, M. A.; HORBE, A. C.; SOUZA, P. C. B. A natureza dos depósitos de cassiterita do setor Madeira, região de Pitinga, Amazonas, Brasil. In: SIMPOSIUM AMAZONICO, 2, Manaus, 1984. Anais. s.l, s.ed., 1984. p.459-66.
- (6) HORBE, M. A.; HORBE, A. C.; TEIXEIRA, J. T.; COSTI, H. T. Granito Madeira: petrologia, petroquímica e mineralizações. In: SIMPÓSIO DE GEOLOGIA DA AMAZÔNIA, 2., Belém, 1985. Anais. Belém, SBG, 1985. v. 3, p. 284-320.

- (7) DAOUD W. K.; ANTONIETO JR., A, Geologia do granito estanífero Água Boa, Pitinga (AM). In: SIMPOSIO DE GEOLOGIA DA AMAZÔNIA, 2., Belém, 1985, Anais. Belém, SBG, 1985. v. 3, p. 17-33.
- (8) DAOUD, W. K.; VEIGA, A. T. C. Geologia dos aluviões estaníferos da mina de Pitinga, Am. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 34., Goiânia, 1986. Anais. São Paulo, SBG, 1986. v.5, p. 2048-62.
- (9) MACAMBIRA, M. J. B.; TEIXEIRA, J. T.; DAOUD, W. K.; COSTI, H. T. Geochemistry, mineralizations and age of tin-bearing granites from Pitinga, Northwestern Brazil. Revista Brasileira de Geociências, v.17, n.4, p.562-70, dez. 1987.
- (10) DAOUD, W. K.; ANTONIETO JR., A. Mina de estanho de Pitinga, Amazonas. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Principais depósitos minerais do Brasil. Brasília, DNPM, 1988, v.3, cap.18, p.201-11.
- (11) DAOUD, W. K. Granitos estaníferos de Pitinga, Amazonas: contexto geológico e depósitos minerais associados. Brasília, 1988. 194p. Dissertação (Mestrado). Departamento de Geociências, Universidade de Brasília.
- (12) HORBE, M. A.; HORBE, A. C.; COSTI, H. T.; TEIXEIRA, J. T. Geochemical characteristics of cryolite-tin-bearing granites from the Pitinga mine, northwestern Brazil: a review. /Apresentado ao 13. International Geochemical Exploration Symposium, Rio de Janeiro, 1989/

- (13) VAN BREEMEN, O.; HUTCHINSON, J.; BOWDEN, P. Age and origin of the Nigerian mesozoic granites; a Rb-Sr isotopic study. Contributions to Mineralogy and Petrology, v.50, p.157-72, 1975
- (14) DANA, J. D. The system of mineralogy. Ed. por C. Palache, H. Berman, C. Frondel. 7. ed. New York, John Wiley/London, Chapman, 1957. v.2.
- (15) GROSS, E. B.; HEINRICH, E. W. Petrology and mineralogy of the Mount Rosa Area, El Paso and Teller Counties, Colorado. Part II: Pegmatites. The American Mineralogist, v.51, n.3/4, p.299-323, Mar./Apr. 1966.
- (16) YURK, Y. Y.; GUROV, Y. P.; GUROVA, Y. P. Genesis of cryolite in metassomatic rocks of the Ukrainian shield. Doklady. Earth Sciences Section, v. 208, n. 1/6, p.143-5, 1974.
- (17) BOWDEN, P.; KINNAIRD, J. A. Geology and mineralization of the Nigerian anorogenic ring complexes. Geologisches Jahrbuch, Reihe B, n.56. p.3-65, 1984.
- (18) BAYLEY, J. C. Formation of cryolite and other aluminofluorides: a petrologic review. Bulletin of Geological Societ of Denmark, v. 29, p. 1-45, 1980.
- (19) CHERNOV, B. S.; GETMANSKAYA, T. I.; MODNIKOV, N. I. Cryolite-tin-tungsten-silver mineralization. International Geological Review. v. 30, n. 1, p.83-9, 1988.
- (20) POLKIN, S. I.; LAPTEV, S. F.; MATSUEV, L.P.; ADAMOU, E. V.; KEASNUKHINA, A. V.; PURVINSKII, O. F. Theory and practice in the flotation of cassiterite fines. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 10., London, 1973. Proceedings. S.n.t. p.593-614.

- (21) BETTENCOURT, J. S.; DAMASCENO, E. C.; FONTANELLI, W.S.; FRANCO, J. R. M.; PEREIRA, N. M. Brazilian tin deposits and potencial. Kuala Lumpur, I.T.C., 1981. 69p. Paper 3(ii). /Separata de World Conference on Tin, 5., Kuala Lumpur, 1981/
- (22) DAMASCENO, E. C. Geologia do estanho. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Principais depósitos minerais do Brasil. Brasília, DNPM, 1988. v.3, cap. 17, p.183-97.
- (23) BETTENCOURT, J. S.; MUZZOLON, R.; PAYOLLA, B. L.; DALL'IGNA, L.G.; PINHO, O. G. Depósitos estaníferos secundários da região central de Rondônia. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Principais depósitos minerais do Brasil. Brasília, DNPM, 1988. v.3, cap. 19, p.213-41.
- (24) CARVALHO, R. T. Depósitos de cassiterita de Santa Bárbara, Jacundá e Alto Candeias, Rondônia. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Principais depósitos minerais do Brasil. Brasília, DNPM, 1988. v.3, cap. 20, p.243-53.
- (25) VEIGA, A. T. C. As minas de estanho de Igarapé Preto - Amazonas, Massangana - Rondônia e São Francisco - Mato Grosso, província estanífera de Rondônia. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Principais depósitos minerais do Brasil. Brasília, DNPM, 1988. v.3, cap. 21, p.255-60.

- (26) BARBOSA, E. P.; LORENZI, V. E.; OJIMA, S. K. Jazida de cassiterita de São Pedro do Iriri, Pará. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Principais depósitos minerais do Brasil. Brasília, DNPM, 1988. v.3, cap. 22, p.261-5.
- (27) BOTELHO, N. F.; ROSSI, G. Depósito de estanho de Pedra Branca, Nova Roma, Goiás. In: BRASIL. Ministério das Minas e Energia. Departamento Nacional da Produção Mineral. Principais depósitos minerais do Brasil. Brasília, DNPM, 1988. v.3, cap. 23, p.267-85.
- (28) CHAVES, A. P.; ASATSUMA, I. T.; CASTRO, M. A. F.; PEREIRA, N. M. Tratamento de minerais pesados em Rondônia. Minérios: Extração e Processamento, v.10, n.115, p.116, ago. 1986.
- (29) BURT, R. O. Gravity concentration technology. Amsterdam, Elsevier, 1984. 605 p. (Developments in Mineral Processing, v.5)
- (30) CHADWICK, J. R. Gopeng: the changing face of gravel pump mining. World Mining, v.35, n.5. p.46-9, May 1982.
- (31) MATIAS, J. P.; OLIVEIRA, I. S. Operação da planta nova do projeto Serra da Onça. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E HIDROMETALURGIA, 13., São Paulo, 1988. Anais. São Paulo, ABM/APEMI/EPUSP, 1988. v.1, p.433-41.
- (32) GOMBE, A. I. Possible future tin mining activities and possible new mines in Nigeria. Kuala Lumpur, I.T.C., 1981. 20p. Paper 3(v). /Separata de World Conference on Tin, 5., Kuala Lumpur, 1981/

- (33) HASBI HASSAN, A. Recovery of by-product minerals from the Malaysian tin mining industry. Bangkok, s.ed., 1982. 23p. /Separata de Seminar on Beneficiation of Tin and Associated Minerals. Bangkok, 1982/
- (34) DUN, I. G. H.; QUEIROZ, J. C. Projeto Santa Bárbara - usina de reprocessamento de minério de cassiterita. In: CONGRESSO LATINAMERICANO DE MINERIA, 2.; CONGRESSO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO, 3., São Paulo, 1989. Coletânea de trabalhos técnicos. Lima, OLAMI/Belo Horizonte, IBRAM 1989. v.1, p.119-34.
- (35) MICHELL, F. B. Application of flotation in the clean-up of gravity tin concentrates. S.n.t. p.937-50. /Separata de International Mineral Processing Congress, 5., London, 1960/
- (36) SVOBODA, J. Magnetic methods for the treatment of minerals. Amsterdam, Elsevier, 1987. 692 p. (Developments in Mineral Processing, v.8)
- (37) GOODMAN, R. H.; O'KEEFE, K.F. Tin ore treatment at Renison Limited. In: WOODCOOK, J. T., ed. Mining and metallurgical practice in Australasia. Melbourne, The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, 1981. p.426-32.
- (38) CARNON CONSOLIDATED TIN MINES LTD. /Report/ s.l., 1980. 14p. (Internal Report)
- (39) OLIVEIRA, J. F. Flotação de cassiterita: um estudo de seletividade em relação à fluorita e de alguns aspectos cinéticos incluindo a eletroflotação de finos. Rio de Janeiro, 1986. 142p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro.

- (40) OLIVEIRA, J. F.; ADAMIAN, R. Flotação seletiva de cassiterita e fluorita de minérios primários. In: ENCONTRO DO HEMISFÉRIO SUL SOBRE TECNOLOGIA MINERAL, 2 ; ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS e HIDROMETALURGIA, 12. Rio de Janeiro, 1987. Anais. S.n.t. v.1, p.312-30.
- (41) SILVA, M. C. P. M. Estudos de flotação da cassiterita, zirconita e xenotima do minério primário de Pitinga (AM). Rio de Janeiro, 1988. 109p. Tese (Mestrado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro.
- (42) CODD, D. Amino-phosphonic acid demonstrates a high selectivity for cassiterite. Engineering and Mining Journal, v.185, n.10, p.61-4, Oct. 1984.
- (43) PARANAPANEMA S.A. MINERAÇÃO INDÚSTRIA E CONSTRUÇÃO. Paranapanema 25: empresa brasileira gerando progresso para brasileiros, s.l., 1987. 16p.
- (44) PAULO ABIB ENGENHARIA S.A. Estudos de caracterização em amostras das plantas da mina do Pitinga. São Paulo, 1990, 58p. (Relatório Interno)
- (45) MINERAÇÃO TABOCA S.A. A concise report on pilot plant tests of dry separation of pre concentrate of Serra Madeira. São Paulo, 1989. 28p. (Relatório Interno)
- (46) KRYOLITSELSKABET ORESUND A/S Cryolite, properties and industrial applications. Copenhagen, s.d. 18p. (Internal Report)
- (47) GROGAN, R. M.; MONTGOMERY, G. Fluorspar and cryolite. In: LEFOND, S. J., ed. Industrial minerals and rocks. 4. ed. New York, AIME, 1975. p.653-77.

- (48) BUCK, D. E.; NEWMAN, H. The mineral industries of Scandinavia. Washington, U. S. Department of the Interior, Bureau of Mines, 1988. 46p. /Separata de U. S. Department of the Interior, Bureau of Mines. Minerals Yearbook. Washington, 1988/
- (49) PAULY, H. Paragenetic relations in the main cryolite ore of Ivigtut, South Greenland. Neues Jahrbuch fur Mineralogie Abhandlungen, v.94, p.121-39, 1960.
- (50) BLAXLAND, A. B. Rb-Sr isotopic evidence for the age and origin of the Ivigtut granite and associated cryolite body, South Greenland. Economic Geology, v.71, n.5, p.864-9, Aug. 1976.
- (51) RODIN, V. I.; FEDORIN, P. V.; LAZAREV, G. I.; SAMOILOVA, A. I.; GRACHEVA, T. A.; NAPSIKOV, V. A.; MARININ, V. I.; NALETOVA, M. Y.; MUKHIN, V. G. Conversion of fluosilicic acid from double superphosphate production to cryolite at the Volkhov aluminium plant. Khimicheskaya Promyshlennost, n.6, p.348-51, 1982. /Resumo 126.350k em Chemical Abstract, v.97, p.616, 1982/
- (52) KARUVALLIL, R. R.; PARAKKAL, L. E.; AUNDY, P. A. S.; JOSEPH, X.; CHEMBUMKULAN, S. B. Synthetic cryolite using flourosilicate and sodium carbonate. Int. Cl. C01F7/54. IN n.PI151.706. July 9, 1983. /Resumo 141.628f em Chemical Abstract, v.100, p.140, 1984/
- (53) RALSTON, O. C. Flotation and agglomerate concentration of nonmetallic minerals. Washington, U. S. Department of the Interior, Bureau of Mines, 1938. 63p. (U. S. Bureau of Mines. Report of Investigations, 3387)

- (54) MAERSK, B. Cryolite concentrator in Copenhagen: unique mill for unique mineral. World Mining, v.26, n.3, p.60-3, Mar. 1973
- (55) HUTCHISON, C.H. Laboratory handbook of petrographic techniques. New York. John Wiley, 1974. 527p.
- (56) PARFENOFF, A.; POMEROL, C.; TOURENO, J. Les mineraux en grains. Paris, Masson, 1970. 578p.
- (57) ZUSSMAN, J., ed. Physical methods in determinative mineralogy. London, Academic Press, 1967. 514p.
- (58) BLOSS, F. D. An introduction to the methods of optical crystallography. New York. Holt, 1967. 294p.
- (59) HEINRICH, E. W. Microscopic identification of minerals. New York, McGraw Hill, 1965. 414p.
- (60) LARSEN, E. S. ; BERMAN, H. The microscopic determination of the nonopaque minerals. Washington, U.S. Department of the Interior, Geological Survey, 1934. 266p. (U.S. Geological Survey. Bulletin, 848)
- (61) TROEGER, W.E. Optical determination of rock-forming minerals. Stuttgart, E. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung, 1979. 188p.
- (62) RAMDHOR, P. The ore minerals and their intergrowths. Oxford, Pergamon, 1969. 1174 p.
- (63) KLUG, H. P.; ALEXANDER, L. E. X-ray diffraction procedures. New York, John Wiley, 1954. 716p.
- (64) BERRY, L. G., ed. Selected powder diffraction data for minerals. Search Manual. Swarthmore, Joint Committee on Powder Diffraction Standards, 1974. 262p.
- (65) BERRY, L. G., ed. Selected powder diffraction data for minerals. Data Book. Swarthmore, Joint Committee on Powder Diffraction Standards, 1974. 833p.

- (66) BERRY, L. G., ed. Selected powder diffraction data for minerals. Data Book : supplement 1. Swarthmore, Joint Committee on Powder Diffraction Standards, 1980.
- (67) GAUDIN, A. M. Principles of mineral dressing. New York, McGraw Hill, 1939. 554p.
- (68) HERMANN C. STARCK. Estudos de microscopia eletrônica de varredura em concentrados de pesados de Pitinga (em alemão). Berlin, 1987. 17p. (Relatório Interno)
- (69) FRAAS, F. Eletrostatic separation of granular material. Washington, U. S. Department of the Interior, Bureau of Mines, 1962. 155p. (U. S. Bureau of Mines. Bulletin, 603)
- (70) FRAAS, F. Ionized fields in electrostatic separation: applications to secondary materials. Washington, U. S. Department of the Interior, Bureau of Mines, 1971. 12p. (U. S. Bureau of Mines. Report of Investigations 7509)
- (71) KELLY, E. G.; SPOTTISWOOD, D. J. The theory of electrostatic separations: a review. Part I: Fundamentals. Minerals Engineering, v.2, n.1, p.33-46, 1989.
- (72) KELLY, E. G.; SPOTTISWOOD, D. J. The theory of electrostatic separations: a review. Part II: Particle charging. Minerals Engineering, v.2, n.2, p.193-205, 1989.
- (73) KELLY, E. G.; SPOTTISWOOD, D. J. The theory of electrostatic separations: a review. Part III: The separation of particles. Minerals Engineering, v.2, n.3, p. 337-39, 1989.
- (74) KAHN, H. Estudo de alternativas para o processamento de minério de estanho-nióbio. São Paulo, Mamoré Mineração e Metalurgia S.A. 1990, 27 p. (Relatório Interno)

- (75) KAHN, H; TASSINARI, M. M.; CASSOLA; M. S. Metodologias de caracterização de minérios auríferos. In: SIMPÓSIO EPUSP DE CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA NA ENGENHARIA E INDÚSTRIA MINERAL, São Paulo, 1990. Anais. São Paulo, EPUSP, 1990. p.421-50.
- (76) AGAR, G. E.; KIPKIE, W. B. Predicting locked cycle flotation test results from batch data. CIM Bulletin. v.71, n.799, p.119-25, Nov. 1978.
- (77) AGAR, G. E. The optimization of flotation circuit design from laboratory rate data. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 15, Cannes, 1985. Proceedings. S.n.t. v.2, p.100-11.
- (78) NISHIMURA, S.; HIROSUE, H.; SHOBU, K.; JINNAI, K. Analytical evaluation of locked cycle flotation tests. International Journal of Mineral Processing. v.27, n.1/2, p.39-50, Sept. 1989.
- (79) HANNA, H. S.; SOMASUNDARAN, P. Flotation of salt-type minerals. In: FUERSTENAU, M. C., ed. Flotation: A. M. Gaudin memorial volume. New York, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1976. v.1, cap.8, p.197-272.
- (80) LEAL FILHO, L. S. Contribuição ao estudo de depressores para a flotação aniônica direta do fosfato de Jacupiranga. Belo Horizonte, 1989. 164p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais.
- (81) CHAVES, A. P. Caracterização e beneficiamento da fluorita de Apiaí, SP. São Paulo, 1989. 226p. Tese (Livre Docência) - Escola Politécnica, Universidade São Paulo.

- (82) MUSSON, G. H., ed. Fluospar. In: WEISS, N. L., ed. SME Mineral processing handbook. New York, Society of Mining Engineers/AIME, 1985. p.23.1-23.9.
- (83) PECK, A. S. Infrared studies of oleic acid and sodium oleate adsorption on fluorite, barite and calcite. Washington, U. S. Department of the Interior, Bureau of Mines, 1963. 16p. (U. S. Bureau of Mines. Report of Investigations, 6202)
- (84) ANTTI, B. M.; FORSSBERG, E. Pulp chemistry in industrial flotation. Studies of surface complex on calcite and apatite surfaces using FTIR spectroscopy. Minerals Engineering. v.2, n.2, p. 217-27, 1989
- (85) MARINAKIS, K.I.; SHERGOLD, H. L. Influence of sodium silicate addition on the adsorption of oleic acid by fluorite, calcite and barite. International Journal of Mineral Processing, Amsterdam, v. 14, n. 3, p. 177-93, Apr. 1985.
- (86) SMITH, R. W.; AKHTAR, S. Cationic flotation of oxides and silicates In: FUERSTENAU, M. C., ed. Flotation: A. M. Gaudin memorial volume. New York, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1976. v.1, cap.5, p.87-116.
- (87) KHOSLA, N. K.; BISWAS, A. K. Effects of tannin-fatty acids interactions on selectivity of adsorption on calcite and fluorite surfaces. Transactions of the Institute of Mining and Metallurgy, section C, v.94, p.C4-C10, Mar. 1985.

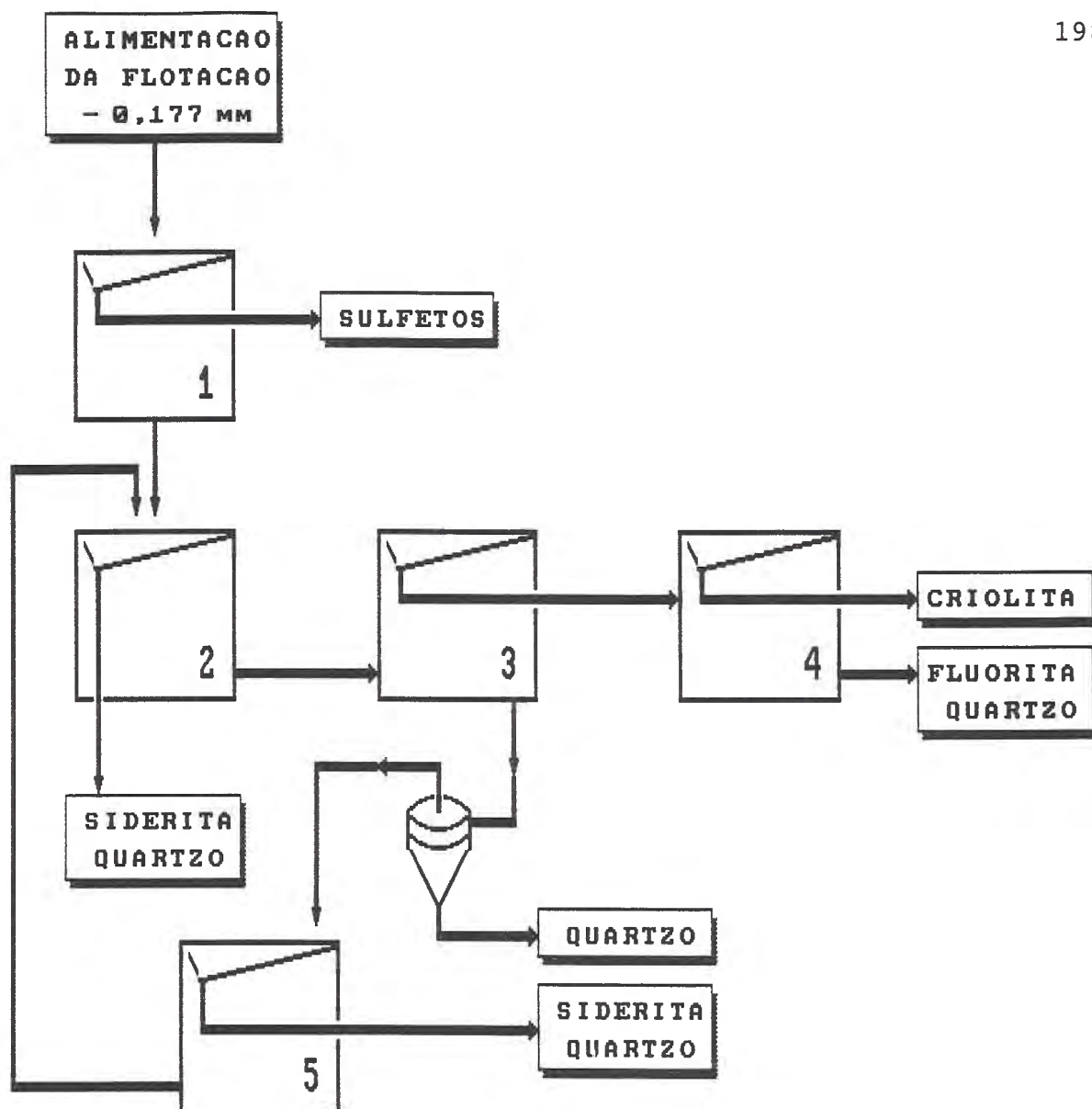
APÊNDICE

Em abril de 1991, a convite da Mineração Taboca S.A., estiveram no Brasil o engenheiro K. E. Aunsholt, Vice-Presidente da Kryolitselskabet Oresund A/S, e o geólogo Jens Gothenborg, antigo funcionário desta companhia, atualmente coordenando um projeto objetivando avaliar a viabilidade de reativação da lavra e beneficiamento da criolita de Ivigtut.

Nesta oportunidade foram levantadas uma série de informações complementares sobre a geologia e o beneficiamento da criolita de Ivigtut. Algumas das informações mais relevantes e relacionadas ao tema desta tese são resumidas neste Apêndice e excluídas do corpo da tese dado ao seu caráter de ineditismo e de comunicação verbal.

No final da década de 70, o fluxograma de beneficiamento do minério, apresentado no item 3.2.3, sofreu significativas modificações nas várias etapas de flotação, em razão da redução do teor de criolita na alimentação da instalação de concentração, cerca de 40 %, e decorrente necessidade da elevação de sua capacidade. O esboço simplificado do fluxograma que passou a ser então adotado na concentração de criolita, até a recente paralisação das atividades, é exposto na figura 37.

O minério cominuído a menos 0,177 mm era submetido a uma flotação inicial para a remoção dos sulfetos. O material deprimido era processado num segundo estágio de flotação para a remoção da siderita e parcela expressiva dos silicatos; este estágio era efetuado em pH 5,0, regulado através da adição de ácido sulfúrico, com o emprego de ácido oleico, sulfato de cobre e óleo de pinho em proporções aproximadas de 10:1:0,2.



(SEGUNDO INFORMACOES DE K. E. AUNSHOLT)

ESTAGIO DE FLOTACAO	pH	REGULADOR	REAGENTES
1 SULFETOS	7,0		XANTATO
2 SIDERITA/QUARTZO	5,0	H ₂ SO ₄	AC. OLEICO +CuSO ₄ +OL. PINHO
3 FLUORETOS	4,8	H ₂ SO ₄	PROTECTOL K-LC
4 CRIOLITA	2,0	H ₂ SO ₄	AERO 825+DIESEL
5 SIDERITA/QUARTZO	4,0	H ₂ SO ₄	AC. OLEICO +CuSO ₄ +OL. PINHO

FIGURA 37

FLUXOGRAMA SIMPLIFICADO DA FLOTACAO DA CRIOLITA DE IVIGTUT

O material deprimido na segunda etapa de flotação era reprocessado num terceiro estágio, em pH 4,8, mediante o emprego de Protectol K-LC, um coletor catiônico (amina) de fabricação da Hoescht. O produto flotado, fluoretos e algum quartzo de granulação fina, eram reprocessados em pH 2,0, mediante a utilização de sulfonato de petróleo, Aero 825 de fabricação da Cyanamid, em mistura com óleo diesel, obtendo-se, então, os concentrados finais de criolita, cujas composições são apresentadas na tabela 45.

TABELA 45

COMPOSIÇÃO DOS CONCENTRADOS DE CRIOLITA NATURAL PRODUZIDOS
PELA KRYOLITSELSKABET ORESUND A/S (%)

	Ia	Ib
F	54,1	53,6
Na	31,8	30,1
Al	12,7	12,3
SiO ₂	0,09	0,14
CaF ₂	1,6	5,3
Fe ₂ O ₃	0,04	0,06
SO ₃	0,06	0,07
P ₂ O ₅	0,004	0,008
P.F.	0,3	0,4

O rejeito da flotação catiônica, terceira etapa de flotação, era classificado por meio de ciclones, com o descarte dos grossos ("underflow"), constituído essencialmente por quartzo. O "overflow" era submetido a uma quinta etapa de flotação, semelhante à segunda, em que eram flotados siderita e silicatos, com recirculação do material deprimido para a alimentação da segunda etapa.

A temperatura da polpa em todos os estágios de flotação era uma importante variável no processo; esta, em todos os estágios, era mantida ao redor de 22 graus Celsius.

Os resultados parciais do estudo de avaliação para a reabertura da mina de Ivigtut, realizados pela municipalidade de Ivigtut, indicam a existência de 1.000.000 t de minério com teor de criolita ao redor de 10 %, além de antigos depósitos de "estéril", 1.000.000 a 1.500.000 t com teor médio da ordem de 10 a 15 % de criolita. Estudos de tipologia de minério individualizaram cinco variedades de material:

- minério de criolita-siderita;
- minério de fluorita-criolita;
- minério de fluorita;
- minério de siderita-cryolita-quartzo;
- minério de "grastensk"-criolita.

Trabalhos de caracterização tecnológica foram conduzidos recentemente pela Outokumpu em amostras dos cinco tipos referidos, ao passo que ensaios de desenvolvimento de processo de concentração, em escala descontínua, estão sendo realizados em apenas dois destes tipos. Resultados preliminares, referentes ao minério "grastensk"-criolita, são sumariados a seguir.

A composição mineralógica da amostra de "grastensk" é apresentada a seguir:

criolita	-	24,5 %
fluorita	-	0,5 %
siderita	-	2,4 %
quartzo	-	54,4 %
mica	-	16,4 %
sulfetos	-	1,0 %
zirconita	-	0,8 %

Os ensaios de flotação realizados pela Outokumpu compreenderam a realização de três etapas de flotação; o estágio de flotação catiônica foi suprimido:

- flotação de sulfetos em pH 5,7, regulado através de ácido sulfúrico, com o emprego de amil xantato de sódio;
- flotação estagiada de siderita e quartzo, em pH 5,0, mediante o emprego de "tall oil" saponificado (Aero 710 de fabricação da Cyanamid), em dosagens de 100 g/t por estágio. A adição de sulfato de cobre como ativador de siderita e de silicato de sódio como depressor de criolita (acima de 200 g/t) são citados como provedores de seletividade. Alternativamente a esta etapa de flotação foi testada a utilização de separação magnética de alto gradiente (HGMS);
- flotação de criolita em pH 2,0, regulado através de ácido sulfúrico, mediante utilização de Aero 825, e realização de estágios "cleaner", em testes com ou sem manutenção de pH.

O resultado do melhor ensaio logrou obter um concentrado com 97,5 % de criolita, aliado a uma recuperação global de 62 % de criolita, sem considerar a recirculação de massas.