

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE UM MINÉRIO DE FERRO ESPECULARÍTICO¹

Ariella Vianna Fontes²

Reiner Neumann³

Luís Marcelo Tavares⁴

Otávio da Fonseca Martins Gomes⁵

Ricardo Gallart⁶

Resumo

A especlarita é uma forma de hematita composta por flocos lamelares que, devido a essa morfologia, tem algumas aplicações com maior valor de mercado, como em tintas anti-corrosivas. O presente trabalho apresenta uma caracterização tecnológica preliminar de um minério de ferro, a fim de confirmar seu caráter especlarítico e propor uma rota de processo. A cominuição foi feita com o britador de rolos para evitar a fragmentação excessiva com perda da estrutura em lamelas. Para a concentração, foi empregado separador magnético de baixa e alta intensidades. A caracterização envolveu picnometria a He, difratometria de raios-X (qualitativa e quantitativa), microscopia ótica e análise de imagens. Os resultados obtidos mostraram que o minério estudado é realmente especlarítico e que sua concentração e liberação são possíveis.

Palavras-chave: Especlarita; Caracterização; Concentração.

TECHNOLOGICAL CHARACTERIZATION OF MICACEOUS IRON ORE

Abstract

Specularite, also known as micaceous iron ore, is a form of hematite composed of lamellar flakes. Due to its morphology, it has some uses with higher market value as, for instance, in anticorrosive paints. This work presents a preliminary technological characterization for an iron ore, in order to confirm its specular characteristics and to indicate a process route. The comminution was made using a roll crusher to avoid excessive fragmentation and the loss of lamellae structure. For concentration purposes, a high intensity magnetic separator was employed. The characterization involved He pycnometry, qualitative and quantitative X-ray diffraction, optical microscopy and image analysis. The results showed that the studied ore is actually specularite and its concentration and separations are possible.

Key words: Specularite; Characterization; Concentration.

¹ *Contribuição técnica ao 43º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas, 14º Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro e 1º Simpósio Brasileiro de Aglomeração de Minério de Ferro, 1 a 4 de setembro de 2014, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Engenheira de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), RJ, Brasil.*

³ *Geólogo, D.Sc., Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

⁴ *Engenheiro Metalúrgico, D.Sc., Laboratório de Tecnologia Mineral (LTM), UFRJ, RJ, Brasil.*

⁵ *Engenheiro Químico, D.Sc., Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). Rio de Janeiro, RJ, Brasil; e Pesquisador Independente, Universidade de Liège, Liège, Bélgica.*

⁶ *Geólogo, Atlantica Mining, Aracaju, Sergipe, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

A especularita é uma forma de hematita composta por flocos lamelares que, devido a essa morfologia, tem algumas aplicações com maior valor de mercado do que o concentrado de minério de ferro para produção de aço. A especularita é, por exemplo, utilizada para a fabricação de tintas anti-corrosivas. Tintas anti-corrosivas à base de especularita fornecem proteção duradoura para estruturas metálicas expostas em ambientes altamente agressivos.⁽¹⁾ Os benefícios trazidos com suas propriedades, a dificuldade de encontrar jazidas e os altos custos de produção tornam seu preço elevado. Enquanto o minério de ferro custa aproximadamente 150 \$/t, a especularita para pigmento custa mais de 1000 \$/t.⁽¹⁾

O hábito cristalino lamelar da especularita permite sua fratura em clivagem com fragmentos semelhantes a placas muito finas, ou seja, lamelas, produzindo assim uma melhor ação protetora. Quando uma tinta baseada em óxido de ferro especularítico é aplicada em uma determinada superfície, as partículas de pigmento são orientadas em múltiplas camadas paralelas ao substrato, se intercalando e se sobrepondo (Figura 1). Não tendo uma forma lamelar, a orientação e foliação do pigmento no interior do filme de tinta é claramente impossível. Pigmentos contendo grandes proporções de partículas granulares não conseguem formar uma barreira multicamadas contra umidade e poluentes, assim como efetivamente preservar o adesivo contra radiação ultra-violeta proveniente da luz do sol.⁽³⁾

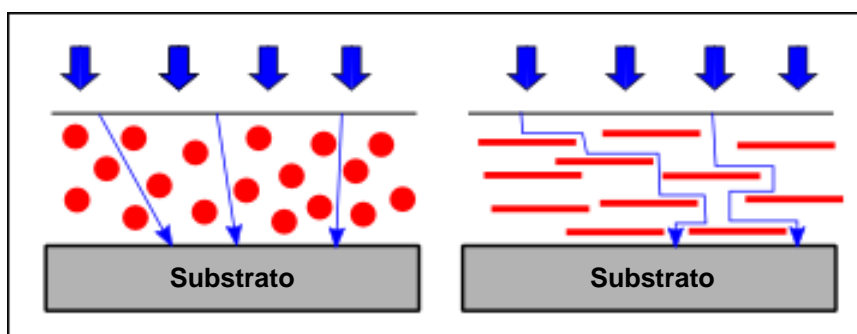


Figura 1. Desenho esquemático dos revestimentos de tinta. À esquerda, observa-se o revestimento de tinta com pigmento de partículas esféricas, mostrando que a luz ultravioleta e a água penetram facilmente até o substrato a ser protegido. À direita, está uma camada de tinta com pigmentos especularíticos e pode ser visto que a penetração é muito mais difícil, devido ao efeito da vedação dos flocos sobrepostos. Adaptado de ⁽²⁾.

A Mina de Borda da Mata (SE), da Atlantica Mining, é uma promissora jazida de minério de ferro com característica lamelar. O objetivo do presente trabalho é a caracterização tecnológica preliminar deste minério visando verificar seu caráter especularítico e sugerir um rota para sua concentração.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Cominuição e Concentração

A primeira etapa constituiu na britagem primária de um bloco de rocha pesando 11,1 kg de minério Borda da Mata, utilizado o britador de mandíbulas. Em seguida, o britador de rolos foi empregado na etapa de britagem secundária. Optou-se por não moer a amostra após a britagem secundária, a fim de evitar a fragmentação de partículas lamelares e não prejudicar a caracterização microestrutural.

O peneiramento a seco foi feito no Ro-Tap, obtendo-se as seguintes classes de tamanho: 3,35 mm, 2,36 mm, 1,70 mm, 1,18 mm, 0,85 mm, 0,60 mm, 0,425 mm, 0,300 mm, 0,212 mm, 0,150 mm, 0,106 mm, 0,075 mm, 0,053 mm e fundo.

Alíquotas representativas das frações retidas em 0,300 mm, 0,212 mm, 0,150 mm, 0,106 mm e 0,075 mm, foram concentradas usando um imã de mão (separação magnética de baixa intensidade), gerando um produto com forte caráter magnético e outro com fraco caráter magnético.

O produto com fraco caráter magnético, contendo a hematita, foi concentrado utilizando a técnica de concentração magnética de alta intensidade a úmido. O separador magnético é dotado de uma matriz com esferas de aço medindo 1/4, 1/2 e 7/8 de polegada. A tensão usada no separador magnético foi de 118 V, obtendo-se após a concentração, o produto magnético e o não magnético da concentração de alta intensidade.

2.2 Difração de raios-X (DRX)

As alíquotas para por DRX foram moídas em gral de ágata e montadas no suporte do tipo *backload*, adequados para redução de orientação preferencial. As análises foram realizadas pelo método do pó em um equipamento Bruker-AXS D4 Endeavor, nas seguintes condições de operação: radiação Co K α (40kV/40mA), com passo de 0,02° 2 θ , tempo de contagem de 184 s por passo com detector linear sensível à posição do tipo *silicon drift* LynxEye, coletados de 5 a 105° 2 θ . A interpretação qualitativa de espectro foi efetuada por comparação com padrões contidos no banco de dados relacional PDF04+ (ICDD, 2012) em software Bruker-AXS Diffrac^{Plus}. O tempo total de aquisição de cada espectro, para esta etapa do trabalho, foi de aproximadamente 90 min.

Análises quantitativas, a partir dos dados de raios-X, foram calculadas pelo método de refinamento de espectro multifásico total, método de Rietveld,⁽⁴⁾ com software Bruker-AXS Topas, v. 4.2. As informações de estruturas cristalinas das fases refinadas são oriundas do banco de estruturas cristalinas da Bruker-AXS.

2.3 Análise Microestrutural

Amostras das frações retidas em 0,300 mm, 0,212 mm, 0,150 mm, 0,106 mm e 0,075 mm dos produtos obtidos após as concentrações de baixa e alta intensidade foram embutidas a frio em resina epóxi, desbastadas e polidas usando suspensão de diamante em politriz automática, de acordo com a preparação convencional de minérios em partículas.

A aquisição de imagens foi realizada no microscópio ótico Zeiss AxioImager M2m, dotado de câmera digital e uma platina motorizada. Antes da aquisição das imagens das amostras, um padrão de refletância de carboneto de silício (SiC) foi utilizado para gerar imagens de fundo. Essa imagem de fundo foi subsequentemente usada em um procedimento automático de correção de fundo, a fim de corrigir irregularidades na iluminação e outros defeitos de aquisição, em todas as imagens adquiridas.

Nas amostras analisadas, a hematita destaca-se claramente por sua maior refletância,⁽⁵⁾ maior brilho nas imagens de campo claro (BF). Já nas imagens sob luz circularmente polarizada^(6,7) (CPOL), os cristais individuais de hematita apresentam diferentes cores e brilhos devido à anisotropia.⁽⁷⁾ Deste modo, imagens em BF foram

empregadas para identificar as regiões de hematita e imagens de CPOL foram usadas para revelar a orientação e a morfologia dos cristais.

A análise microestrutural quantitativa foi realizada de acordo com método desenvolvido por Fontes & Gomes,⁽⁸⁾ que utiliza parâmetros de textura como atributos para um sistema de classificação supervisionada de hematita em uma de cinco classes pré-definidas (granular, lamelar, lobular, martita e microcristalina). Esta análise foi feita apenas para as frações retidas em 0,300 mm, 0,150 mm e 0,075 mm do concentrado da separação magnética de alta intensidade.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Cominuição

A Figura 2 apresenta a curva obtida para o percentual de material passante acumulado em função da abertura da peneira para toda a série de peneiras utilizada na classificação granulométrica. Verifica-se que o percentual de partículas menores que 0,150 mm geradas ficou em torno de 23%. Esse comportamento se justifica pelas características intrínsecas do minério Borda da Mata, que não possui elevada resistência à fragmentação. Apenas 36,38% do material britado se encontra nas faixas de tamanho utilizadas na concentração do mineral de interesse.

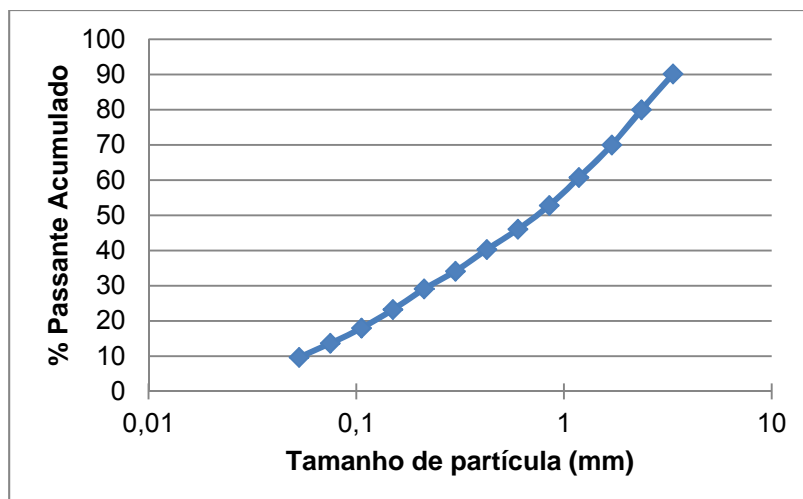


Figura 2. Distribuição granulométrica da amostra representativa de minério de ferro Borda da Mata após a cominuição no britador de rolos.

3.2 Concentração

Os produtos obtidos após a concentração das amostras referentes às alíquotas de tamanho de partículas retidas nas peneiras de 0,300 mm, 0,212 mm, 0,150 mm, 0,106 mm e 0,075 mm estão apresentados, como primeira análise, na Figura 3. Observa-se, o decréscimo do percentual do produto concentrado da separação de baixa intensidade com a diminuição da granulometria e o aumento dos concentrados da separação magnética de alta intensidade e não magnético até atingirem a granulometria mais fina.

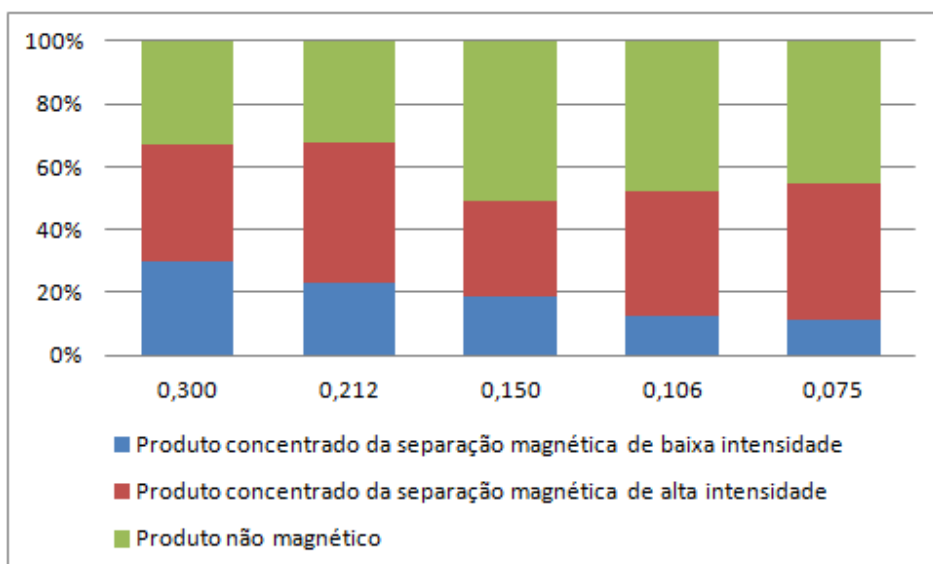


Figura 3. Distribuição das frações em massa em função dos processos de separação magnética.

3.3 Difração de Raios-X

As Tabelas 1, 2 e 3 mostram a análise quantitativa, pelo método de Rietveld, das alíquotas referentes à cabeça e a cada produto gerado na concentração magnética das frações analisadas.

Tabela 1. Análise quantitativa dos produtos concentrado na separação magnética de baixa intensidade das frações retidas em 0,300 mm, 0,212 mm, 0,150 mm, 0,106 mm e 0,075 mm

Fase	Fração de fase (%)				
	Retida em 0,300 mm	Retida em 0,212 mm	Retida em 0,150 mm	Retida em 0,106 mm	Retida em 0,075 mm
Quartzo	13,5	6,9	4,9	4,1	3,5
Goethita	0,1	0,1	0,2	0,7	0,3
Hematita	34,8	34,4	40,2	41,8	48,7
Magnetita	46,3	53,9	49,5	47,4	41,3
Ilmenita	4,3	4,0	4,9	5,9	6,3
Almandina	0,9	0,7	0,4	0,1	0,0

Tabela 2. Análise quantitativa da cabeça e do produto concentrado na separação magnética de alta intensidade das frações retidas em 0,300 mm, 0,212 mm, 0,150 mm, 0,106 mm e 0,075 mm

Fase	Fração de fase (%)					
	Cabeça	Retida em 0,300 mm	Retida em 0,212 mm	Retida em 0,150 mm	Retida em 0,106 mm	Retida em 0,075 mm
Quartzo	59,4	66,8	57,7	36,2	28,1	22,7
Goethita	0,3	0,3	0,5	0,2	0,1	0,5
Hematita	30,8	28,9	38,1	58,7	68,0	73,4
Magnetita	5,3	0,2	0,2	0,6	0,4	0,3
Ilmenita	1,4	0,6	0,8	2,3	0,5	1,8
Almandina	2,9	3,2	2,6	2,1	2,9	1,4

Tabela 3. Análise quantitativa do produto não magnético na separação magnética de alta intensidade das frações retidas em 0,300 mm, 0,212 mm, 0,150 mm, 0,106 mm e 0,075 mm

Fase	Fração de fase (%)				
	Retida em 0,300 mm	Retida em 0,212 mm	Retida em 0,150 mm	Retida em 0,106 mm	Retida em 0,075 mm
Quartzo	88,3	92,8	87,6	95,5	91,8
Goethita	0,1	0,0	0,2	0,0	0,1
Hematita	10,7	6,9	11,9	4,5	8,0
Magnetita	0,1	0,1	0,2	0,0	0,1
Ilmenita	0,4	0,1	0,0	0,0	0,1
Almandina	0,4	0,0	0,1	0,0	0,0

De acordo com a análise quantitativa feita por DRX, algumas considerações podem ser feitas:

- o produto não magnético apresentou teor de hematita entre 4,5 e 11,9% (Tabela 3), sendo o restante praticamente quartzo, como pode ser observado na Figura 4;
- no produto concentrado da separação de baixa intensidade há a predominância de magnetita e hematita (Tabela 1), conforme pode ser visto na Figura 5; e
- o produto concentrado da separação magnética de alta intensidade apresentou teores crescentes de hematita conforme a granulometria foi reduzida (Tabela 2).

3.4 Picnometria

Para realizar os cálculos das concentrações, considerou-se como aproximação que a amostra é composta basicamente de quartzo, magnetita e hematita. A Tabela 4 mostra os teores dos minerais magnéticos e não magnéticos de acordo com os cálculos da massa específica por picnometria.

Tabela 4. Teores dos minerais magnéticos e não magnéticos estimados por picnometria

Granulometria (mm)	Teores (%)			
	Produto concentrado da separação de alta intensidade		Produto não magnético da separação de alta intensidade	
	Minerais não magnéticos	Minerais magnéticos	Minerais não magnéticos	Minerais magnéticos
0,300	65,1	34,9	88,6	11,4
0,212	36,6	63,4	92,0	8,0
0,150	38,4	61,6	50,1	49,9
0,106	21,6	78,4	92,7	7,2
0,075	28,0	72,0	92,7	7,2

Observando os teores de hematita e quartzo calculados pela técnica de picnometria para os produtos da separação magnética de alta intensidade, notam-se valores das concentrações coerentes com os obtidos pela técnica de DRX.

3.5 Análise Microestrutural

A Figura 4 apresenta uma imagem BF da fração retida em 0,075 mm do produto não magnético da separação magnética de alta intensidade. Nesta fração, de acordo a quantificação por DRX, o teor de quartzo é de 91,8% e o de hematita é 8% (Tabela 3). Podemos claramente observar a predominância do quartzo e a presença de hematita. Nesta amostra, a presença de hematita pode ser atribuída a partículas de hematita terem sido arrastadas por fluxo de água muito grande, campo magnético aplicado baixo durante a separação magnética ou ainda podem ser partículas mistas e o corte da seção polida mostrou apenas a hematita.

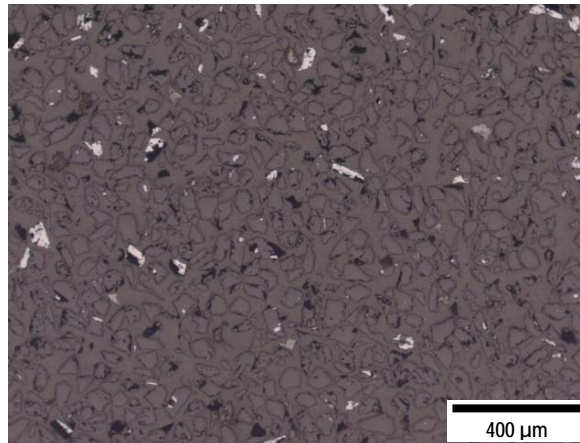


Figura 4. Imagem BF de um campo da seção polida do produto não magnético da separação magnética de alta intensidade (fração retida em 0,075 mm) observado com a lente objetiva de 5X.

O produto do concentrado da separação magnética de baixa intensidade é composto basicamente por magnetita, martita (com diferentes graus de martitização) e hematita em partículas mistas (Figura 5). Esta observação está de acordo com o resultado da análise de DRX (Tabela 1), que mostrou a predominância de magnetita e hematita nestas amostras.

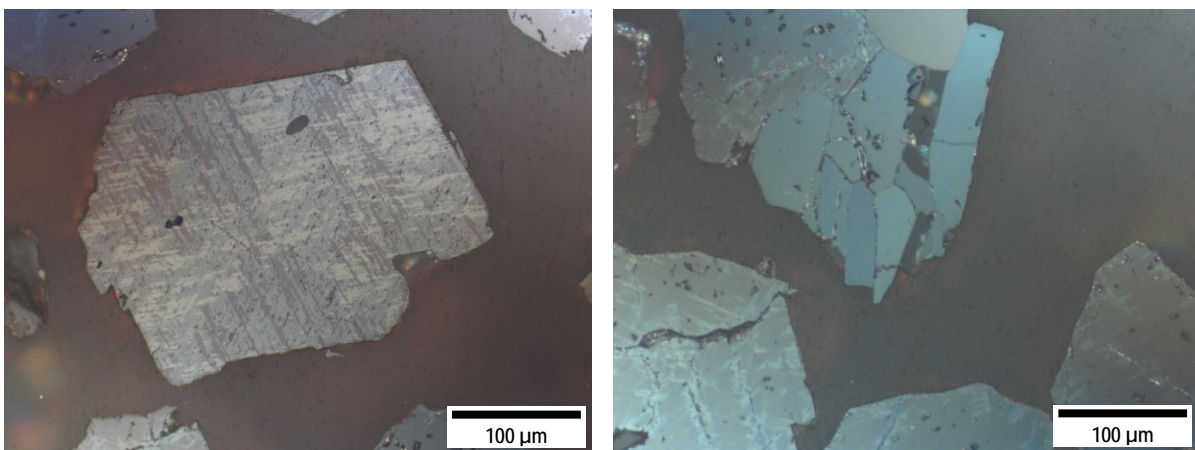


Figura 5. Imagens de campos da seção polida do produto concentrado da separação magnética de baixa intensidade (fração retida em 0,300 mm) observados com a lente objetiva de 20X sob CPOL.

Já no concentrado magnético de alta intensidade, na fração retida em 0,300 mm, a hematita ocorre principalmente em partículas mistas e é predominantemente lamelar. Seus grãos são alongados e, dentro de cada partícula, apresentam orientação cristalina similar, conforme pode ser observado na Figura 6 que mostra

imagens BF e CPOL de um campo típico da seção polida desta fração do concentrado.

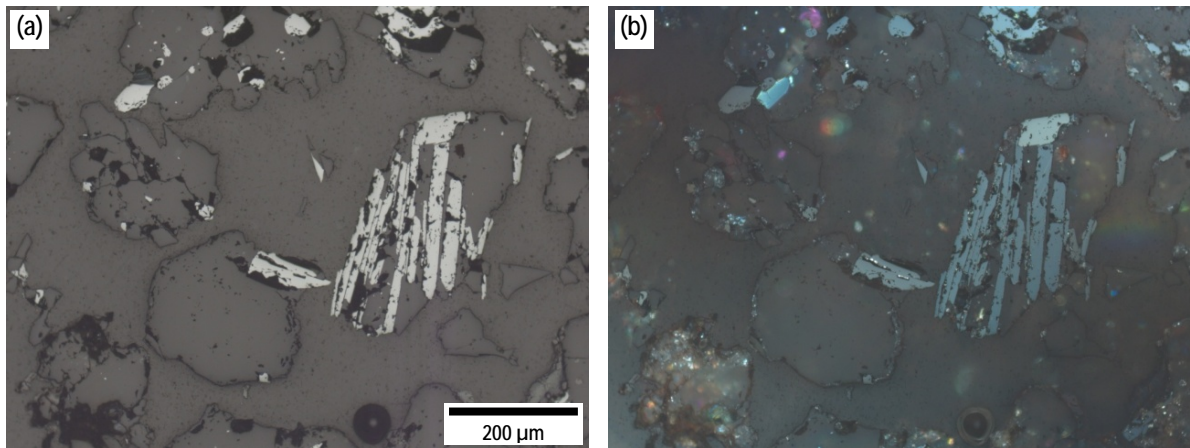


Figura 6. Imagens de um campo da seção polida do concentrado magnético de alta intensidade (fração retida em 0,300 mm) observado com a lente objetiva de 10X em: (a) BF, (b) CPOL.

A fração retida em 0,150 mm do concentrado magnético de alta intensidade apresenta, comparativamente, uma maior liberação. Correlacionando com os dados da concentração magnética, pode-se observar que a melhora na concentração se deve a maior liberação das partículas de hematita em relação às granulometrias maiores. As imagens em CPOL mostram a predominância da hematita lamelar. Partículas de outros tipos de hematita foram observadas em alguns campos. Por exemplo, no canto superior direito das imagens da Figura 7, podem ser vistas duas partículas de martita.

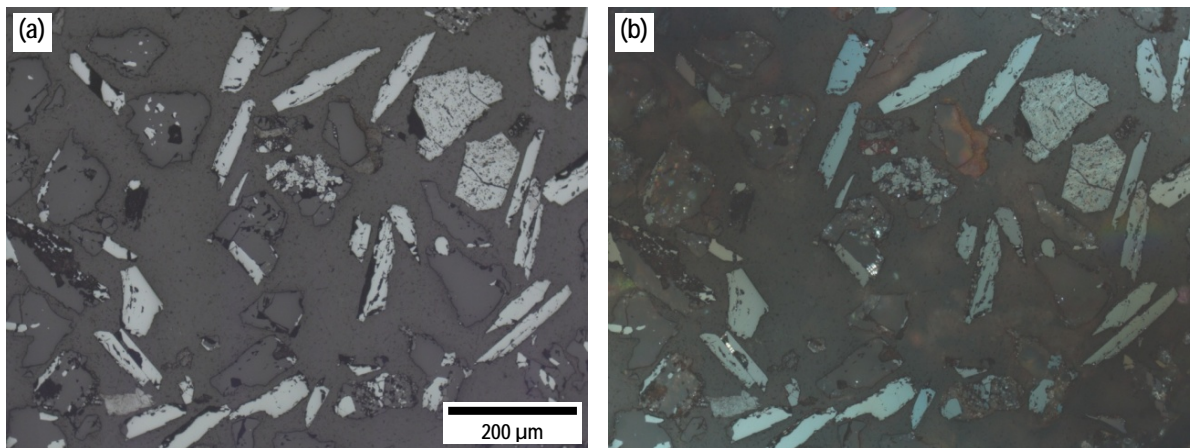


Figura 7. Imagens de um campo da seção polida do concentrado magnético de alta intensidade (fração retida em 0,150 mm) observado com a lente objetiva de 10X em: (a) BF, (b) CPOL.

Na fração retida em 0,106 mm do concentrado magnético de alta intensidade, grande parte da hematita apresenta-se liberada. Entretanto, pode-se dizer que muitas partículas de quartzo ainda se reportaram ao concentrado conforme pode ser visto na Figura 8. Esse dado qualitativo vai ao encontro dos dados quantitativos de DRX (Tabela 2) e picnometria (Tabela 4).

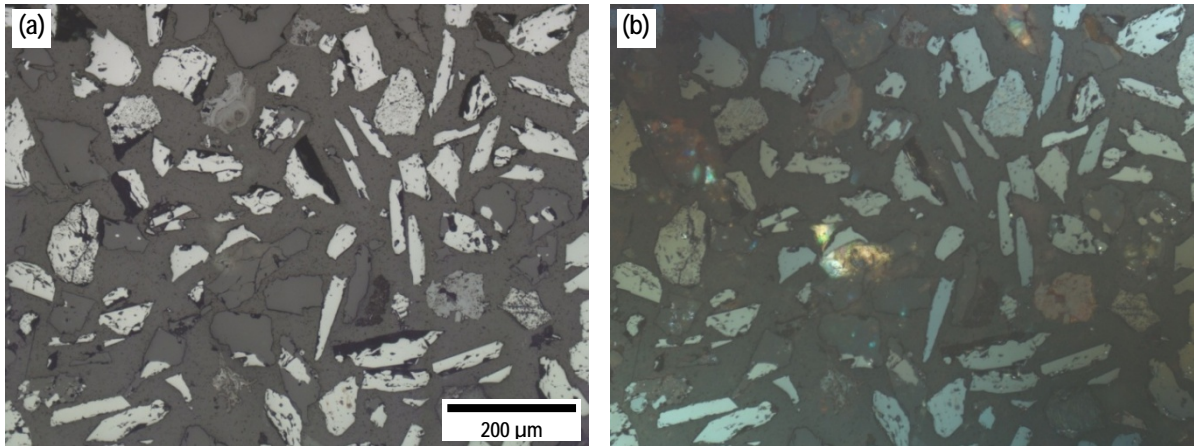


Figura 8. Imagens de um campo da seção polida do concentrado magnético de alta intensidade (fração retida em 0,106 mm) observado com a lente objetiva de 10X em: (a) BF, (b) CPOL.

A Figura 9 é referente a um campo da fração retida em 0,075 mm do concentrado magnético de alta intensidade. Pode-se observar que, além do evidente caráter especularítico já descrito nas demais frações, a hematita está presente predominantemente como monocristais lamelares liberados.

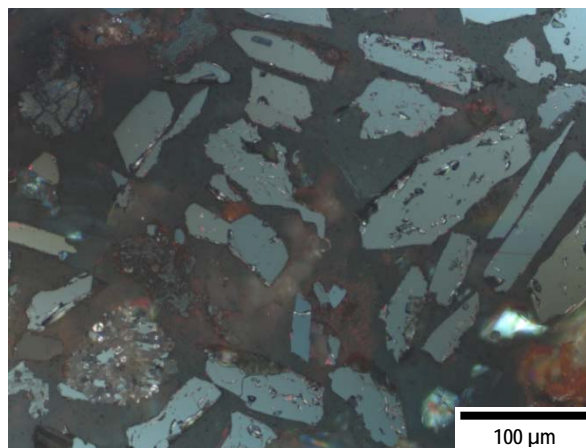


Figura 9. Imagem CPOL de um campo da seção polida do concentrado magnético de alta intensidade (fração retida em 0,075 mm) observado com a lente objetiva de 20X.

3.6 Análise Microestrutural Quantitativa

A Tabela 5 mostra as frações de cada tipo de hematita, determinadas pelo sistema automático de classificação, nas frações retidas em 0,300 mm, 0,150 mm e 0,075 mm. O melhor resultado (69,80% de hematita lamelar) foi obtido para a fração retida em 0,075 mm que, conforme a análise qualitativa mostrou, apresenta predominantemente monocristais lamelares liberados.

Todavia, este resultado pode estar ainda subestimado, devido a problemas na preparação das seções polidas. Na etapa de polimento, houve muitos arrancamentos, o que alterou a forma de muitas partículas. Assim, muita hematita lamelar, que possui contorno linear, talvez tenha sido classificada como lobular justamente devido a irregularidades nos contornos. Além disso, cristais lamelares quando partidos são geralmente ser classificados como granular.⁽⁸⁾

Tabela 5. Taxas percentuais das classes de hematita

Tipos de Hematita	Fração (%)		
	Concentrado magnético		
	Retida em 0,300mm	Retida em 0,150mm	Retida em 0,075mm
Granular	19,53	22,05	2,39
Lamelar	54,91	54,62	69,80
Lobular	21,45	19,66	23,92
Martita	3,24	2,95	2,99
Microcristalina	0,86	0,72	0,90

4 CONCLUSÃO

Uma caracterização tecnológica preliminar qualitativa do minério de ferro especularítico da jazida Borda da Mata foi realizada, empregando-se uma rota de concentração com britador de mandíbulas, britador de rolos e concentração magnética de baixa e alta intensidades. Esta caracterização preliminar confirmou que o minério estudado é especularítico e mostrou que sua concentração é possível, notadamente a partir da fração retida em 0,075 mm.

As variações de composição para os dois produtos revelam que o material com granulometria mais fina apresentou melhor separação, pois as partículas de interesse estavam mais liberadas. As variações em relação aos valores de referência podem ser justificados pelo arraste das partículas de interesse para o produto não magnético e pelo engaiolamento das partículas hematíticas no concentrado magnético, além da liberação incompleta dos minerais. Esse efeito pode ser reduzido com a utilização de novos parâmetros na etapa de concentração, uma vez que ele está associado a erros de manipulação técnica e cominuição adequada.

Contudo, alguns trabalhos adicionais são claramente necessários:

- aprimoramento da rota de processo testada e verificação de outras alternativas;
- quantificação da liberação de hematita através de análise de imagens de MEV ou por sistemas automáticos de mineralogia automatizada; e
- melhoria da qualidade das seções polidas a fim de permitir a análise microestrutural quantitativa das classes de hematita com maior confiabilidade.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio dos técnicos Edivaldo da Conceição Silva e Josimar Firmino de Lima. A.V. Fontes agradece o apoio do CETEM e do PIBIC/CNPq. O.D.M. Gomes agradece ao programa Ciência sem Fronteiras do CNPq.

REFERÊNCIAS

- 1 INDEX MUNDI. U.S. Imports for consumption of selected iron oxide and hydroxide pigments, by type. Disponível em http://www.indexmundi.com/en/commodities/minerals/iron_oxide_pigments/iron_oxide_pigments_t4.html. Acesso em 17/03/2013.
- 2 KELLY MINE. Micaceous Iron Paints. Disponível em <http://myweb.tiscali.co.uk/tonyjewell/kellymine/paint.html>. Acesso em 19/03/2013.

- 3 GIÚDICE, C.A.; BENÍTEZ, J.C. Optimising the corrosion protective abilities of lamellar micaceous iron oxide containing primers. *Anti-Corrosion Methods and Materials*, v. 47, n. 4, p. 226-232, 2000.
- 4 KONIG, U.; POLLMANN, H.; ANGELICA, R.S. O Refinamento de Rietveld como um método para o controle de qualidade de minérios de ferro. *Rem: Revista Escola de Minas*, v. 55, n. 2, 2002.
- 5 CRIDDLE, A.J.; STANLEY, C.J. *Quantitative Data File for Ore Minerals*, 3 ed. London: Chapman & Hall, 1993.
- 6 DANZ, R.; GRETSCHER, P. C-DIC: a new microscopy method for rational study of phase structures in incident light arrangement. *Thin Solid Films*, v. 462-463, p. 257-262, 2004
- 7 HIGGINS, M.D., Imaging birefringent minerals without extinction using circularly polarized light. *Canadian Mineralogist*, v. 48, p. 231-235, 2010.
- 8 FONTES, A.V.; GOMES, O.D.M. Classificação Automática de Tipos de Hematita em Minério de Ferro por Análise de Textura. In: XX JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DO CETEM, 2012, Rio de Janeiro. Anais... Rio de Janeiro: CETEM, 2012.