

# **CETEM**

**Centro de Tecnologia Mineral  
Ministério da Ciência e Tecnologia**

**Coordenação de Processos Minerais – COPM**

## **Caracterização Mineralógica de Minérios**

### **Parte I**

Ney Hamilton Porphírio (in memoriam)  
Marília Inês M. Barbosa  
Luiz Carlos Bertolino

**Rio de Janeiro  
Agosto/2010**

**CCL00240010**

**Comunicação Técnica elaborada para o Livro Tratamento de Minérios, 5ª Edição – Cap. 3(Parte I) – pág. 57–84.  
Editores: Adão B. da Luz, João Alves Sampaio e  
Sílvia Cristina A. França.**

## CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE MINÉRIOS PARTE I

**Ney H. Porphírio (*in memoriam*)**

Lic. História Natural pela UFPE  
Pesquisador do CETEM/MCT

**Marília Inês M. Barbosa**

Geóloga pela UFRJ, Doutora em  
Geologia pela UFRJ  
Professora da UENF

**Luiz Carlos Bertolino**

Geólogo pela UFRJ, Doutor em  
Engenharia Metalúrgica pela PUC-Rio  
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

## CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINÉRIOS PARTE II

**Reiner Nuemann**

Geólogo pela USP, Doutor em Mineralogia  
Experimental e Aplicada pela IGC-USP  
Pesquisador Titular do CETEM/MCT

**Claudio Luiz Schneider**

Engenheiro de Minas pela UFRGS, Doutor em  
Metalurgia, Universidade de Utah-EUA  
Tecnologista Sênior do CETEM/MCT

**Arnaldo Alcover Neto**

Químico pela UNESP, Doutor em  
Geoquímica pela IGC-USP  
Pesquisador Titular do CETEM/MCT



## CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE MINÉRIOS – PARTE I

---

### INTRODUÇÃO

A mineralogia aplicada ao beneficiamento de minério é um ramo da mineralogia tradicional e clássica. O conhecimento das características principais dos minerais contidos em amostras representativas do tipo *run of mine*, é feito sobre fragmentos de rochas, e/ou em amostras e produtos granulares representativos. Esse procedimento auxilia o engenheiro de processo com informações que estejam relacionadas diretamente ao desenvolvimento e otimização das técnicas de beneficiamento mineral para fins metalúrgicos.

Os relatórios de pesquisas geológicas, contendo informações de um depósito mineral relativos à petrologia, litoestratigrafia, geologia estrutural, geologia econômica, mineralogia descritiva, etc., nem sempre são úteis para o desenvolvimento de um determinado processo de beneficiamento.

É necessário que as informações colhidas nos estudos de mineralogia aplicada ao beneficiamento não se limitem apenas à identificação dos constituintes da amostra, mas que apresentem sempre avaliações quantitativas ou semiquantitativas desses constituintes. Estes estudos mineralógicos devem ser definidos e orientados à luz de métodos de separações e concentrações, objetivando melhores recuperações dos minerais valiosos.

Os minérios apresentam, em geral, características e peculiaridades próprias e, devido a isto, frequentemente, processos tecnológicos adequados para um dado minério, nem sempre poderão ser efetivos para um minério similar. Sabendo-se que em um determinado depósito podem ocorrer variações e alterações na:

- (i) composição mineralógica devidas à distribuição aleatória do mineral-minério no depósito;
- (ii) na granulometria do mineral de interesse;
- (iii) na sua relação dos minerais de ganga, e entre outros.

Neste contexto, pressupõem-se estudos mais detalhados e específicos, durante a realização dos primeiros ensaios de beneficiamento deste minério.

É fundamental que o especialista em mineralogia aplicada tenha bons conhecimentos das diferentes etapas de beneficiamento e saiba da importância das características dos minerais que poderão ajudar e/ou entenda o comportamento de um minério numa operação particular de beneficiamento. A partir desses conhecimentos, consegue-se até prever, com uma certa segurança, tanto a recuperação como os problemas e dificuldades que poderão ocorrer no desenvolvimento dos estudos de beneficiamento. Os resultados das investigações mineralógicas qualitativas e quantitativas juntamente com aquelas fornecidas pelas análises químicas devem ser suficientes para orientar o planejamento das sequências e/ou etapas adequadas ao beneficiamento.

Numa fase ainda considerada exploratória da caracterização, podem ser realizados estudos mínero-petrográficos em fragmentos de rochas mineralizadas ou não, bem como em amostras dos testemunhos de sondagens representativos da jazida. Nesta fase dos estudos de caráter petrográfico, uma maior atenção é dada aos aspectos geológicos relativos à gênese de formação da rocha mineralizada, cujos fenômenos de sequência de cristalização dos principais minerais e propriedades dos minerais entre si, muitas vezes apresentam implicações íntimas com os processos de beneficiamento em desenvolvimento. O conhecimento das propriedades físico-químicas dos minerais pode ser indicador do tipo de beneficiamento proposto. Contudo, existem outros fatores associados à fase mineral que devem ser levados em conta, principalmente para as etapas de metalurgia extrativa. Alguns desses fatores são determinantes na velocidade da reação química e estão relacionados ao tipo de estrutura cristalina dos principais minerais como textura, fraturas, inclusões, tamanho médio das partículas, porosidade, orientação das superfícies expostas, natureza das impurezas, entre outras.

Apesar da variedade dos tipos de minérios ou diversificação dos produtos gerados por determinados processos de concentração, alguns itens devem ser observados, pois são fundamentais na caracterização mineralógica aplicada aos processos de beneficiamento. Muitos desses itens podem ser obtidos por intermédio de estudos por microscopia óptica, incluindo:

- (i) a análise mineralógica qualitativa que identifica todos os minerais;
- (ii) a análise mineralógica semiquantitativa por meio de avaliações e cálculos semiquantitativos das proporções percentuais de todos os minerais do minério;
- (iii) a determinação do grau de liberação por meio das avaliação e cálculo das percentagens de liberação do mineral de interesse com relação a sua ganga, bem como estudos do comportamento dos grãos mistos;
- (iv) as medidas de reflectividade dos minerais opacos;
- (v) as fotomicrografias de situações mineralógicas marcantes que podem ser conclusivas de determinados fenômenos relativos a formação dos minerais do minério;
- (vi) as identificações mineralógicas por difratometria de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- (vii) complementação e compatibilização dos estudos mediante os resultados de análises químicas dos elementos principais e os chamados traços.

As principais etapas e as operações envolvidas na caracterização mineralógica de um minério, utilizadas nos processos de beneficiamento, podem ser vistas na Figura 1.

As informações normalmente obtidas na caracterização mineralógica, depois de analisadas e compatibilizadas, podem ser utilizadas nos seguintes itens:

- (i) indicar etapas para o desenvolvimento de fluxograma de beneficiamento e sugerir determinados tipos de ensaios de concentrações, com base nas características mais importantes dos minerais do minério;
- (ii) permitir a compreensão do comportamento dos minerais do minério em face de um determinado processo de beneficiamento e/ou metalúrgico. Alguns desses exemplos adaptados de Henley (1983), podem ser vistos no Quadro 1;
- (iii) determinar a qualidade dos produtos obtidos em diferentes tipos de ensaios, por intermédio das identificações mineralógicas dos concentrados e rejeitos avaliando seu respectivo grau de seletividade;
- (iv) complementar os estudos da jazida, a partir do conhecimento das diferentes tipologias do minério, segundo identificações de diferentes amostras relativas ao avanço da frente de lavra.

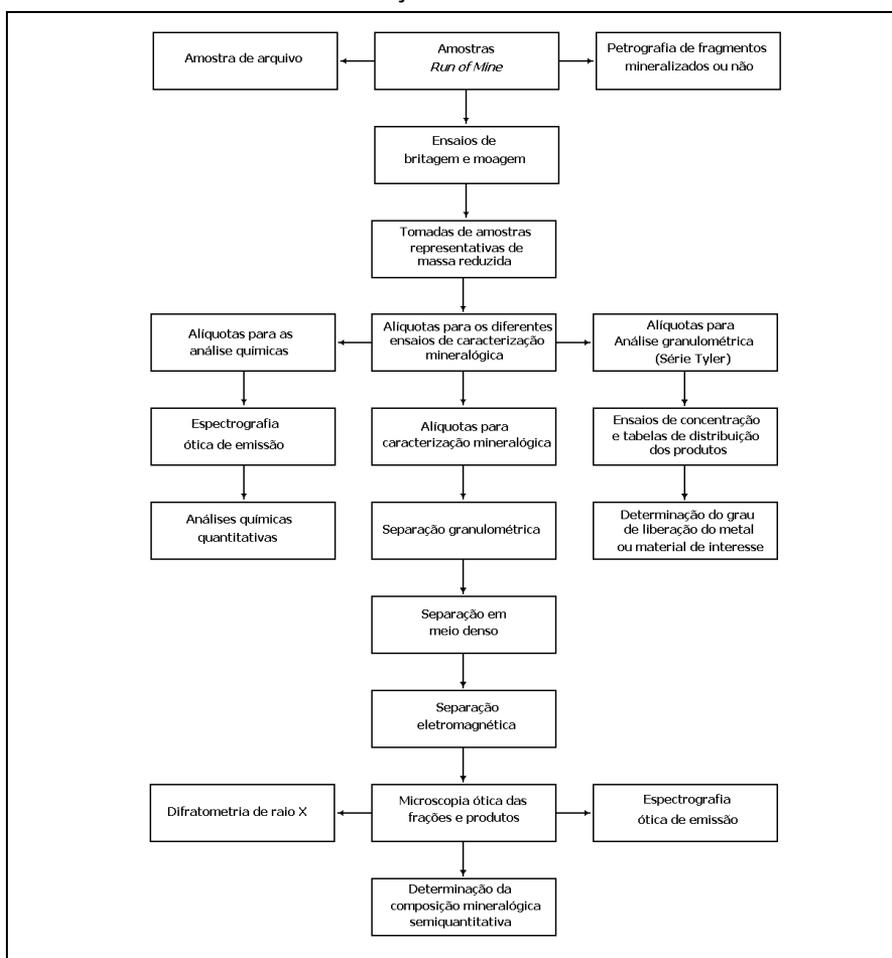


Figura 1 – Principais etapas da caracterização mineralógica de um minério.

Quadro 1 – Relação entre os dados de mineralogia e alguns processos de beneficiamento adaptado de Henley (1983).

Minério de	Mineral Valioso/Ganga	Tipos de Processos Indicados
Fe	magnetita/quartzo hematita/quartzo	Separação magnética de baixa intensidade. Separação magnética de alta intensidade, flotação, jigagem (dependendo da granulometria).
Cu	calcopirita/silicatos malaquita/silicatos malaquita/carbonatos	Flotação. Lixiviação ácida ou flotação com sulfetação prévia. Flotação com sulfetação prévia.
Ni	pentlandita/silicatos goethita/argilomineral	Flotação. Pirometalurgia/hidrometalurgia.
U	uraninita/quartzo uraninita/carbonato	Lixiviação ácida. Lixiviação alcalina.
W	scheelita/quartzo wolframita/quartzo	Flotação e concentração gravítica. Separação magnética de alta intensidade.
Sn	cassiterita/silicatos cassiterita/sulfetos	Concentração gravítica. Concentração gravítica e flotação.
Ti	ilmenita/quartzo  rutilo/quartzo	Separação magnética de alta intensidade, concentração gravítica (dependendo da granulometria).  Separação magnética de alta intensidade.

## ANÁLISE MINERALÓGICA QUALITATIVA

Devido ao tipo da matéria-prima que constitui o minério e quando se pretende caracterizá-lo mineralogicamente, uma maior ênfase deve ser dada aos estudos realizados ao microscópio óptico polarizante. Estes estudos permitem, mesmo em caráter exploratório, uma visualização realística do comportamento desses constituintes em face do beneficiamento, independente se representa mineral valioso ou aqueles formadores da ganga. Esse tipo de análise se baseia essencialmente nas identificações das principais propriedades ópticas dos minerais por meio dos estudos ao microscópio óptico polarizante.

As propriedades que são consideradas fundamentais para identificação, no caso dos minerais transparentes, são aquelas descritas por Kerr (1959); Parfenoff *et al.* (1970); Deer *et al.* (1975) E Klein e Hurlbut (1993): cor, forma, pleocroísmo, extinção, relevo, planos de clivagens e de fraturas, birrefringência, geminações, figuras de interferência, determinação do sinal óptico (minerais uniaxiais ou biaxiais, positivos ou negativos).

Para os minerais opacos, são principalmente observados segundo Uytendogaard e Burke (1985), Edwards (1974) e Picot e Johan (1977): cor, forma, pleocroísmo, isotropismo, anisotropismo e reflectância. O poder refletor ou a reflectividade dos minerais pode ser determinada medindo-se a luz refletida pelos minerais opacos. Como exemplo podemos citar os minerais do grupo dos sulfetos, óxidos, elementos nativos, carvões, etc. Estas medidas são realizadas por um equipamento eletrônico acoplado ao microscópio óptico, constituído basicamente de célula fotoelétrica, amplificador de sinal e aparelho digital que mostra a percentagem de reflectância, do mineral opaco.

O estudo mineralógico de um minério tem início quando a amostra representativa *run-of-mine* chega ao laboratório onde são selecionados fragmentos para confecção de lâminas delgadas e/ou secções polidas para estudos ao microscópio óptico.

A espessura das lâminas delgadas deve atingir cerca de 30  $\mu\text{m}$ , o que permite examinar com segurança todas as propriedades ópticas dos minerais transparentes ao microscópio de luz transmitida. Os minerais opacos, sob formas granulares ou fragmentos de rocha mineralizada, são embutidos em resina sintética e polidos. Tais secções ou briquetes bem polidos (como espelho) permitem a determinação de suas propriedades ópticas ao microscópio de luz refletida.

Na caracterização mineralógica de minério, com fins de beneficiamento, a identificação dos minerais pode ser feita em alíquotas representativas, normalmente moídas em granulometrias abaixo de 1,68 mm. Para tamanhos de grãos entre 1,68 mm e 208  $\mu\text{m}$ , os estudos podem ser feitos em lupa binocular. O material de granulometria entre 208  $\mu\text{m}$  e 37  $\mu\text{m}$  é geralmente examinado ao microscópio óptico polarizante. A fração inferior a 37  $\mu\text{m}$  pode ser examinada ao microscópio óptico com cuidados especiais, complementando-se com estudo de difratometria de raios X e análises químicas.

### **Métodos Usuais de Identificação Mineral**

Estudos das propriedades ópticas: lupa binocular, microscópio de luz transmitida, microscópio de luz refletida.

Difratometria de raios X (DRX).

Microssonda eletrônica.

Microscópio eletrônico de varredura (MEV) equipado com sistema de análise por energia dispersiva de raios X (EDS).

Analizador de imagem.

Outras técnicas: análises espectroscópicas de infravermelho, análises com luz ultravioleta, espectroscopia Mössbauer, análises termodiferencial e termogravimétrica, radiografia e ataques químicos rápidos.

## **Métodos para Determinação dos Compostos Cristalinos e da Composição Química dos Minerais**

Microssonda eletrônica.

Microscópio eletrônico de varredura (MEV) equipado com sistema de análise por energia dispersiva de raios X (EDS).

Difratometria de raios X (DRX).

Analizador de imagem.

Análises químicas quantitativas por: via úmida (gravimetria, titulometria ou volumetria e colorimetria), espectrografia óptica de emissão (EOE), espectrometria de absorção atômica (EAA), fluorescência de raios X (FRX), espectrometria de plasma (EP).

## **ANÁLISE MINERALÓGICA SEMIQUANTITATIVA**

---

### **Amostragem**

Uma caracterização mineralógica de minério, realizada com intuito de obter dados que serão úteis ao desenvolvimento de diferentes processos de beneficiamento, não pode deixar de apresentar uma quantificação de seus constituintes, representados pelo mineral valioso e pelos minerais pertencentes à ganga.

Uma grande dificuldade nessa análise é a manutenção da representatividade, levando-se em conta que a quantidade da massa do material analisado é infinitamente pequena com relação àquela encontrada na jazida. Outro fator preponderante nessa quantificação consiste na tentativa de diminuir os erros operacionais normalmente existentes nessas análises.

São conhecidos alguns métodos que permitem realizar esta análise semiquantitativa através de observações ao microscópio óptico e lupa binocular. Com auxílio de um analisador de imagem acoplado ao MEV, esses valores podem ser obtidos com grande precisão e confiabilidade.

A alíquota do minério utilizado numa análise semiquantitativa deve ser cuidadosamente manipulada no intuito de prevalecer sua representatividade em todas as etapas de avaliação. Este cuidado tem início a partir da amostragem na jazida e deve ser mantido inclusive nos ensaios em escala de laboratório. Uma tomada de alíquota cuidadosa envolve critérios de homogeneidade, conhecimento prévio da quantidade empírica do mineral valioso e/ou o teor de metal de interesse. Deve ser também observado uma possível indicação da granulometria de liberação do mineral valioso, em relação à ganga.

## Ensaio de Concentração

Uma amostra representativa, de granulometria inferior a 1,68 mm, dependendo do tipo de minério, e para facilitar sua concentração, deverá ser separada em determinadas faixas granulométricas segundo uma série de peneiras conhecidas (série Tyler). Os intervalos mais usuais para esse tipo de análise são os seguintes:

frações - 1,68 mm a 590  $\mu\text{m}$ ;

frações - 590 a 210  $\mu\text{m}$ ;

frações - 210 a 37  $\mu\text{m}$ ;

frações - menor que 37  $\mu\text{m}$ .

Pretendendo-se uma melhor seletividade nos produtos e conseqüentemente otimizar os cálculos, as mesmas faixas granulométricas poderão ser concentradas através de separações em meio denso. Existem diferentes tipos de líquidos densos utilizados nesta operação de concentração e alguns estão listados no Quadro 2. Mais comumente, utiliza-se o bromofórmio com densidade igual a 2,89 e/ou o iodeto de metileno, com densidade igual a 3,33 g/cm<sup>3</sup>. Dependendo da necessidade, os produtos afundados podem ser concentrados mais uma vez, por processos eletromagnéticos, a partir de ensaios no separador isodinâmico Frantz, conforme Müller (1971) e Mc Andrew (1957).

Quadro 2 – Líquidos densos usados em separações gravíticas de minerais.

Líquido Denso	Fórmula Química	Densidade 20°C	Solvente
Tetracloro de Carbono	CCl <sub>4</sub>	1,590	Benzeno
Percloroetileno		1,620	Shell Nafta
Solução de Cloreto de Zinco	ZnCl <sub>2</sub>	1,800	Água
Solução de Cloreto de Sódio	NaCl	2,1-2,2	Água
Brometo de Metileno	CH <sub>2</sub> Br <sub>2</sub>	2,590	Álcool éter etílicos
Bromofórmio	CHBr <sub>3</sub>	2,890	Tetracloro de carbono, álcool etílico, fercloroetileno, Shell nafta, acetona e éter etílico
Tetrabrometano	CHBr <sub>2</sub> CHBr <sub>2</sub>	2,967	Tetracloro de carbono, benzeno, éter etílico e acetona
Solução de Thoulet*		3,190	Água, álcool etílico
Iodeto de Metileno	CH <sub>2</sub> I <sub>2</sub>	3,325	Metanol, benzol, éter etílico e tetracloro de carbono
Solução de Clerici**	CH <sub>2</sub> (COOTe) <sub>2</sub> HCOOTI	4,30	

\* Solução de Thoulet: é uma solução de mercúrio e potássio.

\*\* Solução de Clerici: mistura de malonato de tálio com formiato de tálio.

Todos os produtos obtidos nos diferentes ensaios de separação, representados pelos minerais leves, pesados, magnéticos e não magnéticos, e que ocorrem nas variadas frações granulométricas, deverão ser identificados ao microscópio óptico polarizante e lupa binocular. Após essas identificações, serão avaliadas suas respectivas quantidades percentuais nesses produtos e, conseqüentemente, no minério.

Os principais métodos de semiquantificação dos minerais utilizados nas análises ao microscópio óptico, são os seguintes:

- (i) contagem de pontos no grão mineral;
- (ii) contagem dos grãos individualizados;
- (iii) contagem no campo visual do microscópio dos diferentes aglomerados de grãos de minerais do minério.

As porcentagens finais de uma análise mineralógica semiquantitativa, feita por contagens ao microscópio, são valores resultantes de uma quantificação volumétrica de cada mineral presente. Os resultados em porcentagens pesos são decorrentes do valor volumétrico multiplicado pela densidade teórica de cada mineral. As porcentagens em peso obtidas compatibilizadas para os valores percentuais máximos da fração permitem o cálculo final da composição mineralógica semiquantitativa do minério.

### Composição Mineralógica Semiquantitativa

Para exemplificar a obtenção de uma composição mineralógica semiquantitativa, por microscopia óptica, quando não se tem outros recursos, são apresentados os cálculos feitos para o minério de barita proveniente de Itaguaí-RJ, com os valores percentuais dos minerais do minério (Tabelas 1 a 4). Na Tabela 5 encontram-se os resultados finais para a composição mineralógica semiquantitativa do minério.

Tabela 1 – Análise granulométrica e distribuição dos produtos da separação em meio denso ( $d = 2,89 \text{ g/cm}^3$ ) da amostra representativa do minério de barita de Itaguaí-RJ.

Faixa ( $\mu\text{m}$ )	Peso		Flutuado		Afundado	
	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)
- 1.651 + 295	195,39	59,0	92,04	27,8	103,25	31,2
- 295 + 104	57,39	17,4	26,57	8,0	31,02	9,4
- 104 + 37	35,96	10,9	19,91	6,0	16,05	4,9
-37	41,91	12,7	-	-	-	-
Total	330,65	100,0	138,52	41,8	150,42	45,5

Tabela 2 – Análise mineralógica dos produtos obtidos.

Fração - 1651 + 295 µm	Volume (%)	Densidade	Flutuado		
			Peso		
			(g)	(%)	(%) no minério
Rochas Encaixantes*	50	2,63	131,5	48,5	13,5
Quartzo	44	2,65	116,6	43,0	12,0
Silexito**	3	3,91	11,73	4,3	1,2
Mat. Ferruginoso	2	3,8	7,6	2,8	0,8
Outros (Barita e Mica)	1	3,68	3,68	1,4	0,4
<b>Total</b>	<b>100</b>		<b>271,11</b>	<b>100</b>	<b>27,9</b>
Fração - 1651 + 295 µm			Afundado		
Barita	79	4,45	351,55	81,5	25,5
Silexito	10	3,91	39,1	9,1	2,8
Mat. Ferruginoso	10	3,8	38,0	8,8	2,7
Outros(quartzo e mica)	1	2,78	2,78	0,6	0,2
<b>Total</b>	<b>100</b>		<b>431,43</b>	<b>100</b>	<b>31,2</b>
Fração -295 + 104 µm			Flutuado		
	Volume (%)	Densidade	Peso		
			(g)	(%)	(%) no minério
Encaixante	50	2,63	131,5	48,5	3,9
Quartzo	44	2,65	116,6	43,0	3,5
Silexito	3	3,91	11,73	4,3	0,3
Mat. Ferruginoso	2	3,8	7,6	2,8	0,2
Outros	1	3,68	3,68	1,4	0,1
<b>Total</b>	<b>100</b>		<b>271,11</b>	<b>100</b>	<b>8,0</b>
Fração -295 + 104 µm			Afundado		
Barita	80	4,45	356,0	82,2	7,7
Silexito	10	3,91	39,1	9,0	0,9
Mat. Ferruginoso	10	3,8	38	8,8	0,8
<b>Total</b>	<b>100</b>		<b>433,1</b>	<b>100,0</b>	<b>9,4</b>
Fração - 104 + 37 µm			Flutuado		
	Volume (%)	Densidade	Peso		
			(g)	(%)	(%) no minério
Encaixante	49	2,63	128,87	47,3	2,8
Quartzo	45	2,65	119,25	43,8	2,6
Barita	3	4,45	13,35	4,9	0,3
Silexito	2	3,8	7,6	2,8	0,2
Outros (mat. ferruginoso. e mica)	1	3,35	3,35	1,2	0,1
<b>Total</b>	<b>100</b>		<b>272,42</b>	<b>100</b>	<b>6,0</b>
Fração - 104 + 37 µm			Afundado		
Barita	90	4,45	400,5	91,6	4,5
Silexito	8	3,91	31,28	7,2	0,3
Outros (Quartzo)	2	2,65	5,3	1,2	0,1
<b>Total</b>	<b>100</b>		<b>437,08</b>	<b>100</b>	<b>4,9</b>
Fração - 37 µm					
Barita	45	4,45	200	51,8	6,6
Mat. Ferruginoso	35	3,8	133	34,5	4,4
Quartzo	20	2,65	53	13,7	1,7
<b>Total</b>	<b>100</b>		<b>386</b>	<b>100</b>	<b>12,7</b>

d = densidades utilizadas nesses cálculos: fração argila = 2,62; mica (biotita) = 2,9; magnetita = 5,17; limonita = 3,8; quartzo = 2,65; barita = 4,45

\* rocha encaixante: quartzo + argila

\*\* silexito: quartzo + óxido de ferro

Obs.: A fração - 37 µm não foi submetida à separação em meio denso: sua composição mineralógica aproximada foi feita diretamente no microscópio com ajuda dos resultados de análise química.

Tabela 3 – Cálculos de distribuição percentual dos minerais em diferentes frações, a partir dos dados obtidos na Tabela 2.

<b>Fração – 11.651 + 295 µm</b>		
<b>Minerais</b>	<b>Peso (%)</b>	<b>Peso (%) no Minério</b>
Barita	43,0	25,5
Encaixante	23,0	13,4
Quartzo	20,0	12,0
Silexito	7,0	4,0
Mat. Ferruginoso	6,0	3,5
Outros (mica)	1,0	0,6
<b>Total</b>	<b>100,0</b>	<b>59,0</b>
<b>Fração - 295 + 104 µm</b>		
Barita	44,5	7,7
Encaixante	22,5	3,9
Quartzo	20,0	3,5
Silexito	7,0	1,2
Mat. Ferruginoso	6,5	1,0
Outros	0,5	0,1
<b>Total</b>	<b>100,0</b>	<b>17,4</b>
<b>Fração – 104 + 37 µm</b>		
<b>Minerais</b>	<b>Peso (%)</b>	<b>Peso (%) no Minério</b>
Barita	44,5	4,8
Encaixante	26,0	2,8
Quartzo	24,5	2,6
Silexito	4,5	0,5
Outros	0,5	0,2
<b>Total</b>	<b>100,0</b>	<b>10,9</b>
<b>Fração – 37 µm</b>		
<b>Minerais</b>	<b>Peso (%)</b>	<b>Peso (%) no Minério</b>
Barita	51,8	6,6
Encaixante	34,5	4,4
Quartzo	13,7	1,7
<b>Total</b>	<b>100,0</b>	<b>12,7</b>

Tabela 4 – Composição mineralógica semiquantitativa do minério de barita de Itaguaí-RJ, com base nos resultados da Tabela 3.

<b>Constituintes</b>	<b>Peso (%)</b>	<b>Constituintes</b>	<b>Peso (%)</b>
Barita	44,6	Silexito	5,7
Encaixante*	20,1	Mat. Ferruginoso	8,9
Quartzo	19,8	Outros**	0,9
*Encaixante: Quartzo, caulinita e anatásio			
**Outros: biotita, muscovita, óxido de ferro hidratado			

## DETERMINAÇÃO DO GRAU OU ESPECTRO DE LIBERAÇÃO

---

Os grãos minerais devem estar inteiramente individualizados para responderem com eficiência aos processos de beneficiamento propostos.

A liberação de um minério pode ser definida como a porcentagem de um determinado mineral valioso que se apresenta numa faixa granulométrica sob a forma de partículas livres, representadas por grãos monominerálicos conforme Malvik (1982). Há casos em que a liberação já existe naturalmente, por exemplo, nos materiais aluvionares de minerais leves e pesados. A grande maioria dos minérios, no entanto, ocorrem sob a forma de associações de minerais consolidadas, sendo indispensáveis etapas de britagem e moagem do material, para liberação total do mineral valioso. Os parâmetros que influenciam na liberação dos minerais são: dimensões, formas e intercrescimentos dos grãos; coesões interna e entre os grãos; tipos de associações minerais; proporção dos minerais presentes.

A liberação de um mineral valioso de sua ganga está, portanto, diretamente relacionada à textura original da rocha mineralizada conforme King (1982). A porcentagem de liberação de um mineral no minério pode ser obtida em diferentes índices de precisão e exatidão, utilizando-se produtos resultantes de ensaios físicos com líquidos densos, dosagens químicas do elemento principal, ou de estudos sistemáticos em lupa binocular e/ou microscópio óptico segundo Henley (1983).

### **Liberação por Meio Denso**

Nos ensaios físicos, o gradiente de densidade obtido a partir de diferentes líquidos pesados é um dos métodos mais rápidos para estabelecer a liberação dos minerais granulares de um minério ou de produtos específicos (Müller, 1971). O material classificado em diversas faixas granulométricas, quando efetivamente liberado, assume na coluna de gradiente o lugar correspondente a sua densidade. São utilizados líquidos imiscíveis de diferentes densidades e, como consequência, tem-se a formação de faixas horizontais bem definidas. A liberação das espécies mineralógicas segundo simples observação visual é facilmente detectada. Uma das limitações deste método é a impossibilidade de preparar-se gradientes com densidades superiores a 4,3 (solução de Clerici). Na Figura 2. são representados quatro tubos de ensaios utilizados na separação densitária, visando observar a liberação do mineral-minério nas diferentes granulometrias. Os tubos são preenchidos por líquidos com densidades variadas ( $d = 2,6 - 3,3$ ), e, dependendo da granulometria de liberação e da densidade do mineral de interesse, ele irá ocupar a faixa do gradiente correspondente a sua densidade. Na Figura 2 os tubos de ensaios utilizados no estudo de liberação de um material contendo quartzo, dolomita, fluorita e sulfetos.

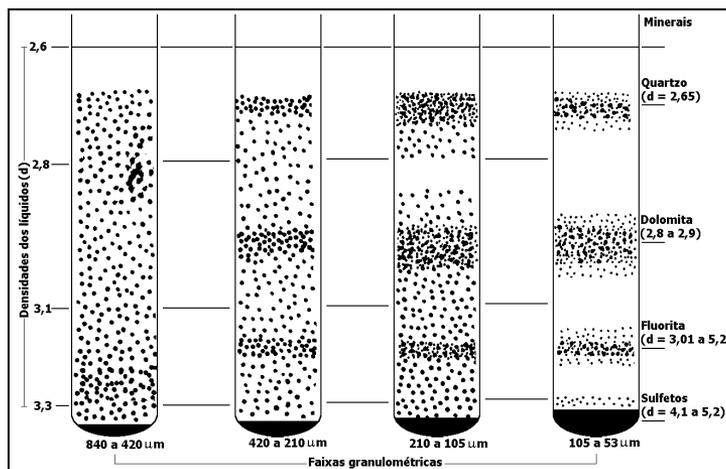


Figura 2 – Ilustração do efeito do aumento de liberação mineral com o decréscimo da granulometria.

### Liberação por Análise Química

Alternativamente, a porcentagem de liberação do mineral valioso pode ser determinada pela dosagem do teor do principal elemento químico do mineral ou do elemento existente exclusivamente no mineral valioso, nos produtos de concentração obtidos numa separação sequencial em líquidos densos.

A Tabela 5 exemplifica o estudo da liberação de um minério sulfetado de cobre de Curaçá (BA), a partir dos resultados das análises químicas de cobre nos diversos produtos. A composição mineralógica desse minério, conforme Veiga e Porphírio (1986), é constituída por ganga silicatada (88% em peso), óxidos de ferro (10% em peso) e sulfetos (2% em peso), dos tipos bornita, calcocita, calcopirita, covellita e pirita. A distribuição do cobre nos produtos de meio denso das diferentes frações granulométricas foi calculada a partir do teor desse elemento fornecido pelas análises químicas. Há uma forte correlação positiva entre o teor de cobre, a variação da granulometria do minério, os produtos afundados e conseqüentemente com a porcentagem de liberação dos minerais de cobre. Na fração  $-295 + 208 \mu\text{m}$ , tem-se aproximadamente 80% de cobre no produto de densidade maior que 3,3; permanecendo 20% de cobre nos produtos de menor densidade por não estarem totalmente liberados. Os dados indicam uma liberação considerável para os produtos abaixo de  $147 \mu\text{m}$ . Embora deva-se limitar a cominuição ao estritamente necessário, observações microscópicas, recomendaram nesse estudo de liberação uma moagem abaixo de  $104 \mu\text{m}$ , elevando a recuperação de cobre na amostra.

Tabela 5 – Distribuição do cobre nos produtos densimétricos das diversas faixas granulométricas do minério de cobre de Curaçá-BA (Veiga e Porphírio, 1986).

Faixa Granulométrica (µm)	Produtos Densimétricos (%)	Peso (%)	Teor de Cobre (%)	Distribuição de Cobre (%)
- 803 + 589	< 2,89	11,8	0,10	2,4
	2,89 - 3,33	39,3	0,50	40,8
	> 3,33	48,9	0,56	56,8
	Total	100,0	0,48	100,0
- 589 + 417	< 2,89	8,7	0,09	1,4
	2,89 - 3,33	32,7	0,57	34,2
	> 3,33	58,6	0,60	64,4
	Total	100,0	0,55	100,0
- 417 + 295	< 2,89	8,9	0,08	1,4
	2,89 - 3,33	22,8	0,52	22,4
	> 3,33	68,3	0,59	76,2
	Total	100,0	0,53	100,0
- 295 + 208	< 2,89	11,4	0,10	2,1
	2,89 - 3,33	17,7	0,56	18,5
	> 3,33	70,9	0,60	79,4
	Total	100,0	0,54	100,0
- 208 + 147	< 2,89	10,3	0,09	1,5
	2,89 - 3,33	21,3	0,54	19,1
	> 3,33	68,4	0,70	79,4
	Total	100,0	0,60	100,0
- 147 + 104	< 2,89	8,6	0,06	0,6
	2,89 - 3,33	9,4	0,45	5,6
	> 3,33	82,0	0,87	94,8
	Total	100,0	0,76	100,0
- 104 + 74	< 2,89	1,8	0,10	0,2
	2,89 - 3,33	5,6	0,36	2,5
	> 3,33	92,6	0,85	97,3
	Total	100,0	0,81	100,0
Observações:				
Líquidos			Densidade (a 20°C)	
Bromofórmio			2,89	
Iodeto de Metileno			3,33	

### Liberação ao Microscópio Óptico - Método de Gaudin

A estimativa visual da liberação de um minério em lupa binocular e microscópio óptico é um dos métodos mais simples da medição dessa grandeza. Quando se utiliza apenas esse método, devido a sua baixa exatidão, sua aplicação restringe-se a indicações de diretrizes nos ensaios de beneficiamento conforme Henley (1983).

Nos ensaios realizados em laboratório, a determinação da liberação de um minério é feita em material granular. Conforme o tamanho dos grãos, as avaliações são feitas em lupa binocular ou então utilizadas secções polidas dos minerais opacos e/ou lâminas delgadas dos minerais transparentes, para estudos ao microscópio óptico polarizante. O método desenvolvido por Gaudin (1975), consiste no exame minucioso dos produtos em faixas granulométricas estreitas. Dependendo da quantidade do mineral valioso presente, se necessário, os produtos são concentrados por separações densitárias e/ou eletromagnéticas. Devem ser contados, em média, 200 grãos minerais, anotando-se os índices de liberação das partículas livres e das partículas mistas. O índice de liberação é um valor estimado que se dá aos grãos que contêm somente o mineral-minério e grãos que contêm partes do mineral-minério e ganga.

Utiliza-se a seguinte fórmula matemática para os cálculos percentuais da liberação:

$$\text{Grau de liberação} = \frac{\text{índice de liberação das partículas livres}}{\text{índice de liberação das partículas livres + mistas}} \times 100$$

Atribui-se um índice de liberação 10 para as partículas do mineral-minério que se encontram totalmente livres de ganga. Os índices das partículas mistas contendo o mineral-minério e ganga são comparativos para cada grão misto em diferentes produtos ou em diferentes frações independentemente (Figuras 3 e 4).

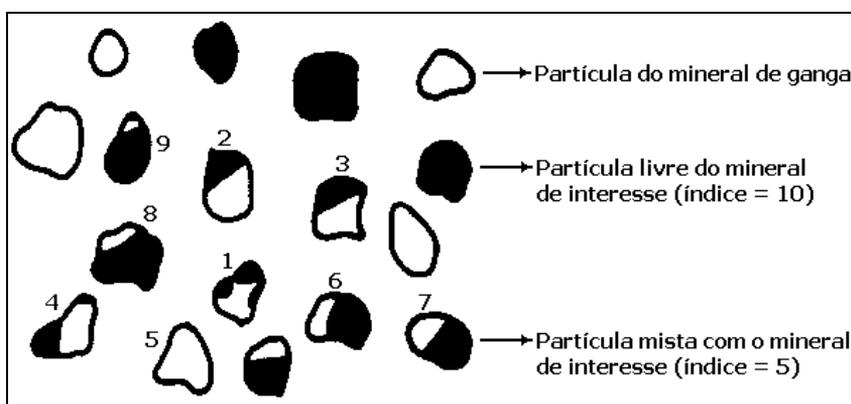


Figura 3 – Partículas livres e mistas usadas no cálculo de liberação (Gaudin, 1975).

Um exemplo da determinação do grau de liberação, valendo-se da microscopia óptica, encontra-se na Tabela 6. Trata-se de uma amostra de um veio quartzoso sulfetado, contendo ouro e prata, de uma mineração do Estado do Paraná. Segundo Porphírio e Barbosa (1990), o minério é constituído por quartzo (90% em peso), material grafitoso (5% em peso) e sulfetos (4% em peso). Entre os sulfetos predomina a pirita (2,5% em peso), seguidos por galena, esfalerita, calcopirita e covellita. As análises químicas por fusão (*fire assay*), revelaram para a amostra original um teor médio de 4,5 mg/kg de ouro e 5,5 mg/kg de prata. Ficou evidenciado que, partindo-se de 1,68 mm, cerca de 80% dos sulfetos contendo ouro e prata estão liberados. A liberação total dos grãos sulfetados ficou abaixo de 104 µm.

Tabela 6 – Porcentagem de liberação dos sulfetos contendo ouro e prata de um veio quartzoso, de um minério do Estado do Paraná.

Faixas Granulométricas (µm)	Peso (%)	Liberação dos sulfetos (%)
- 1.651 + 1.168	13,4	82
- 1.168 + 833	20,1	85
- 833 + 589	13,9	92
- 589 + 417	16,0	96
- 417 + 295	7,5	97
- 295 + 208	6,3	98
- 208 + 104	11,1	99
- 104 + 53	5,0	100
- 53 + 37	2,2	100
- 37	4,5	100
Total	100,0	100

As técnicas de contagem dos minerais utilizadas na determinação da liberação são:

- (i) contagem por pontos para os minerais que ocorrem acima de 3% na amostra;
- (ii) contagem por área para minerais que ocorrem abaixo de 3% na amostra.

O método de Gaudin é essencialmente uma técnica de contagem de área, embora as composições de partículas sejam mais estimadas do que medidas. Além de trabalhoso, os resultados deste método estão sujeitos a imprecisões, pois nem todas as partículas da mesma fração têm as mesmas dimensões e os critérios de avaliação dos índices de liberação das partículas mistas são subjetivos e dependem da experiência do analista. A prática tem mostrado que a contagem deve ser realizada mais de uma vez e por analistas diferentes. Desta forma, o desvio padrão relativo à reprodutibilidade é da ordem de 1,5 para um intervalo de confiança de 95% (King, 1982).

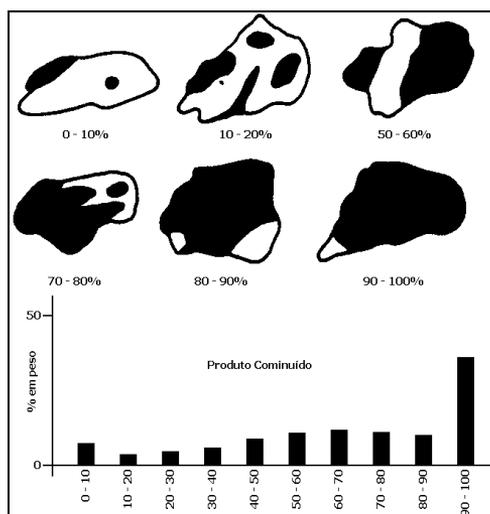


Figura 4 – Classificação das partículas mistas de acordo com a porcentagem do mineral de interesse segundo Petruk (1982, 1988).

## ESTUDOS COMPLEMENTARES

A composição química das fases constituintes de um minério é essencial à mineralogia aplicada (Petruk, 1988 e 1990). Segundo Veiga e Porphório (1986), a composição química, aliada ao conjunto de dados sobre a identidade, proporção e liberação mineral, é utilizada frequentemente no cálculo da distribuição dos elementos valiosos do minério. Há casos em que a presença indesejável de elementos traços no mineral de interesse prejudica a resposta de um determinado processo de beneficiamento. Em outros casos a presença desses elementos, implica em penalidades metalúrgicas quando ocorrem no concentrado (Henley, 1983). Saber, então, quais os elementos a serem analisados em uma caracterização mineralógica, dependerá da complexidade mineral e química do material examinado e dos propósitos de sua utilização futura.

A identificação de um mineral específico e de sua respectiva composição química pode ser determinada também através de outras técnicas instrumentais, tais como: difratometria de raios X (DRX), microscópio eletrônico de varredura (MEV) equipado com unidade de análises por energia dispersiva (EDS) e microsonda eletrônica (ME).

A composição química total de um minério é, na maioria das vezes, indispensável no cálculo da estequiometria dos principais minerais do minério. Além dos métodos clássicos como gravimetria, volumetria e colorimetria, as técnicas analíticas instrumentais mais difundidas são: espectrografia óptica de emissão (EOE), fluorescência de raios X (FRX), espectrofotometria de absorção atômica (EAA) e espectrometria de plasma (EP).

Outras técnicas analíticas usadas na caracterização mineralógica que auxiliam na identificação mineral, e que não requerem uma instrumentação sofisticada, são: luz ultravioleta, radiografia e ataques químicos rápidos.

## **Análises Instrumentais**

### *Difratometria de Raios X*

Os raios X<sub>3</sub> são radiações eletromagnéticas com comprimentos de onda que se estendem de 10<sup>3</sup> a 10<sup>5</sup> Å, podendo ser polarizados, refletidos e difratados. O feixe difratado sem mudança do comprimento de onda, resultante da dispersão dos raios X pelos elétrons dos átomos do cristal, só é reproduzido se for satisfeita a equação de Bragg ( $n\lambda = 2d\sin\theta$ ). Onde  $\lambda$  é o comprimento de onda dos raios atômicos no retículo difratados,  $d$  é a distância dos átomos ou da rede de planos cristalino (distância interplanar),  $n$  é um número inteiro correspondente à ordem de difração e  $\theta$  é o ângulo oblíquo ou ângulo de Bragg que é o complemento do ângulo de incidência ( $i$ ) da óptica geométrica. Deste modo, cada substância tem um padrão de difração único e próprio (Klug e Alexander, 1966 e Cullity, 1978).

Os feixes de raios X são produzidos pelo bombardeio do anodo por elétrons do catodo, acelerados por alta voltagem. O feixe monocromático de raios X incidente na amostra é difratado em cada plano cristalino, provocando uma interferência construtiva, detectada pelo contador de radiação e traduzida em termos de sinal eletrônico para um registrador gráfico (Zussman, 1977). O material analisado pode ser um simples cristal (Figura 5) ou uma substância mono ou policristalina sob a forma de pó. O método do pó é o mais utilizado, onde a câmara de Debye-Scherrer foi substituída progressivamente pelo difratômetro. A técnica de difração de raios X requer pequena quantidade de amostra (< 1g), além de ser um procedimento de baixos custos operacionais e rápido quando totalmente automatizado.

A difração de raios X é empregada não só para a identificação de 95% das substâncias inorgânicas, da mesma forma para os estudos das estruturas cristalinas. Como exemplo, podemos citar a indicação dos planos cristalinos e determinação dos parâmetros da cela unitária. A indicação é o conhecimento ou a localização das posições das faces dos cristais ou dos planos cristalinos das diversas reflexões, mediante os índices (h, k, l) relacionadas aos eixos cristalinos escolhidos: x, y e z (índices de Miller). Valores quantitativos das fases presentes em certos materiais podem ser obtidos segundo os métodos apropriados. A difração de raios X é também a técnica que mais se aplica à investigação dos argilominerais, devido à baixa granulometria natural (< 2  $\mu$ m) destas espécies minerais. É ainda utilizada na determinação da composição de soluções sólidas ou séries isomórficas dos grupos das olivinas, piroxênios e plagioclásios.

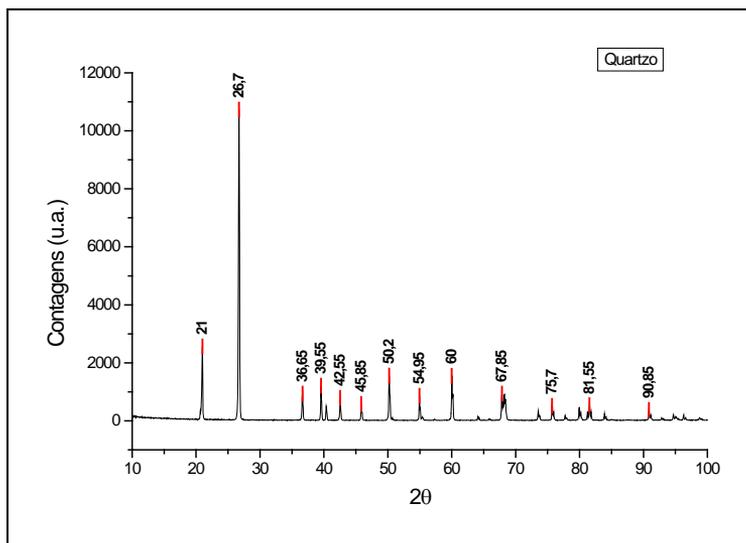


Figura 5 – Difratograma de raios X do quartzo.

### *Microscópio Eletrônico*

Na microscopia eletrônica, um feixe de elétrons, sob alto vácuo, é acelerado por alta voltagem, incidindo na amostra. Existem basicamente dois princípios de microscopia eletrônica: a de transmissão e a de varredura.

Na microscopia de transmissão, o feixe de elétrons atravessa a amostra e a imagem é projetada numa tela fluorescente, atingindo resolução de até 3 Å. Esta técnica permite a análise de defeitos e fases internas dos materiais.

Na microscopia de varredura, o feixe de elétrons incide na amostra e os elétrons retroespalhados na superfície do material são captados, atingindo resoluções de 100 Å. Caso os materiais não sejam eletricamente condutores, a amostra tem que ser metalizada com um filme fino de Al, Au, C ou outro metal. O feixe eletrônico, além de gerar uma imagem de alta magnificação, produz raios X fluorescentes, emitidos pelos elementos químicos constituintes da amostra. Deste modo, pode-se realizar a microanálise, isto é, determinar qualitativa e semiquantitativa a distribuição desses elementos na amostra, segundo método de energia dispersiva (EDS) através de detectores de estado sólido.

O microscópio eletrônico de varredura equipado com unidade de microanálise permite, entre suas muitas aplicações, observar com detalhes as associações minerais, suas alterações, inclusões, zoneamentos e caracterizar os elementos químicos formadores do mineral, além de ressaltar a presença de elementos estranhos à rede cristalina. Eventualmente, uma composição mineralógica pode ser realizada (Veiga e Porphírio, 1986).

A microscopia eletrônica de varredura é normalmente muito utilizada na caracterização tecnológica de minérios. Esta vasta aplicação é devida à simplicidade na preparação da amostra, à possibilidade de se observar apenas aspectos superficiais dos grãos (Figura 6) e curto tempo de análise, pois numa única operação se obtém um espectro completo dos elementos.

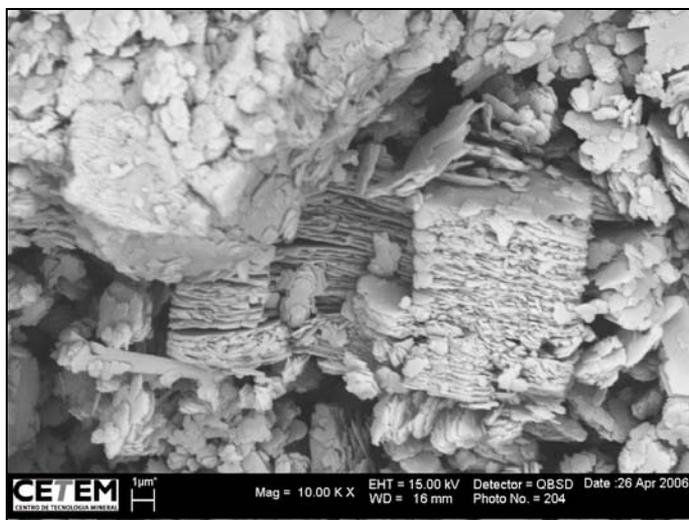


Figura 6 – Imagem da caulinita.

### *Microsonda Eletrônica*

A microsonda eletrônica proporciona o uso de uma técnica de análise não-destrutiva *in situ*, e revolucionou a química dos materiais nas últimas décadas. O equipamento combina os princípios do microscópio eletrônico, microscopia óptica e da fluorescência de raios X, permitindo a determinação da composição química de um material numa selecionada região com aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  de diâmetro.

A microsonda eletrônica é constituída por um sistema elétron-óptico (formação do feixe eletrônico), sistema óptico (visualização da amostra) e sistema óptico de raios X (conjunto de detecção e análise dos elementos). Compõem ainda o equipamento, os sistemas de vácuo, leitura e registro. A análise do material requer seções polidas ou lâminas delgadas polidas, tornando-se indispensável à metalização com Al, C, Au, entre outros metais. Os raios X característicos dos elementos gerados na amostra podem ser analisados pelo método de dispersão de energia (EDS) ou dispersão de comprimento de onda (WDS). Esse último método emprega espectrômetros de cristais curvos e contadores posicionados de modo a obdeserem a relação proposta pela lei de Bragg. Nas microsondas mais modernas é possível analisar comprimentos de onda compreendidos entre 1 e 100  $\text{Å}$ , para elementos com número atômico acima do boro ( $Z > 5$ ).

A microsonda eletrônica é um instrumento eficaz para identificação e caracterização química dos minerais, fornecendo uma estreita correlação entre a composição e a morfologia. É uma técnica que permite a determinação de fases coexistentes, lamelas de resolução, inclusões, alterações e zoneamentos. Tem sido utilizada com êxito em análises modais e mesmo em análises químicas de rochas.

### **Análises Químicas**

#### *Métodos clássicos*

O interesse pela determinação dos elementos em concentrações cada vez mais baixas levou ao aperfeiçoamento das técnicas instrumentais, sem, contudo abandonar os métodos clássicos. Estão incluídos nos métodos clássicos a gravimetria, volumetria e a colorimetria.

Na gravimetria, isola-se o elemento a ser analisado, pesando-o na forma pura ou como composto. São necessários procedimentos de separação, por exemplo: precipitação, eletrólise ou extração.

Na volumetria ou titulometria, determina-se o volume necessário de um reagente de concentração conhecida que reage quantitativamente com a solução analisada. O ponto de equivalência deve ser marcado por uma propriedade detectável e facilmente reconhecida visualmente (geralmente a cor) ou por instrumentos (pH, eletrólise ou condutância).

A colorimetria ou espectrofotometria de ultravioleta (UV), consiste em converter o elemento a ser quantificado em solução colorida, cuja intensidade da cor será proporcional à concentração, que sofrerá absorção diferencial da luz para um comprimento de onda específico, Sandell e Onishi (1978). É geralmente usada para determinação dos elementos traços (0,1%). A técnica tem a vantagem de requerer um equipamento simples, fornecendo resultados de alta precisão e exatidão.

#### *Espectrometria de Fluorescência de Raios X*

A fluorescência de raios X, nos últimos anos, tornou-se uma técnica universal de análise de materiais. Na fluorescência de raios X, o processo de excitação da amostra deve-se à irradiação por um feixe primário de raios X, que resulta na produção de uma radiação secundária devido à característica dos elementos químicos presentes. Conhecendo-se os ângulos de reflexão e as intensidades da radiação, é possível, não só identificar esses elementos, como também proceder à quantificação (Dutra, e Gomes, 1984).

As análises qualitativas são em geral fáceis e confiáveis, em virtude da simplicidade do espectro. A análise semiquantitativa pode ser realizada pela simples comparação das alturas dos picos com os espectros-padrão. A análise quantitativa consiste na medida das linhas do espectro característico dos elementos procurados e do relacionamento dessas intensidades com sua concentração na matriz onde encontram-se dispersos.

A fluorescência de raios X é uma das técnicas instrumentais mais versáteis, pois permite a análise de amostras sob a forma líquida ou sólida. Tem ampla capacidade de detecção, abrangendo elementos para os quais a espectrografia óptica de emissão se mostra ineficiente, por exemplo: S, Cl, As, Se, Br, I, Ta e Th.

#### *Espectrometria de Absorção Atômica*

Há uma relação estreita entre a espectrometria de absorção atômica e a espectrografia óptica de emissão, pois as técnicas usam uma mesma propriedade do átomo, a excitação eletrônica (Angino e Billings, 1972, Welz, 1985). A espectrografia de emissão registra as radiações produzidas pelos átomos excitados, enquanto a absorção atômica mede a energia absorvida pela excitação.

Um equipamento de absorção atômica é constituído por quatro partes principais:

- (i) fonte de emissão (produção da radiação de ressonância);
- (ii) atomização (dispositivo de conversão em átomos neutros e livres);
- (iii) monocromador (eliminação das radiações parasitas);
- (iv) sistema eletrônico (fotomultiplicador, amplificador e leitora).

A análise química por absorção atômica requer amostra na forma líquida, o que torna a técnica especialmente indicada para análise de águas. No caso de materiais sólidos como rochas, minerais e minérios, essas análises são dificultadas, algumas vezes, devido às solubilizações incompletas de alguns materiais, que comprometem a qualidade da análise. É possível a determinação de cerca de 65 elementos, abrangendo a maioria dos metais e metalóides. Dependendo dos elementos, o limite de detecção inferior atinge teores na faixa de parte por bilhão (ppb).

#### *Espectrometria de Plasma*

As análises por espectrometria de plasma de acoplamento indutivo (PAI), ou *Inductively Coupled Plasma* - (ICP), constituem um avanço significativo na química analítica. Seu princípio baseia-se na excitação atômica dos elementos em solução por meio de um plasma de argônio, sustentado por um campo magnético gerado por uma bobina de rádio-frequência (Dutra, 1989). O plasma tornando-se auto-sustentável pode atingir temperaturas de até 10.000 °C, não favorecendo as reações químicas e, em consequência, diminuindo sensivelmente os efeitos da matriz. A espectrometria de plasma é uma técnica analítica multielementar, apresentando alta sensibilidade e limites de detecção excepcionalmente baixos quando comparados às outras técnicas instrumentais. Com o advento da espectrometria de plasma, o estudo dos elementos terras-raras cresceu muito nos últimos anos, permitindo que estes elementos sejam analisados diretamente em algumas amostras, como por exemplo, em carbonatitos, areias monazíticas e solos lateríticos.

## Técnicas Auxiliares

### *Espectroscopia no Infravermelho*

A espectroscopia no infravermelho é uma técnica analítica muito útil na caracterização de substâncias químicas, fornecendo dados sobre a identidade e constituição estrutural de um composto puro ou sobre a composição qualitativa e quantitativa de misturas. No campo da mineralogia costuma ser uma técnica subestimada, embora além de fornecer informações complementares à difratometria de raios X, permite em certos casos, melhores identificações nos minerais de baixa cristalinidade, com altos índices de substituições no retículo, ou materiais amorfos (Estep-Barners, 1977, Bessler, 1983).

O método utilizado para obtenção de espectros no infravermelho dos materiais sólidos é o da pastilha com brometo de potássio prensada. Um espectro de infravermelho compõe-se de bandas de absorção intrinsecamente relacionadas aos movimentos moleculares, principalmente vibrações. Assim, os minerais mais facilmente caracterizados pelos seus espectros de infravermelho são aqueles que contém oxianions isolados (carbonatos, sulfatos, fosfatos, etc.). Os espectros dos oxianions condensados (silicatos em maioria) geralmente apresentam-se sob formas complexas. Os minerais contendo o grupo hidroxila (argilominerais entre outros) mostram vibrações características de alta intensidade (Figura 7) e, portanto, de fácil detecção.

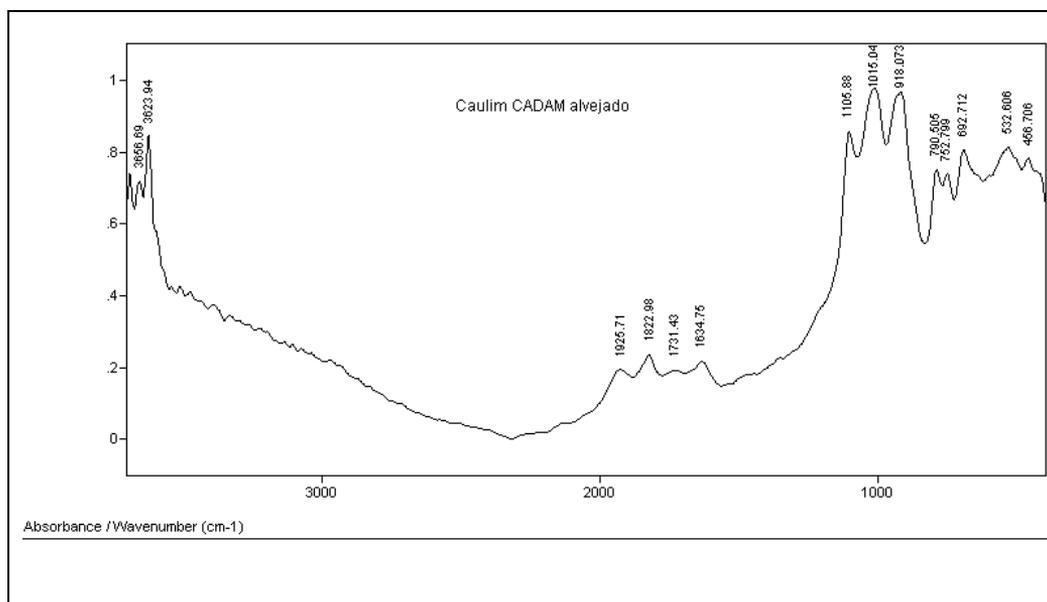


Figura 7 – Espectro de infravermelho da caulinita.

### *Espectrometria Mössbauer*

O fato da espectrometria Mössbauer estar relacionada às medidas de ressonância em sólidos, faz desta técnica a ferramenta adequada para investigação dos materiais sólidos naturais inorgânicos como rochas, sedimentos e solos (Herzenberg e Riley, 1970). A técnica é usada para estudo da estrutura dos minerais e identificação de fases minerais em agregados polifásicos. É possível semiquantificar o ferro em seus diferentes estados de oxidação (Figura 8), principalmente a razão ferro ferroso e ferro férrico ( $\text{Fe}^{+2}$  e  $\text{Fe}^{+3}$ ).

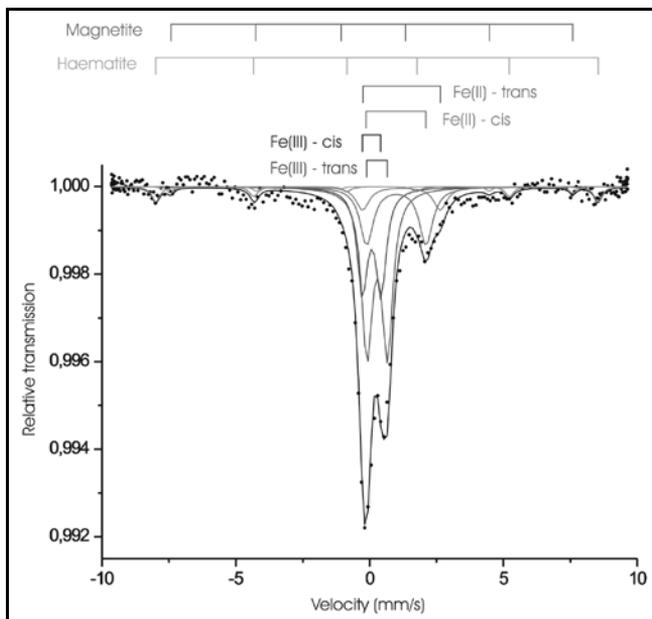


Figura 8 – Espectro Mössbauer da caulinita.

### *Análises Térmicas*

Estão agrupadas em análises térmicas as técnicas que medem a variação dos parâmetros físicos de uma substância com a temperatura. As técnicas mais utilizadas pela mineralogia aplicada são as análises termodiferencial (ATD) e termogravimétrica (ATG).

Na análise termodiferencial são estabelecidas as diferenças de temperatura entre uma substância e um padrão constituído de material de referência inerte quando estas duas espécimes estão sujeitas a idênticos regimes de aquecimento ou resfriamento. Estes efeitos fornecem informações a respeito das reações exotérmicas e endotérmicas ocorridas no material examinado (MacKenzie, 1970, Neumann, 1977). As reações exotérmicas são atribuídas aos processos de oxidação, recristalização ou colapso das estruturas defeituosas. As reações endotérmicas envolvem mudanças de fase, desidratação, decomposição e inversão de cristalinidade. Estas informações, por vezes,

típicas de um determinado mineral, podem ser utilizadas para identificá-lo e ainda fornecer uma estimativa de sua proporção na amostra. É especialmente indicado para o estudo de minerais com baixa cristalinidade ou amorfos.

Na análise termogravimétrica, as mudanças no peso da amostra são medidas em função de um aquecimento constante e atmosfera controlada. A perda de massa da amostra pode ser consequência da remoção de misturas adsorvidas, grupos hidroxilas ou substâncias voláteis. Já o ganho no peso é atribuído ao processo de oxidação. A gama de minerais que podem ser estudados por esta técnica, está limitada aos argilominerais e aqueles contendo água, hidroxila, matéria orgânica, enxôfre, carbonato, etc.

#### *Ultravioleta*

A fluorescência sob radiação ultravioleta, quando presente, é um método determinístico para identificação de minerais. Embora haja limitações quanto ao uso da luz ultravioleta, pois são poucos os minerais econômicos que apresentam fluorescência, é possível obter informações sobre crescimento de cristais, zonação ou inclusões que não se distingue por outros métodos. A maior parte dos minerais que apresentam fluorescência é devido às impurezas, também denominadas ativadores. Os elementos como o manganês, urânio e terras raras induzem uma fluorescência nos minerais. Segundo Hutchison (1974), os minerais que sempre apresentam fluorescência são: scheelita, hidrozinquita, willemita, autunita, malaquita, escapolita e fluorita. Entre os minerais que podem apresentar ou não fluorescência, dependendo dos ativadores, estariam incluídos: calcita, anglesita, wollastonita, nefelina, diamante e zirconita. Uma relação completa dos minerais fluorescentes é encontrada em Gleason (1977).

#### *Radiografia*

Determinados minerais emitem espontaneamente uma variedade de partículas oriundas de decaimento radioativo que podem ser usadas para identificação de minerais e localização da posição da partícula no espécime. A técnica mais usual é a autoradiografia (Bowie, 1977) que consiste na exposição do mineral a uma emulsão fotográfica para registro das partículas alfa e beta de isótopos instáveis. Este método é particularmente aplicado ao estudo dos minérios de urânio.

#### *Ataques Químicos Rápidos*

Os ataques químicos rápidos podem resultar em colorações diferenciadas que permitem a identificação de minerais incolores ou brancos. Hutchison (1974) relaciona alguns métodos de tingimento de feldspatos, carbonatos e feldspatóides. Tais métodos são amplamente substituídos pelas modernas técnicas analíticas instrumentais. Uma compilação completa dos métodos de tingimento aplicados aos minerais opacos e outros silicatos é fornecida por Reid (1969). O teste de estanização dos grãos de cassiterita, com zinco metálico e ácido clorídrico, também está incluído nesta categoria.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- ANGINO, E.E., BILLINGS, G.K. Atomic absorption spectrometry in geology. In: *Methods in Geochemistry and Geophysics*. 2<sup>nd</sup> ed. Amsterdam: Elsevier, 1972. v. 7.
- BESSLER, K.E. *Fundamentos de espectroscopia de infravermelho e suas aplicações na mineralogia*. Brasília: UNB/Departamento de Química, 1983. 35 p.
- BOWIE S.H.U. Radiographic techniques. In: *Physical methods in determinative mineralogy*. 2<sup>nd</sup> ed. London: Academic Press, 1977, 555p.
- CULLITY, B.D. *Elements of X-Ray Diffraction*. 2<sup>nd</sup> ed. London: Addison-Wesley, 1978.
- DEER, W.A., HOWIE, R.A., ZUSSMAN, J. *An Introduction to the rock - forming minerals*. London: Longman, 1975. 528p.
- DUTRA, C.V. Espectrografia óptica de emissão. In: *Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia*. São Paulo: Edgard Blücher, 1984. p. 121-158.
- DUTRA, C.V. Geoquímica analítica dos elementos de terras raras: aplicação da espectrometria de plasma-ICP. In: *Geoquímica dos elementos terras raras no Brasil*. Rio de Janeiro: CPRM/SBGq, 1989, p. 7-13.
- DUTRA, C.V., GOMES, C.B. A fluorescência de raios X na geologia. In: *Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia*. São Paulo: Edgard Blücher, 1984. p. 84-120.
- EDWARDS, A.B. *Textures of the ore minerals and their signifiante*. 2<sup>nd</sup> ed. Australia: Brow Prior Anderson, 1974. 242p.
- ESTEP-BARNERS, P.A. Infrared spectroscopy. In: *Physical Methods in determinative mineralogy*. 2<sup>nd</sup> ed. London: Academic Press, 1977. p. 529-603.
- GAUDIN, A.M. *Principles of mineral dressing*. New Delhi: McGraw-Hill, 1975.
- GLEASON, S. *Ultraviolet guide to minerals*. Princeton: Vand Nostrand, 1960. 244p.
- GOMES, C.B. Microsonda eletrônica: princípios e aplicações na geologia. In: *Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia* . São Paulo: Edgard Blücher, 1984, p. 159-208.
- HEINRICH, K.F.J. *Electron beam X-ray microanalysis*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1981.
- HENLEY, K.J. *Ore dressing mineralogy: a review of techniques, applications and recent developments*. (s.l.:s.n.) 1983. p. 175-200. (Geological Society of South Africa. Special Publication. 7).

- HERZENBERG, C.L., RILEY, D.L. Current applications of Mössbauer spectrometry in geochemistry. In: *Developments in applied spectroscopy*. New York: Plenum Press, 1970. v. 8, p. 277-291.
- HUTCHISON, C.S. *Laboratory handbook of petrographic techniques*. New York: John Wiley, 1974.
- JENKINS, R.; GOULD, R.W., GEDCKE, D. *Quantitative X-ray spectrometry*. New York: Marcel Dekker, 1981. 586p.
- JOHNSON, W.M., MAXWELL, J.A. *Rock and mineral analysis*. 2<sup>nd</sup> ed. New York: John Wiley, 1981. p. 237-405.
- KEIL, K. Applications of the electron microprobe in geology. In: *Microprobe analysis*. New York: John Wiley, 1973. p. 189-239.
- KERR, P.F. *Optical mineralogy*. 3<sup>rd</sup> ed. New York: McGraw-Hill, 1959. 442p.
- KING, R.P. The prediction of mineral liberation from mineralogical texture. In: *International Mineral Processing Congress, 14*, Toronto. 1982.
- KLEIN, C., HURLBUT, C.S. *Manual of Mineralogy*. After J.D. Dana, 21<sup>st</sup> Edition. John Wiley & Sons, 1993. 681p.
- KLUG, H.P., ALEXANDER, L.E. *X-ray diffraction procedures*. 2<sup>nd</sup> ed. New York: John Wiley, 1974. 966p.
- LONG, J.V. Electron probe microanalysis. In: *Physical methods in determinative mineralogy*. London: Academic Press, 1977, p. 273-341.
- MacKENZIE, R.C. *Differential thermal analysis*. London: Academic Press, 1970. 775p.
- MALVIK, T. An empirical model to establish the liberation properties for minerals. In: *International Mineral Processing Congress, 14*, Toronto, 1982.
- McANDREW, J. Calibration of a Frantz isodynamic separator and its application to mineral separation. *Proc. Aust. Inst. Min. Metall.*, v. 181, p. 59-73, 1957.
- McCONNELL, J.D.C. Electron microscopy and electron diffraction. In: *Physical methods in determinative mineralogy*. London: Academic Press, 1977. p. 475-527.
- MULLER, L.D. Laboratory methods of mineral separation. In: *Physical methods in determinative mineralogy*. 2<sup>nd</sup> ed. London: Academic Press, 1971. p. 1-34.
- NEUMANN, B.S. Thermal techniques. In: *Physical methods in determinative mineralogy*. 2<sup>nd</sup> ed. London: Academic Press, 1977, p. 605-662.

- NORRISH, K., CHAPPEL, B.W. X-ray fluorescence spectrometry. In: *Physical methods in determinative mineralogy*. 2<sup>nd</sup> ed. London: Academic Press. 1977. p. 201-272.
- PARFENOFF, A., POMEROL, C., TOURENQ, J. *Les Mineraux en Grains*. Paris: Masson et Cie, 1970. 578p.
- PETRUK, W. *Applied mineralogy in ore dressing*. Rio de Janeiro: CETEM, 1984. 32p.
- PETRUK, W. Determining mineralogical characteristics by image analysis. In: *Advanced microscopic studies of ore minerals*. Canada: Mineralogical Association, 1990. p. 409-425.
- PETRUK, W. Determining mineralogical characteristics by image analysis. In: *Advanced microscopic studies of ore minerals*. Canada: Mineralogical Association of Canada, 1990. p. 409-425 (Short Course, 17).
- PETRUK, W. Image analysis in process mineralogy. In: *Process Mineralogy II - Applications in metallurgical, ceramics, and geology*. Metallurgical Soc. AIME, Dallas, 1982. *Proceedings*. p. 14-18.
- PETRUK, W. *Image analysis: an overview of developments*. (s.l.; s.n.), 1986. 5p. (CANMET Report 86-4E).
- PETRUK, W. The application of quantitative mineralogical analysis of ores to ore dressing. *CIM. Bulletin*, v. 69, n 767, p. 146-153, 1982.
- PETRUK, W. The capabilities of the microprobe Kontron image analysis system: application to mineral beneficiation. *Scanning microscopy*. v. 2, n<sup>o</sup>. 3, p. 1247-1256, 1988.
- PICOT, P., JOHAN, Z. *Atlas des mineraux metalliques*. Paris: BRGM, 1977. 403p. (Memoire 90).
- PORPHÍRIO, N.H., BARBOSA, M.I.M. *Caracterização mineralógica de um veio quartzoso sulfetado aurífero da Mineração TPA/Paraná*. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq. 1990. 17p. (RA-01/90).
- REED, S.J.B. *Electron probe microanalysis*. Cambridge: Cambridge University Press, 1975. 400 p.
- REID, W.P. Mineral staining tests. *Mineral Ind. Bull.*, v. 12, n<sup>o</sup>. 3, p. 1-20, 1969.
- SANDELL, E.B., ONISHI, H. *Photometric detemination of trace metals: general aspects*. 4<sup>th</sup> ed. New York: John Wiley, 1978. 1085p.

TRESCASES, J.J. Análise química por espectrometria de absorção atômica. In: *Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia*. São Paulo: Edgard Blücher, 1984. p. 44-83.

UYTENBOGAARDT, W., BURKE, E.A.J. *Tables for microscopic identification of ore minerals*. 2<sup>nd</sup> ed. New York: Ouer Publ., 1985. 430p.

VEIGA, M.M., PORPHÍRIO, N.H. *Caracterização tecnológica de minérios*. Rio de Janeiro, 1986. 21p.

WELZ, B. *Atomic absorption spectrometry*. 2<sup>nd</sup> ed. Deerfield Beach: VCH Publishers, 1985. 506p.

ZUSSMAN, J. X-Ray diffraction. In: *Physical methods in determinative mineralogy*. 2<sup>nd</sup> ed. London: Academic Press, 1977. p. 391-473.