



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**CARACTERIZAÇÃO DA ILMENITA COMO FONTE DE OBTENÇÃO
DE DIÓXIDO DE TITÂNIO**

MARCOS AURÉLIO DE OLIVEIRA MAIA

**NATAL/RN
2018**

MARCOS AURÉLIO DE OLIVEIRA MAIA

**CARACTERIZAÇÃO DA ILMENITA COMO FONTE DE OBTENÇÃO
DE DIÓXIDO DE TITÂNIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PPGEM) da Universidade Federal do Rio Grande do Norte como parte dos requisitos para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA.

Orientador: Prof. Dr. Franciné Alves da Costa

NATAL/RN
2018

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN
Sistema de Bibliotecas - SISBI
Catalogação de Publicação na Fonte. UFRN - Biblioteca Central Zila Mamede

Maia, Marcos Aurélio de Oliveira.

Caracterização da ilmenita como fonte de obtenção de dióxido de titânio / Marcos Aurélio de Oliveira Maia. - 2020.
113f.: il.

Dissertação (Mestrado)-Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Natal, 2020.

Orientador: Dr. Franciné Alves da Costa.

1. Caracterização da ilmenita - Dissertação. 2. Dióxido de titânio - Dissertação. 3. Separação magnética - Dissertação. I. Costa, Franciné Alves da. II. Título.

RN/UF/BCZM

CDU 621

MARCOS AURÉLIO DE OLIVEIRA MAIA

**CARACTERIZAÇÃO DA ILMENITA COMO FONTE DE OBTENÇÃO
DE DIÓXIDO DE TITÂNIO**

Dissertação de Mestrado pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica (PPGEM) da Universidade Federal do Rio Grande do Norte

Banca Examinadora da Dissertação

Prof. Dr. Franciné Alves da Costa
Orientador e Presidente

Prof. Dr. Uílame Umbelino Gomes
Avaliador Externo ao Programa

Prof. Dr. Marcondes Mendes de Souza
Avaliador Externo à Instituição

Prof. Dr. Gilson Garcia da Silva
Avaliador Externo à Instituição

NATAL/RN
2018

**“Santo Anjo do Senhor, meu zeloso guardador
Que a Tí me confiou a piedade Divina
Sempre me rege, me guarde, governe, ilumine,
Amém!”**

Oração ao Anjo da Guarda

DEDICATÓRIA

Dedico esta dissertação de mestrado aos meus saudosos genitores José Gilberto Ayres Maia e Maria Celina de Oliveira Maia (*in memoriam*), aos meus avós maternos Pedro Lopes de Oliveira e Laura Leite de Oliveira (*in memoriam*), aos meus avós paternos Pedro da Costa Maia e Severina Ayres Maia (*in memoriam*), alicerces para a minha jornada, da infância à Academia.

Aos meus amados filhos Isabella, Daniella, Marcos Junior, Maria Emília e ao meu querido neto Gabriel Maia.

A Camilla Emanuella Ferreira, cônjuge paciente e amiga, que abdicou da sua carreira profissional exitosa, na VALE SA, em São Luís do Maranhão, para compartilhar comigo nos momentos amenos, bem como, naqueles mais árduos. Gestos que só o amor pode explicar.

Aos meus queridos irmãos Mayza, Marcia, Pedro da Costa Maia e Gilberto Maia Jr.

Ao Prof. Dr. José Maria Ayres Maia (Tio Zé), pelo exemplo do verbo perseverar, nos meus objetivos, com o qual enfrentei muitos desafios, sempre com coragem e determinação.

À Tia Maria Adelaide Costa Maia (Tia Mary), sempre na retaguarda ofertando amor, carinho, orações e apoio permanente.

A todos os membros do Clã Lago Leite & Lopes de Oliveira e dos Ayres & Maia.

A Raimundo, Aurineide, filhos e netos, pelo acolhimento, amizade e respeito.

Ao ilustre Comendador Francisco Canindé Rodrigues dos Anjos (Tio Dedé) e ao Catedrático Prof. Dr. João Maria Selfes de Mendonça, amizades fraternas e espirituais.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus todo poderoso pela sua infinita bondade.

Agradeço à instituição UFRN – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, por meio do PPGEM, seu corpo docente e administrativo, pela oportunidade que me concedeu em retornar a esse estabelecimento sexagenário, em busca do conhecimento e da titulação, itens imprescindíveis ao êxito de um profissional na área da Educação.

Ao Prof. Dr. Franciné Alves da Costa, meu orientador, pela cátedra e paciência, nas discussões, orientações e qualidade no conteúdo desta dissertação de mestrado.

Ao Prof. Dr. Uílame Umbelino Gomes e ao Prof. Dr. Gilson Garcia da Silva, pelas importantes contribuições para o refino, no conteúdo deste trabalho dissertativo.

À Prof. Dra. Salete Martins Alves, coordenadora do PPGEM – UFRN, pelo apoio nos momentos de dificuldade e aflição.

Ao IFRN – Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do RN, onde exerço a nobre missão do magistério há quase quatro décadas, pelo uso dos seus laboratórios, bem como da colaboração dos seus técnicos e do nosso coordenador dos laboratórios da DIAREN – IFRN, José Helder Pereira.

Ao Técnico Laboratorista Marcos Barbosa do LABEMMAT – ECT – UFRN, pela disponibilidade e esmero nos ensaios de DRX.

Ao Prof. Dr. Marcondes Mendes de Souza, principal incentivador para o nosso ingresso no Programa de Pós-Graduação da Engenharia Mecânica da UFRN, e pelo convite sob a sua liderança de participar como membro da Base de Pesquisa LABEMAST – IFRN, ambiente utilizado para preparação das amostras integrantes deste trabalho.

Ao Prof. Me. Alexandre Rocha da Rocha, nas discussões sobre a geologia, os ensaios analíticos e os resultados da caracterização mineraloquímica da Mina do Serrote da Pedra Preta.

Ao Prof. Dr. João Batista Monteiro de Souza e ao Prof. Me. Alexandre Lúcio Dantas, diretores da Diretoria Acadêmica de Recursos Naturais do Campus Natal Central do IFRN, pelo apoio pessoal e institucional.

Aos Professores Dr. Jonas Eduardo Gonzalez Lemos, Dr. Renato Samuel Barbosa de Araujo e Me. Edson Neves dos Santos, profissionais e amigos exemplares de virtudes.

Aos Bolsistas e alunos do IFRN – CNAT Jeimisson André, Silas Samuel, Douglas Fernandes, Heitor Cunha, Yuri Gomes, Esio Medeiros, Luiz Nóbrega, Érica Morais, Dante de Lima, Masterson Cosmo e Ilan Hudson pelo auxílio nas diferentes etapas deste trabalho.

Ao IFPB Campina Grande pela disponibilidade dos seus Laboratórios de Processamento Mineral, na pessoa do Eng. Minas Adriano Leandro Peixoto.

Ao Técnico em Geologia Ismael Pinheiro da Silva, experiente profissional da Mineração, pela colaboração e disponibilidade de material referente a nossa pesquisa.

Ao Engenheiro de Minas Moacir Dantas, diretor da Dantas Mineração Ltda., pelas discussões técnicas que embasaram este trabalho.

Ao Álvaro Luís (IFRN/PPGEM), pelo apoio na digitação dos manuscritos.

Ao Prof. Dr. Julio Cesar de Pontes, pela sua sensibilidade, amizade e gratidão, com apoio na reta final da etapa pós defesa desta dissertação de mestrado.

À Empresa PPM Mineral S/C e seus diretores Geólogo José Thadeu Teixeira, administrador Antônio de Pádua Araújo Santos e o geólogo Hercules Nunes, à concessionária da Mina do Serrote da Pedra Preta – Floresta – PE – Brasil, ambiente corporativo e fonte da pesquisa e apoio a essa dissertação de mestrado, minha eterna gratidão.

Sem ter me afastado das atividades como docente da DIAREN - CNAT - IFRN, em nenhum dos períodos cursados no Mestrado Acadêmico do PPGEM – IFRN, agradeço aos meus alunos, servidores administrativos, bolsistas e demais colegas professores pela compreensão, no desenvolvimento da árdua jornada deste pretense mestre, em busca do conhecimento.

RESUMO

A produção de dióxido de titânio industrial utiliza mais de 90% dos concentrados dos minérios de titânio produzidos pelas mineradoras no mundo, sendo o mineral ilmenita a principal fonte de obtenção dessa importante matéria prima, amplamente utilizada como pigmento na indústria de tintas, plástico, papel, borracha, cosméticos, produtos farmacêuticos, dentre outros. A ilmenita (FeTiO_3) é um mineral de coloração escura a marrom avermelhada, constituída teoricamente por ferro (36,8%), titânio (31,6%) e oxigênio (31,6%), e que se cristaliza no sistema hexagonal romboédrico, embora tal estrutura possa sofrer mudança para uma fase amorfa FeO , Fe_2O_3 e TiO_2 . Tendo isso em vista, este trabalho tem como finalidade caracterizar o mineral ilmenita, fonte de dióxido de titânio, do minério de ferro extraído da mina do Serrote da Pedra Preta do Município de Floresta – PE, Brasil, cujas características geológicas apresentam associações ferrotitanomagnéticas em rochas ultramáficas. Neste estudo, as amostras na forma de rochas e de materiais particulados ou triturados foram coletadas, respectivamente, da jazida e das pilhas de minério já processados existentes na mina. Tais amostras foram rotuladas como FLO 01, para a pilha de minério grosseiro; FLO 02, para o piso da cava; FLO 03, para taludes da cava; e FLO 04, para as pilhas de minério fino. As amostras foram cominuídas e classificadas em frações granulométricas no intervalo entre > 4 mesh e ≤ 325 mesh. As alíquotas nas frações granulométricas de 150, 200 e 325 mesh foram caracterizadas por ensaios FRX, DRX, MEV- EDS após homogeneização e quartejamento. Os minerais magnéticos como magnetita e a titanomagnetita associados a ilmenita e outros compostos contaminantes como o vanádio foram identificados nos resultados analíticos. Os pós referentes a FLO 02, preparados na fração de 18 mesh, apresentaram maior percentual de TiO_2 e, por isso, foram submetidos ao processo de separação magnética via úmida, usando um separador magnético INBRAS, resultando na elevada concentração de ilmenita na fração magnética de alta intensidade (1C), correspondente a 64,20% do volume da massa recuperada. Os resultados analíticos obtidos por EDX e MEV-EDS com fusão por tetraborato de lítio – FRX confirmaram os elevados teores de dióxido de titânio no minério ilmenítico, com variação entre 38,83% e 44,70% de TiO_2 . Nas frações magnéticas de baixa intensidade (1A) e nas de média intensidade (1B), os valores de pentóxido de vanádio oscilaram entre 0,68% e 1,92%, representando um significado expressivo em comparação aos verificados nas jazidas minerais de classe mundial.

Palavras-chave: Caracterização da ilmenita. Dióxido de titânio. Separação magnética

ABSTRACT

Industrial titanium dioxide production uses more than 90% of titanium ore concentrates produced by mining companies worldwide, and the ilmenite mineral is the main source of this important raw material, widely used as a pigment in the paint, paper and plastic industry, rubber, cosmetics, pharmaceuticals, among others. The ilmenite (FeTiO_3) is a dark brown to reddish brown mineral, consisting of iron (36.8%), titanium (31.6%) and oxygen (31.6%), crystallizes in the hexagonal rhombohedral system, although such a structure, may undergo change to an amorphous phase FeO , Fe_2O_3 and TiO_2 . This work aims to characterize the ilmenite mineral, source of titanium dioxide, of the iron ore extracted from the Serrote da Pedra Preta mine in the municipality of Floresta-PE, Brazil, whose geological features have ferrotitanomagnetite associations in ultramafic rocks. In this work, samples in the form of rocks and particulate or crushed materials were collected respectively from the mine and from the already processed ore cells in the mine. These samples were named FLO 01 for the coarse ore pile; FLO 02 - floor of the cellar; FLO 03 - Cava Slopes and FLO 04 - Stacks of fine ore. The samples were comminuted and classified into granulometric fractions in the range of > 4 mesh to ≤ 325 mesh. The aliquots in the - 150, - 200 and - 325 mesh granulometric fractions were characterized by FRX, DRX, SEM-EDS after homogenization and scaling. Magnetic minerals such as magnetite and titanomagnetite associated with ilmenite and other contaminating compounds such as vanadium were identified in the analytical results. The FLO 02 powders, prepared in the -18 mesh fraction, showed a higher percentage of TiO_2 and, therefore, were subjected to the wet magnetic separation process, using a magnetic separator INBRAS, resulting in the high concentration of ilmenite in the magnetic fraction of high intensity (1C), corresponding to 64.20% of the recovered mass volume. The results obtained by EDX, MEV-EDS and fusion by lithium tetraborate - FRX confirmed the high titanium dioxide content in the ilmenite ore, varying between 38.83% and 44.70% of TiO_2 . In the low intensity (1A) and medium intensity (1B) magnetic fractions, the values of vanadium pentoxide ranged from 0.68% to 1.92% of V_2O_5 , which are significant compared to those observed in the mineral deposits of world class.

Key-word: Characterization of ilmenite; Titanium Dioxide; Magnetic separation

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1- Mapa Geológico da Região de Floresta/PE	32
Figura 2- Diagrama da série ternária.	43
Figura 3- Mapa de localização da área de estudo.	47
Figura 4- Planta de Situação e localização das amostras - Mina do Serrote da Pedra Preta – Floresta – PE.....	49
Figura 5- Imagem da Pilha de Minério Grosso onde foi coletada a amostra denominada FLO 01 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 01 (b).	50
Figura 6 - Imagem do Piso da Cava onde foi coletada a amostra denominada FLO 02 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 02 (b).....	50
Figura 7– Imagem do Talude da Cava onde foi coletada a amostra denominada FLO 03 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 03 (b).....	51
Figura 8 - Imagem da Pilha de Minério Fino onde foi coletada a amostra denominada FLO 04 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 04 (b).	51
Figura 9 - Fluxograma de Operações.....	52
Figura 10 - Britador de mandíbulas LPM IFRN.	53
Figura 11- Moinho de bolas – LABEMAST IFRN.	53
Figura 12- Peneiras utilizadas para classificação dos pós de minério após moagem.	54
Figura 13- Amostra quarteada e homogeneizada (a) e armazenada (b).	54
Figura 14- Separador Eletromagnético de Tambor VU – INBRAS / Am. processada FLO 02.	57
Figura 15 - Difractometria de Raios X da amostra FLO 01 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.....	59
Figura 16 - Difractometria de raios X da amostra FLO 02 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.....	61
Figura 17- Difractometria de raios X da amostra FLO 03 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.....	62
Figura 18 - Difractometria de raios X da amostra FLO 04 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.....	64
Figura 19 - Difractometria de raios X da amostra FLO 01. Fração -150 mesh.	68
Figura 20- Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 01. Fração -150 mesh.	69
Figura 21 - Difractometria de raios X da amostra FLO 01. Fração -200 mesh	70
Figura 22- Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 01. Fração -200 mesh	71
Figura 23 - Difractometria de raios X da amostra FLO 01. Fração -325 mesh.	72
Figura 24 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 01. Fração -325 mesh	73
Figura 25 - Difractometria de raios X da amostra FLO 02. Fração -150 mesh.	74
Figura 26 - Fotomicrografia (MEV) da am. FLO 02. Fração -150 mesh.	75
Figura 27 - Difractometria de raios X da amostra FLO 02. Fração -200 mesh.	76
Figura 28 - Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 02. Fração -200 mesh.....	77
Figura 29 - Difractometria de raios X da amostra FLO 02. Fração -325 mesh.	78
Figura 30 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 02. Fração -325.....	79
Figura 31 - Difractometria de raios X da amostra FLO 03. Fração -150 mesh.	80
Figura 32 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 03. Fração -150 mesh.....	81
Figura 33 - Difractometria de raios X da amostra FLO 03. Fração -200 mesh.	82
Figura 34 - Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 03. Fração -200 mesh.....	83
Figura 35 - Difractometria de raios X da amostra FLO 03. Fração -325 mesh.	84

Figura 36 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 03. Fração -325 mesh.....	85
Figura 37 - Difractometria de raios - X da amostra FLO 04. Fração -150 mesh.....	86
Figura 38 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 04. Fração -150 mesh.....	86
Figura 39 - Difractometria de raios X da amostra FLO 04. Fração -200 mesh.....	88
Figura 40 - Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 04. Fração -200 mesh.....	89
Figura 41 - Difractometria de raios X da amostra FLO 04. Fração -325 mesh.....	90
Figura 42 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 04. Fração -325 mesh.....	91
Figura 43 - Fluxograma do ensaio de Separação Magnética – Via úmida.....	92
Figura 44 – Difractometria de raios X da amostra FLO 02 - Amostra Cabeça.....	96
Figura 45 - Difractometria de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1A.....	97
Figura 46 - Difractometria de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1B.....	98
Figura 47 - Difractometria de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1C.....	99
Figura 48 - Difractometria de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1D.....	100
Figura 49 - Fotomicrografia - FLO 02 – Am. Cabeça – 4000x.....	101
Figura 50 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1A_poroso_4000x.....	102
Figura 51 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1A – tabular – 4000x.....	103
Figura 52 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1B – 4000x.....	104
Figura 53 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1C – 4000x.....	106
Figura 54 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1D_tabular_4000x.....	107

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades Físicas do Titânio.....	20
Tabela 2 - Principais Propriedades Físicas da Ilmenita.....	22
Tabela 3 – Principais Propriedades Físicas do Rutilo.....	23
Tabela 4 – Principais propriedades físicas do Anatásio.....	23
Tabela 5 – Propriedades Físicas do Vanádio.....	26
Tabela 6 - Susceptibilidade magnética em rochas (unidades 10 ⁻⁶ SI).....	41
Tabela 7 - Susceptibilidade magnética em minerais (unidades 10 ⁻⁶ SI).....	41
Tabela 8 – Nomenclatura e particulometria das amostras.....	48
Tabela 9 – FRX da amostra FLO 01 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.....	59
Tabela 10 - FRX da amostra FLO 02 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh. ...	60
Tabela 11 - FRX da amostra FLO 03 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh. ..	62
Tabela 12 - FRX da amostra FLO 04 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh. ...	63
Tabela 13 - Distribuição Granulométrica da Amostra FLO 01. Amostra de cabeça com fração acima de 4 mesh.....	65
Tabela 14 - Composição química da amostra FLO 01. Fração + 4 mesh.....	65
Tabela 15 - Composição química da amostra FLO 01. Fração - 4 mesh + 35 mesh.....	65
Tabela 16 - Composição química da amostra FLO 01. Fração +35 mesh - 60 mesh.....	66
Tabela 17 - Composição química da amostra FLO 01. Fração + 60 mesh.....	66
Tabela 18 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 01. Fração -150 mesh.....	67
Tabela 19 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 01. Fração -200 mesh.....	69
Tabela 20 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 01. Fração -325 mesh.....	71
Tabela 21 - Fluorescência de Raios X da amostra FLO 02. Fração -150 mesh.....	73
Tabela 22 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 02. Fração -200 mesh.....	75
Tabela 23 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 02. Fração -325 mesh.....	77
Tabela 24 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 03. Fração -150 mesh.....	79
Tabela 25 - Fluorescência de Raios X da amostra FLO 03. Fração 200 mesh.....	81
Tabela 26 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 03. Fração -325 mesh.....	83
Tabela 27 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 04. Fração -150 mesh.....	85
Tabela 28 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 04. Fração -200 mesh.....	87
Tabela 29 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 04. Fração -325 mesh.....	89
Tabela 30 - Resultados de EDX das amostras FLO 02. Fração -18 mesh.....	94
Tabela 31 - Resultado da FLO 02 - fração magnética 1C compilado do certificado GQ1801076 SGS-GEOSOL.....	95
Tabela 32 - Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. Cabeça Concentrado Magnético ..	101
Tabela 33 - Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1A – Poroso.....	103
Tabela 34 - Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1A - Tabular.....	104
Tabela 35 - Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1B Concentrado Magnético.....	105
Tabela 36 - Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1C Concentrado Magnético.....	106
Tabela 37 - Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1D Concentrado Magnético.....	107

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 Titânio	20
2.1.1 Minerais de Titânio	21
2.1.1.1 Ilmenita	21
2.1.1.2 Rutilo	22
2.1.1.3 Anatásio	23
2.1.1.4 Brookita	24
2.1.1.5 Leucoxênio	24
2.1.1.6 Ecandrewsita	24
2.1.1.7 Pirofanita	25
2.1.1.8 Geikilita	25
2.1.1.9 Arizonita	25
2.2 Vanádio	25
2.3 Depósitos Titanomagnéticos	29
2.4 Contexto Geológico da Mina do Serrote da Pedra Preta	30
2.4.1 Geologia regional	30
2.4.2 Geologia local	33
2.5 Litologias e Mineralizações da Mina do Serrote da Pedra Preta	33
2.5.1 Migmatitos	33
2.5.2 Xistos	33
2.5.3 Pegmatitos	34
2.5.4 Minério Associado aos Anfibolitos	34
2.5.5 Minério Disseminado	35
2.5.6 Minério Silicoso	35
2.5.7 Minério Maciço	35
2.6 Gênese	36
2.7 Lavra	38
2.8 Processamento	38
2.9 Processos de Produção de Produtos de Titânio	43
2.10 Processos Industriais para Obtenção de Pigmentos Metálicos	44
2.10.1 Obtenção de pigmentos (TiO ₂) processo por sulfatação	44

2.10.2 Obtenção de pigmentos (TiO ₂) processo por cloretação	45
2.10.3 Usos e destinação dos produtos de titânio.....	45
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	47
3.1 Localização da Área de Estudo.....	47
3.2 Amostragem.....	48
3.3 Descrição das Amostras	49
3.4 Preparação das Amostras	52
3.5 Métodos Analíticos.....	54
3.5.1 Espectrometria de fluorescência de raios X (FRX)	54
3.5.2 Difractometria de raios X (DRX)	55
3.5.3 Microscopia eletrônica de varredura	55
3.5.4 Análise por separação magnética.....	56
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	58
4.1 Resultados Analíticos por Fluorescência de Raios X (FRX) e Difractometria de Raios X (DRX), Fração -200 mesh.....	58
4.1.1 FLO 01.....	58
4.1.2 FLO 02.....	60
4.1.3 FLO 03.....	61
4.1.4 FLO 04.....	62
4.2 Análise Granulométrica da Amostra FLO 01	64
4.3 Resultados analíticos por FRX/DRX e MEV/EDS nas frações -200, -150, -325 mesh.	66
4.3.1 Amostra FLO 01 -150 Mesh	67
4.3.2 Amostra FLO 01 -200 Mesh	69
4.3.3 Amostra FLO 01 -325 Mesh	71
4.3.4 Amostra FLO 02 -150 Mesh	73
4.3.5 Amostra FLO 02 -200 Mesh	75
4.3.6 Amostra FLO 02 -325 Mesh	77
4.3.7 Amostra FLO 03 -150 Mesh	79
4.3.8 Amostra FLO 03 -200 Mesh	81
4.3.9 Amostra FLO 03 -325 Mesh	83
4.3.10 Amostra FLO 04 -150 Mesh	85
4.3.11 Amostra FLO 04 -200 Mesh	87

4.3.12 Amostra FLO 04 -325 Mesh	89
4.4 Resultados Analíticos por Separação Magnética	91
4.4.1 Separação Magnética (via úmida).....	91
4.4.2 Resultados analíticos por EDX das frações magnéticas.....	93
4.4.3 Resultados analíticos por fusão com tetraborato de lítio/FRX na fração 1C da separação magnética	95
4.4.4 Resultados analíticos por Difractometria de raios X (DRX) nas frações da separação magnética.....	96
4.4.5 Resultados analíticos por MEV/EDS nas frações da separação magnética.	100
5 CONCLUSÕES	109
REFERÊNCIAS	112

1 INTRODUÇÃO

A produção de dióxido de titânio (TiO_2) consome mais de 90% dos concentrados dos minérios de titânio produzidos no mundo (GONZÁLES-BARROS e BARCELÓ, 1997). Dadas as suas características de opacidade, alvura, resistência ao ataque químico, poder de cobertura e ausência de toxidez é amplamente usado na produção de pigmentos metálicos empregados nas indústrias de papel, de plástico, de borracha, de fibras, de vernizes etc. (ELLIS, 1987).

Na natureza, o mineral ilmenita (Fe_2TiO_3) é a principal fonte de obtenção dessa importante matéria prima, com destaque para suas excelentes características físicas, químicas e mineralógicas, suas formas estruturais e geométricas bem definidas, que exercem um significativo papel nas associações minerais em diferentes formações geológicas.

Em termos de classificação mineralógica, a ilmenita constitui um grupo de óxidos de titânio e ferro, os quais se cristalizam no sistema trigonal com variação cristalina no hexagonal romboédrico. Sua fórmula geral é MTiO_3 , em que o “M” pode ser um dos elementos metálicos: ferro, magnésio, zinco ou manganês. Integram-se também este grupo os minerais ecandrewsita, geikielita e a pirofanita. Os principais minerais acessórios da ilmenita são zirconita, hematita, magnetita, rutilo, espinélio, albita, monazita, calcita, microclina, olivina, pirrotita, biotita e quartzo (CETEM, 2008).

Quanto ao processo de oxidação comum deste mineral na natureza, pode-se dizer que ocorre com a transformação do Fe^{+2} em Fe^{+3} (óxido férrico para óxido ferroso), resultando, com isso, alterações na sua forma cristalina para uma mistura amorfa constituída pelos compostos FeO , Fe_2O_3 e TiO_2 . A oxidação e posterior lixiviação do Fe, no processo natural de formação do minério, promovem um aumento do teor de TiO_2 , o que pode gerar os minerais rutilo, anatásio e leucoxênio, sendo este último um avançado estágio de alteração da ilmenita. Nesta fase, a ilmenita fresca é solúvel em H_2SO_4 , e HCl , enquanto nas formas alteradas são praticamente insolúveis em ácido (GARNAR e STANAWAY, 1994).

A inexistência de um produtor nacional de ilmenita capaz de atender as indústrias de transformação instaladas no país, tem levado o Brasil a empregar recursos apreciáveis com importação desse importante minério de ampla utilização na indústria.

Distribuindo-se por uma ampla faixa de rochas ígneas, metamórficas e sedimentares a ilmenita tem despertado o interesse das empresas nacionais e multinacionais que buscam viabilizar sua pesquisa e exploração, preferencialmente em cenários onde teores, custos de exploração, produção, logística e comercialização sejam favoráveis.

No biênio de 2016/2017, países asiáticos, com destaque para a Índia e China, reduziram seus níveis de produção de concentrados de ilmenita, impondo as indústrias locais consumidoras desta matéria prima, a importar elevados volumes de ilmenita, com teores mínimos de 45% de TiO₂. Este fato provocou uma elevação na cotação deste minério a valores superiores à US\$200 /ton, com viés de alta até 2025.

Na indústria, a necessidade por produtos de titânio com teores mais elevados, entre 75% e 85% de TiO₂, requer o tratamento do concentrado de ilmenita para obtenção da escória de titânio (titanium slag) e do rutilo sintético, usando, para isso o processo de lixiviação seletiva ou redução térmica do ferro e das demais impurezas. Assim, a produção de titânio é obtida com base na extração de minérios em depósitos minerais primários ou secundários. Em ambos, a ilmenita é sempre o mineral mais comum e apresenta maior volumes de reservas, em comparação ao mineral rutilo (TiO₂).

Em relação às reservas minerais, o Brasil as detém com medidas de 230,5 milhões de toneladas de ilmenita para um volume bem inferior de 11,4 milhões de toneladas de rutilo. Nesse contexto, destacam-se, como municípios produtores deste mineral, Santa Bárbara de Goiás (GO), São Francisco de Itabapoana (RJ) e Mataraca (PB), apenas este com status ativo de produção. No âmbito das projeções para consumo de dióxido de titânio, apresentadas no Plano Duodecenal (2010 – 2030) de Geologia, Mineração e Transformação Mineral – MME (Ministério de Minas e Energia), os dados indicam uma demanda em trajetória crescente de TiO₂, no país, da ordem de 10 milhões de toneladas até 2020 (BRASIL, 2011).

Neste trabalho, o minério ilmenítico que ocorre em uma sequência de rochas máficas/ultramáficas metamorfisadas, obtido em uma jazida mineral localizada no município de Floresta, no estado de Pernambuco, Brasil, foi preparado em laboratórios de processamento mineral, seguido de análises físicas e químicas a visando determinação da sua caracterização tecnológica. Os resultados analíticos obtidos por EDX e MEV-EDS com fusão por tetraborato de lítio - FRX confirmam os altos teores de dióxido de titânio no minério ilmenítico, principal alvo desta pesquisa.

A identificação de outros minerais, como a magnetita e a titanomagnetita, além da presença anômala do vanádio na maioria das análises efetuadas, destaca-o dos demais elementos metálicos que ocorrem no ambiente da jazida, como uma *commoditie* mineral de elevado valor comercial e estratégico.

O objetivo geral da dissertação, ora apresentada, consiste na caracterização da ilmenita como fonte de obtenção de dióxido de titânio (TiO₂), além dos objetivos específicos: (1) coletar

e preparar as amostras de rochas e de minérios (pilhas); (2) efetuar o balanço de massa em amostras representativas da jazida mineral em estudo; (3) obter os pós dos materiais rochosos em diferentes frações granulométricas; (4) caracterizar os pós, utilizando métodos químicos analíticos; (5) usar a separação magnética para enriquecimento ou obtenção do concentrado de dióxido de titânio (TiO_2); (6) identificar outros componentes minerais de interesse científico e uso industrial, como o vanádio (V_2O_5).

A estrutura deste trabalho é composta por cinco (5) capítulos: o capítulo 1, a introdução, aborda, de forma sucinta, o desenvolvimento da pesquisa; o capítulo 2 compreende a revisão bibliográfica a qual norteia, por meio de várias fontes, a temática apresentada; o capítulo 3 descreve a metodologia e o procedimento experimental utilizado para a caracterização do mineral em estudo; no capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados obtidos no desenvolvimento experimental; por fim, as conclusões são apresentadas no capítulo 5.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Titânio

Descoberto como elemento químico em 1791, por W. Gregori, no minério de ilmenita (FeTiO_3), o titânio (Ti) está presente em 55 grupos, formando assembleias minerais associadas notadamente com o ferro (Fe) e o vanádio (V). O titânio figura entre os dez elementos mais abundantes na crosta terrestre, visto que o Ti_4^+ está presente em cerca de 45 espécies minerais. No entanto, apesar disso, os depósitos minerais com viabilidade econômica são escassos. As principais fontes comerciais de titânio são a ilmenita (FeTiO_3), o rutilo (TiO_2), o anatásio (TiO_2) e o leucoxênio (CETEM, 2005). Um outro óxido de Titânio, perovskita (CaTiO_3), é um mineral formador de rochas alcalinas com relativa importância econômica. Normalmente tem menos TiO_2 do que seu conteúdo teórico de 59% por causa da presença de terras raras e nióbio (FORCE, 1991).

Como elemento de transição, o titânio apresenta excelentes propriedades físicas (tabela 1), dentre as quais destacam-se o elevado ponto de fusão (1668°C), o ponto de ebulição (3287°C), a baixa massa específica ($4,54\text{ g/cm}^3$) e o módulo de tensão de elasticidade (acima de $12,7 \times 10^4\text{ MPa}$). Destas propriedades, são notáveis a massa específica e o módulo de tensão de elasticidade. Apresenta-se, ainda, com a dureza (escala de Mohs) entre 5 a 6; a densidade entre $4,5$ a $5,0\text{ g/cm}^3$ e susceptibilidade magnética fraca, aumentada quando aquecida (BRAGA, FERREIRA e CAIRO, 2007).

Tabela 1 – Propriedades Físicas do Titânio.

Propriedades	Titânio
Ponto de Fusão	1668°C
Ponto de Ebulição	3287°C
Massa Específica	$4,54\text{ g/cm}^3$
Módulo de Tensão de Elasticidade	$12,7 \times 10^4\text{ MPa}$
Dureza	6,0 (Escala de Mohs)
Susceptibilidade Magnética	Fraca
Cor	Branca Metálica
Ductilidade	25% (em 50mm)

Fonte: O autor (2018).

A ductilidade é uma medida do grau de deformação plástica até a fratura. Neste contexto, os materiais podem ser frágeis, com pequena ($<5\%$) deformação plástica até a fratura, ou dúcteis, quando apresentam grande deformação plástica até a fratura. É, pois, uma

propriedade mecânica importante para aferir a deformação até a ruptura e para conhecer a capacidade de deformação plástica em processos.

A maioria dos aços apresentam massa específica em torno de $7,87 \text{ g/cm}^3$, ou seja, o dobro da massa específica do titânio. Somado a isso, tem-se o fato de que as suas propriedades mecânicas podem ser melhores que as das referidas ligas, visto que ele apresenta tensão específica e rigidez muito altas. A produção de dióxido de titânio consome, assim, mais de 90% dos concentrados dos minérios de titânio produzidos no mundo (GONZÁLEZ-BARROS e BARCELÓ, 1997) e é usado como pigmento de pó branco, promovendo luminosidade, opacidade e alvura a uma gama de produtos. O titânio metálico é usado, ainda, em indústrias metalúrgicas, químicas, elétricas, cerâmicas etc. (FROES, 1987).

2.1.1 Minerais de Titânio

2.1.1.1 Ilmenita

A ilmenita é um óxido de ferro e titânio (FeTiO_3) com composição teórica de Fe (36,8%), Ti (31,6%) e O (31,6%) (RODBARI, 2015). Como importante fonte de obtenção do dióxido de titânio, a ilmenita tem origem no nome da montanha russa Ilmenski, onde a espécie foi encontrada pela primeira vez. É um mineral duro, sem clivagem, porém, apresenta uma fratura pseudo-romboedral muito boa. Além disso, também é opaco, até em seção delgada, com traço preto a marrom avermelhado. Tende a se tornar magnético se aquecido e, algumas vezes, fracamente magnético quando está frio. Suas características físicas variam de acordo com a quantidade de magnésio presente na solução sólida e têm a capacidade de formar uma série de soluções sólidas com a geikielita (MgTiO_3) (MOTTANA *et al*, 1978).

Na mineralogia, a ilmenita não é mais considerada integrante do grupo da hematita, mas de um único grupo, que engloba os minerais de titânio, isto em consonância com a nomenclatura internacional proposta pelo Fleicher's Glossary of Mineral Species, (BACK, 2014). Os minerais ecandrewsita (óxido de titânio, zinco, ferro e manganês), geikielita (óxido de titânio e magnésio) e a pirofanita (óxido de titânio e manganês) fazem parte deste novo grupo, sendo identificados em fases cristalinas de materiais rochosos caracterizados nesta dissertação de mestrado.

Os principais minerais acessórios normalmente encontrados na rocha ilmenítica são zirconita, hematita, magnetita, titanomagnetita, rutilo, espinélio, albita, apatita, monazita, calcita, microclina, olivina, pirrotita, biotita e quartzo. O mineral, quando fresco e inalterado, é

solúvel em H_2SO_4 e HCl , todavia, as formas alteradas são praticamente insolúveis em ácido (GARNAR e STANAWAY, 1994).

Vale salientar que cerca de 88% da produção mundial de titânio é obtida da ilmenita, mineral de titânio de ocorrência mais comum, enquanto que o restante vem do rutilo, mineral com maior teor, porém mais escasso (FILHO, 2014). É possível encontrar grandes depósitos na Noruega, na Índia, no Brasil, no Canadá, na Flórida (EUA) e na União Soviética (MOTTANA *et al*, 1978).

As principais características físicas da ilmenita são apresentadas na (tabela 2).

Tabela 2 - Principais Propriedades Físicas da Ilmenita.

Propriedades	Ilmenita
Dureza (escala de Mohs)	5,0 a 6,0
Densidade (g/cm^3)	4,5 a 5,0
Brilho	Metálico a submetálico
Cor	Preta
Sistema Cristalino	Hexagonal / Trigonal
Hábito	Variado (romboédrico, lamelar, maciço, compacto, granular)
Clivagem	Ausente
Susceptibilidade Magnética	Fraca (aumenta quando a ilmenita é aquecida)

Fonte: O autor (2018).

2.1.1.2 Rutilo

O rutilo é um dióxido de titânio (TiO_2) essencialmente cristalino. Seu nome vem do latim *rutilus*, que significa “avermelhado”. A presença de impurezas, tais como SiO_2 , Cr_2O_3 , V_2O_5 , Al_2O_3 e FeO , invariavelmente reduz o conteúdo de TiO_2 para a faixa de 94 a 98% e o elevado teor em titânio faz com que ele seja o mais valorizado entre os minerais de titânio. Pertencem à sua classe mineralógica a pirolusita (MnO_2) e a cassiterita (SnO_2), dentre outros, e tem como minerais associados o quartzo, o feldspato, a ilmenita e a hematita (PERKINS, 2002). Forma cristais prismáticos alongados, frequentemente estriados, e, algumas vezes, cristais muito finos que ocorrem como inclusões fluidas em outros minerais. Aqueles achados em cristais de quartzo (quartzo rutilado) são conhecidos como "Maiden Hair" ou cruzados em 60° (sagenita). Amarelo, vermelho, marrom ou preto. Nele, geminação cotovelo ou em forma de coração (geniculado) são comuns. Ocorre como mineral acessório muito comum em rochas

intrusivas e metamórficas ou em veios de quartzo os atravessando, bem como em concentrações com outros minerais pesados em areias derivadas dessas rochas. (Mottana *et al*, 1978). Também é encontrado na Austrália, Itália, México e Brasil.

As principais características físicas do rutilo são apresentadas na (tabela 3).

Tabela 3 – Principais Propriedades Físicas do Rutilo.

Propriedades	Rutilo
Dureza (escala de Mohs)	6,0 a 6,5
Densidade (g/cm ³)	4,3
Brilho	Adamantino a submetálico
Cor	Marrom amarelado a vermelho escuro
Sistema Cristalino	Tetragonal
Fratura	Superfícies planas (sem clivagem) fraturadas em padrão irregular.
Clivagem	[1 10] distinto

Fonte: O autor (2018).

2.1.1.3 Anatásio

O nome anatásio vem do grego *anataxis* que significa “prolongamento” (BALTAR *et al.*, 2005). O anatásio (TiO₂) cristaliza-se no sistema tetragonal, possuindo cor e brilho variáveis, e, quando transparente, é usado como gema. Nas areias de praias, os grãos de anatásio apresentam-se com pequena translucidez e cores variando do amarelado ao cinza, com índice de refração acima de 2,5. O TiO₂ é um óxido de titânio trimorfo, isto é, uma das três formas polimorfas do rutilo e da brookita. Era um mineral conhecido, até pouco tempo, apenas em termos acadêmicos, situação que mudou com a descoberta de importantes ocorrências no Brasil (MAIA, 2006). As principais características físicas do anatásio são apresentadas na (tabela 4).

Tabela 4 – Principais propriedades físicas do Anatásio.

Propriedades	Anatásio
Dureza (escala de Mohs)	5,5 a 6,0
Densidade (g/cm ³)	3,9
Brilho	Adamantino, resinoso
Cor	Variada
Sistema Cristalino	Tetragonal
Clivagem	[101] Perfeito, [001] Distinto

Fonte: o autor (2008).

2.1.1.4 Brookita

A brookita é um mineral polimorfo de TiO_2 (rutilo e anatásio), cristalizado no sistema ortorrômbico. Possui a mesma cor, brilho e demais propriedades físicas semelhantes ao rutilo, diferenciando-se pelo hábito e pela clivagem. Ele pode conter, na sua estrutura química, Fe, Ta e Nb, e ocorrer, também, com a denominação de arkansita, uma variedade de cor preta, comum no Arkansas (USA). A Brookita é acessório em veios hidrotermais de baixa temperatura em gnaisses e xistos. Pode ocorrer em zonas de metamorfismo de contato e em pequenos veios hidrotermais. Associa-se a anatásio, rutilo, titanita, ortoclásio, albita, axinita, quartzo, hematita, calcopirita, calcita, clorita e muscovita. Além disso, alcança valores elevados no mercado, como peça para colecionadores de minerais.

2.1.1.5 Leucoxênio

O leucoxênio apresenta-se como partículas finas originadas da alteração da ilmenita. Ele pode ser amorfo (mineralóide) ou apresentar variados graus de cristalinidade, e seu teor em TiO_2 depende do grau de alteração da ilmenita.

O mineral é um produto de alteração de minerais de titânio, estando relacionado ao intemperismo de rochas ígneas e sedimentares, mas, também, nas rochas ígneas mais recente, as quais devem ter se formado como resultados de alteração hidrotermal (TYLER e MARSDEN, 1938). Pequenos cristais de magnetita associados com leucoxênio indicam que, sob certas condições, a ilmenita pode se decompor em magnetita e microcristais de TiO_2 (leucoxênio) na forma de rutilo, anatásio ou brookita.

2.1.1.6 Ecandrewsita

Formando, em conjunto com a geikielita e a piromorfita, o grupo da ilmenita, este mineral de composição química $(\text{Zn}, \text{Fe}^{2+}, \text{Mn}^{2+}) \text{TiO}_3$ pertence ao sistema trigonal na classe romboedral. Apresenta cor marrom escura a preta, traço marrom escuro, brilho submetálico, dureza na escala de Mohs 5 e densidade $4,8\text{g/cm}^3$. Possui hábito tabular e não tem clivagem.

2.1.1.7 Pirofanita

A pirofanita é membro do grupo da ilmenita (série ilmenita-pirofanita), com composição química $Mn^{2+}TiO_3$. Pertence ao sistema trigonal, classe romboedral e apresenta dureza na escala de Mohs 5-6, densidade relativa $4,53 \text{ g/cm}^3$, de cor vermelho sangue com variações para o amarelo esverdeado a castanho escuro. Possui brilho metálico a sub metálico, clivagem perfeita e hábito tabular ou em finas escamas.

2.1.1.8 Geikilita

A Geikilita é um mineral com composição química $MgTiO_3$ de cor preto azulado a preto castanho, traço cinza marrom, dureza 6 e densidade $4,0\text{g/cm}^3$. Apresenta-se com hábito granular prismático e tabular, translúcido a opaco, fratura conchoidal, brilho submetálico. Ocorre em rochas ultramáficas, em depósitos ferrotitanovanadíferos, associada a outros minerais portadores de titânio, como a ilmenita, pirofanita e ecandrewsita

2.1.1.9 Arizonita

Considerado uma mistura de hematita, ilmenita, anatásio e rutilo, a arizonita $Fe_2O_3 \cdot 3TiO_2$ (OVERHOLD *et al.*, apud LENER, 1997), também denominado pseudorutilo, é um mineral de cor preta, em variações para marrom, vermelha e cinza. Possui traço marrom avermelhado, dureza 3,5 e densidade $3,8\text{g/cm}^3$. Apresenta fratura conchoidal e brilho submetálico.

2.2 Vanádio

O vanádio (símbolo químico V) é o vigésimo terceiro elemento da tabela periódica de Mendeleiev, foi descoberto pela primeira vez em 1801, como minério de vanadato de chumbo, por Andrés Manuel del Rio, erroneamente identificado como cromo (HABASHI, 2002). O elemento foi redescoberto em 1830, na conversão em escória de um minério de ferro, por um químico sueco de nome Nils Gabriel Sefström, o qual nomeou-o, homenageando a deusa Escandinava da beleza e fertilidade, Vanadis (freya).

Em 1867 foi isolado na forma quase pura pelo inglês, Sir Henry Roscoe. tendo a sua alta pureza (99,7%) sido obtida após 1925, a partir dos químicos americanos J. W. Marden e M. N. Rich, reduzindo o pentóxido de vanádio (V₂O₅) com o cálcio metálico, para obtenção do vanádio metálico.

Além disso, o vanádio é um metal de transição, mais abundante que o Cobre (Cu) e o Níquel (Ni), sendo apenas ultrapassado em abundância pelo ferro, titânio, manganês e zircônio. É largamente encontrado na natureza, embora seja escassamente distribuído nas rochas em uma concentração média de 150 ppm (150 g/ton) (HABASHI, 2002). Ele provém de fontes primárias, tais como depósitos, concentrados, escória metalúrgica e resíduos de petróleo e forma mais de 60 minerais distintos, com poucos depósitos contendo mais que 1% ou 2% de V, sendo esses minerais, na sua maioria, obtidos como coprodutos juntamente com outros materiais (REESE, 2001).

Embora seja pouco e amplamente distribuído, o vanádio nunca é encontrado em seu estado puro, mas em combinação com os vários minerais que incluem a carnotita, roscoelita, vanadinita, mottramita e patronita como importantes fontes do metal (PERRON, 2001). Ademais, ele é um importante subproduto que é utilizado, quase exclusivamente, nas ligas ferrosas e não ferrosas em combinação com ferro, titânio, alumínio, cromo e outros metais, devido às suas propriedades físicas (tabela 5), tais como elevada resistência à tração, dureza, e resistência à fadiga (MOSKALYK e ALFANTAZI, 2003).

Tabela 5 – Propriedades Físicas do Vanádio

Propriedades	Vanádio
Ponto de Fusão	1929° C
Ponto de Ebulição	3380 ° C
Massa Específica	5,96 g/cm ³
Módulo de Tensão de Elasticidade	131 GPa
Dureza	6 - 7 (Escala de Mohs)
Susceptibilidade Magnética	Diamagnético
Cor	Branca Prateada
Ductilidade	Elevada

Fonte: O autor (2018).

Nesse contexto, presença do vanádio nos depósitos titanomagnetíticos tem sido alvo de estudos em muitos países, e será, assim, abordado nessa pesquisa por ocorrer em altas concentrações com relação a outros depósitos congêneres, em associação com os minerais de titânio (ilmenita e titanomagnetita), na Mina do Serrote da Pedra Preta – Floresta/PE, Brasil. As reservas medidas dos depósitos de Floresta somam cerca de 74.918.991 toneladas de titânio

e 10.900 toneladas de vanádio. O titânio apresenta uma reserva indicada adicional de 2.490.000 toneladas (DANTAS, 2000).

No Município de Maracás¹, no Estado da Bahia, Brasil, está localizada a única mina de vanádio das Américas, a mina Menchen Maracás, em homenagem ao Engenheiro de Minas Kurt Erwin Menchen, seu patrono, sendo o empreendimento de propriedade da empresa canadense Largo Resources Ltda. Esta jazida contém o mais alto teor das minas produtoras de vanádio no mundo, variando entre 1,15 e 1,26% de V₂O₅. Sua produção, em 2017, atingiu 1.165.000 toneladas de minério ROM, com 19.143 toneladas de pentóxido de vanádio (V₂O₅) contido, garantindo a posição de menor custo de produção de pentóxido de vanádio dentre as empresas produtoras do metal, no mundo, sendo a China seu maior consumidor.

Além de ser utilizado, na indústria, na formulação na obtenção de ligas metálicas, particularmente ferrovanádio e como catalisador na produção de ácido sulfúrico (PERRON, 2001), o pentóxido de vanádio também é utilizado como catalisador na produção de anidrido maleico para a fabricação de Poliéster e resinas alquídicas (HABER, 2009), como eletrólito nas baterias vanádio redox (MAGYAR, 2002) e como pigmento em produtos cerâmicos e vidro (MOSKALYK e ALFANTAZI, 2003). Além de tais utilidades, o vanádio pode ser encontrado em concentrações acima de 1% em vidros resistentes a UV (MOAWAD et al., 2002) e misturado com óxidos de tungstênio, titânio, silício e outros elementos em diversas quantidades para dar outras propriedades ao vidro (BLUME e DRUMMOND, 2004). Também é empregado em redução catalítica na indústria de óxidos de nitrogênio e emissões de enxôfre na atmosfera (VANITEC, 2009) e pode ser encontrado naturalmente em fertilizantes fosfatados, como resultante do processamento de rochas fosfáticas (MORTVEDT e BEATON 1995).

Com aplicações diversificadas no segmento metalúrgico, os Estados Unidos apresentam um altíssimo consumo de vanádio, com destaque para o uso como agente de liga para o ferro e o aço, aos quais conferem propriedades mecânicas e de resistência especialmente interessantes, desatacando-se os seguintes tipos de produtos: aço carbono, aço de liga integral, aço de alta resistência e baixa-liga (high-strength low alloy, HSLA), aços inoxidáveis resistentes à temperatura e ferro fundido (MAGYAR, 2005).

Atualmente, o uso do aço de alta-resistência e baixa liga (high-strength low alloy, HSLA), em adição ao aço temperado contendo vanádio, tem se espalhado por muitas indústrias, incluindo equipamentos de construção, gasodutos e oleodutos, produtos relacionados a transportes (trilhos de aço), varetas de solda, ferramentas metálicas e magnetos permanente. As

¹ Informações fornecidas pelo endereço eletrônico inthemine.com.br, sobre a produção de vanádio no continente sul-americano.

formas mais comuns de adição do vanádio ao aço são como ferrovanádio – FeV (definida como uma liga-mestra com uma concentração de vanádio de, pelo menos, 50% em peso), carbetos e carbonitreto de vanádio (MAGYAR, 2005).

Entre as outras ligas não-ferrosas do vanádio, cabe mencionar as do tipo ZrV₂, com a qual o vanádio é substituído parcialmente por níquel, cromo, titânio ou magnésio, usadas como materiais de eletrodo em baterias do tipo hidreto metálico/hidróxido de níquel. Por outro lado, materiais baseados em ligas de ZrV-Mn ou Zr-V-Fe, cujo principal componente é o zircônio e que contêm até 30% de vanádio, estão sendo utilizados em processos de purificação de gás e de geração de vácuo (RIBEIRO FILHO *et al.*, 2005).

Assim, catalisadores de vanádio-hidrocarboneto com resíduos (e.g., óleos) são digeridos com ácido sulfúrico com a assistência por injeção de dióxido de enxofre, muitas vezes sob condições redutoras. A solução resultante é oxidada após a remoção de impurezas precipitadas de neutralização e, em seguida, de polivanadatos parciais e/ou cálcio ou ferro vanadatos. (BAUER *et al.*, 2002).

Nos setores químico, de cerâmica e de catalisadores, há destaque para o uso do pentóxido de vanádio (V₂O₅) como catalisador, o qual é empregado principalmente nos processos de refinaria e de fabricação do ácido sulfúrico e, em menor escala, na obtenção de outros produtos químicos anidridos ftálico e maleico, antraquinona, ácido adípico, dentre outros. É também utilizado na síntese do oxitricloreto de vanádio (VOCl₃), tricloreto de vanádio (VCl₃) e tetracloreto de vanádio (VCl₄), que encontram aplicação na preparação de sistemas catalíticos de polimerização de termoplásticos (polipropileno e o polietileno linear) e de borrachas sintéticas (os elastômeros de etenopropeno-dieno ou EPDM), sendo também matérias-primas para diversos compostos orgânicos de vanádio (RIBEIRO FILHO *et al.*, 2005).

Em adição às superligas de vanádio baseadas em níquel, utilizadas particularmente na indústria aeroespacial, as suas ligas especiais com o titânio e o alumínio têm uso principal na construção de aeronaves, seja em componentes com tolerância à carga e em dispositivos de fixação, seja nas turbinas a gás, nos discos de compressores e nas palhetas de motores a jato, não se registrando ainda substituto para o vanádio nessas aplicações. O uso de suas ligas especiais com o titânio e o alumínio também vem despertando crescente interesse em outros setores industriais, a exemplo das usinas de força e das indústrias naval e nuclear (RIBEIRO FILHO e MOURA, 2005).

Outros usos do pentóxido de vanádio incluem: produção de cerâmicas e pigmentos, inibidor de corrosão em processos de absorção de CO₂, catodo de baterias recarregáveis de lítio, anti-estáticos em material fotográfico, absorvente de ultra-violeta em vidros especiais e

como matéria-prima na fabricação de carbetos, nitretos, carbonitretos, silicetos, vanadatos e sais de vanádio. Ele está disponível em diversas formas, incluindo folha metálica, grânulos, pó, barras, varas e torneados (RIBEIRO FILHO *et al.*, 2005).

Várias pesquisas realizadas a respeito da recuperação de vanádio estão no meio acadêmico, através de autores como Biswas *et al.* (1985), Vitolo *et al.* (2000) e Abdel-latif (2002) em óleos pesados, Namasivayam & Sangeetha (2006) na absorção de $ZnCl_2$ em carbono ativado, Khorfan *et al.* (2001) na fabricação de ácido sulfúrico e Ho *et al.* (1994) nos resíduos de alumina. Sua aplicação numa diversificada gama de produtos, tais como indústria siderúrgica, metalmecânica, eletroeletrônica, aeroespacial, ferroviária, marítima, automobilística, de condutores magnéticos, de formulações de cerâmicas, de compósitos, de baterias de íons de lítio, de ferramentas de aço, de catalisadores, de hidrocarbonetos e, recentemente, na área ambiental, estimula a comunidade científica a ampliar as pesquisas sobre as características tecnológicas deste estratégico elemento químico que, embora ocorra em concentrações reduzidas, possui ampla distribuição em diferentes tipologias de depósitos minerais, bem como nunca foi encontrado em estado puro, na natureza. Dessa forma, ele se constitui, neste cenário, como uma excelente oportunidade para o desenvolvimento de novos projetos extrativos no Brasil.

2.3 Depósitos Titanomagnetíticos

A produção mundial de titânio é obtida em dois tipos de depósitos: o primário e o secundário. Nos depósitos primários, o titânio ocorre na forma de ilmenita (e menos frequentemente na forma de rutilo), formando camadas e massas lenticulares, como mineral acessório em rochas ígneas e metamórficas.

A maioria dos depósitos comercialmente importantes estão associados a rochas básicas como gabro, diorito e anortositos, podendo ser dos tipos ilmenita-magnetita, ilmenita-hematita ou ilmenita-rutilo. Um dos processos geológicos importantes para a formação desses depósitos é conhecido como segregação magmática. Nesses depósitos, geralmente, a ilmenita ocorre associada a minerais, como magnetita, rutilo, quartzo, zirconita, albita, biotita e fluorapatita.

Sendo assim, o depósito de Floresta (PE) é classificado como do tipo primário e o minério é constituído basicamente por ilmenita, magnetita, hematita e quartzo. A ilmenita também pode ser encontrada em rochas do tipo pegmatitos e carbonatitos, a exemplo do que ocorre com o anatásio, mineral de titânio, nas jazidas de Tapira, em Minas Gerais (BALTAR e

CUNHA, 2004). Os maiores produtores mundiais de minerais de titânio com base em depósitos primários são Noruega, Finlândia, Ucrânia e Canadá (VELHO, GOMES e ROMARIZ, 1998).

Nos depósitos secundários de areia de praia, conhecidos como pláceres, o teor em TiO_2 apresenta-se mais elevado. A maior contribuição à produção mundial de titânio provém desses depósitos, onde ocorrem os minerais ilmenita e o rutilo. Neles, a ilmenita apresenta variados graus de alteração, resultante de um processo de oxidação, que favorece a lixiviação preferencial do ferro. Como consequência, observa-se o surgimento de espécies minerais com maior teor de TiO_2 (rutilo, anatásio e leucoxênio). Sendo assim, a ilmenita e o rutilo ocorrem geralmente associados a outros minerais pesados como zirconita e minerais de terras raras (especialmente, xenotima e monazita), além de magnetita, granada, silimanita e cromita.

No Brasil, o depósito de São Francisco de Itabapoana, RJ exibe extensões que podem variar de centenas de metros a alguns quilômetros. A largura pode chegar a 100 m, com profundidades variando entre 3,0 m e 5,0 m (SCHNELLRATH *et al.*, 2001). Atualmente, a principal mina de minério de titânio localiza-se na costa nordeste do Brasil, no município de Mataraca, a cerca de 125 km de João Pessoa (PB). A mina opera sob o controle da National Titanium Dioxide Company Ltda. (Cristal) e é responsável por 75% da produção de concentrados de ilmenita e rutilo no território nacional (MME-SGM, 2010).

Os maiores produtores de minerais de titânio provenientes de depósitos de placers são Austrália, República da África do Sul, Índia, Estados Unidos e Sri Lanka (VELHO, GOMES e ROMARIZ, 1998).

2.4 Contexto Geológico da Mina do Serrote da Pedra Preta

O contexto geológico apresentado a seguir compreende a geologia regional, geologia local, litologias, mineralizações e a gênese da Mina do Serrote da Pedra Preta – MSPP, sendo fonte substancial para consulta o Relatório Final de Pesquisa de Ilmenita, da Fazenda Exu – Floresta (PE), DNPM N°800.170/1976, Alvará N°1336/1976 – INORCAL.

2.4.1 Geologia regional

A maior parte da região é aplainada e contornada de morros, serrotes e serras que constituem inselberges em pediplanos terciários. As serras são relacionadas à superfície "Sul americana" de King (apud Barbosa, 1970) com cotas entre 800m a 850m. Os morros menores e serrotes estão relacionados ao ciclo "Soledade" de Meunier (apud Barbosa, 1970) cujas cotas

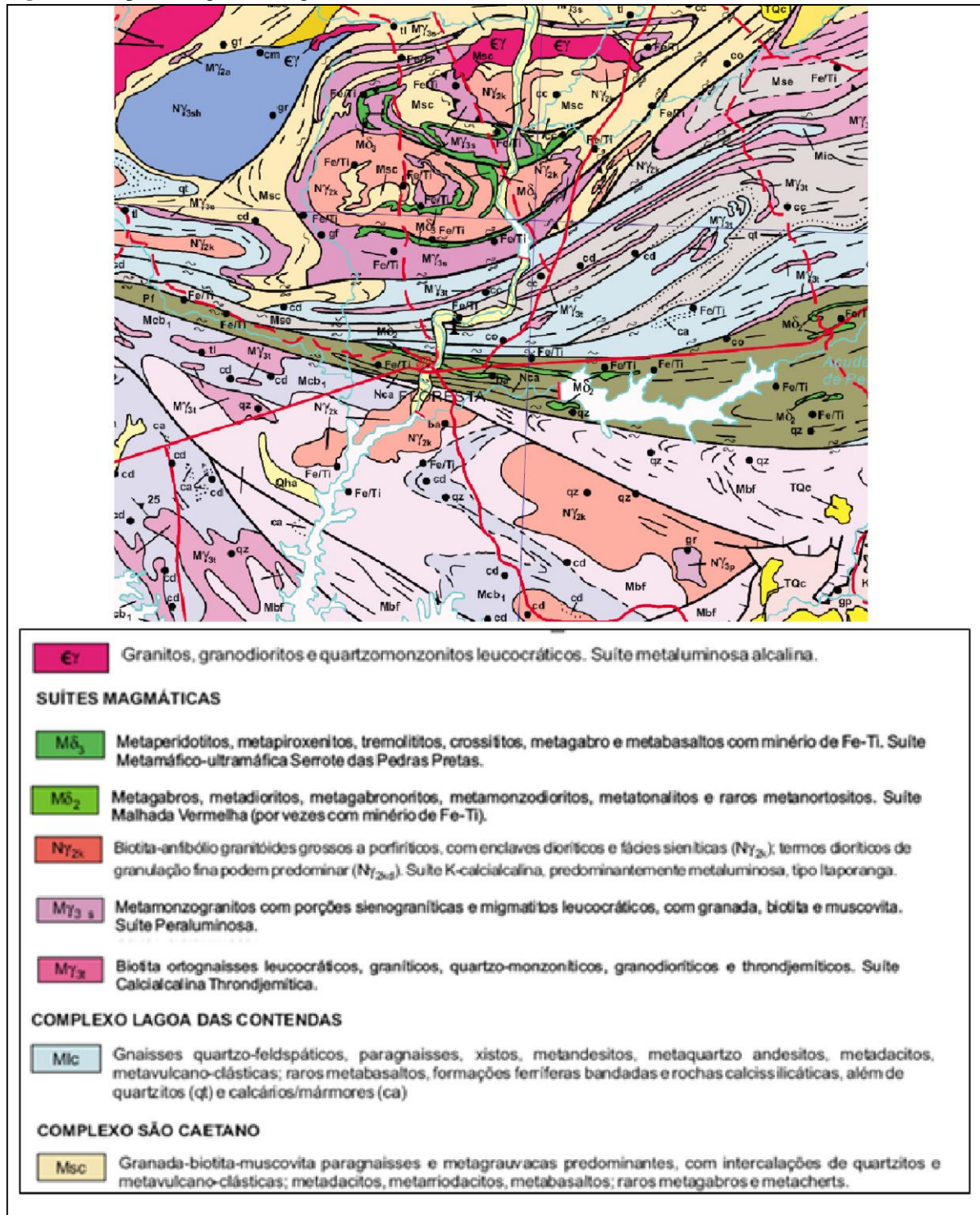
variam entre 550m a 600m. A região aplainada se classifica como de ciclo "Velhas" de King (apud Barbosa, 1970) e suas cotas variam de 330m a 450m.

No contexto geológico regional, a área se encontra em terrenos pré-cambrianos de idade em torno de 1,8 bilhões de ano, a norte da grande falha de Floresta. Está inserida no Grupo Uauá (TONIATTI, 1963), sendo os tipos litológicos mais frequentes os ectinitos (para-metamorfitos), que aparecem desde o Rio São Francisco até uma área de xistos na divisa dos estados de Pernambuco, Ceará e Paraíba. Esses ectinitos são constituídos de para-gnaisses com biotita, biotita-xistos com algum feldspato, metagrauvascas, moscovita-xistos, leptinitos, moscovita-gnaisses, moscovita-quartzitos, quartzitos puros, itabiritos e anfibolitos, calcários sacaroides, mármore e esteatitos. A abundância de anfibolitos em corpos delgados intercalados leva a se supor uma origem sedimentar para eles.

Em muitos lugares, os ectinitos do Grupo Uauá estão migmatizados, geralmente em áreas de mais intensa deformação, principalmente na área periclinal das dobras. Encontram-se também, neles, grandes e importantes corpos circunscritos de granito porfiróide, granito róseo homogêneo e sienito intrusivos. Esses maciços constituem elevações importantes acima do pediplano geral, a exemplo da Serra do Arapuã.

Posicionado discordantemente sobre as rochas do Grupo Uauá, ocorrem sedimentos recentes inconsolidados, principalmente ao longo do curso do rio Pajeú e seus afluentes maiores. A (figura 1) representa, portanto, o mapa geológico da região de Floresta – Carnaubeira da Penha (PE), constituído pelas litologias, pelas estruturas e pela localização e pelos corpos mineralizados (Fe – Ti – V) do Serrote das Pedras Pretas.

Figura 1- Mapa Geológico da Região de Floresta/PE



Fonte: Relatório Final de Pesquisa INORCAL – Processo DNPM N°800.170/1976.

2.4.2 Geologia local

Em termos de litologia, a área está constituída por migmatitos, localmente representados por rochas de composição granodiorítica, além de corpos máficos/ultramáficos metamorfisados e migmatizados de xistos e de pegmatitos.

Dos cinco corpos máficos detectados, apenas o do Serrote do Exu ou Pedra Preta, no centro-sudoeste da área, está mineralizado (local onde se situa a jazida). Sobre o tectonismo, ação relacionada às deformações submetidas às rochas pelos esforços mecânicos, existem poucas evidências relativas ao lineamento Floresta.

2.5 Litologias e Mineralizações da Mina do Serrote da Pedra Preta

Serão abordados, nos itens 2.4 e 2.5 desta seção, as principais características das litologias, mineralizações e tipos de minérios que ocorrem na área estudada, tendo como fonte de dados o Relatório Final de Pesquisa da Empresa INORCAL, apresentada ao Departamento Nacional da Produção Mineral – DNPM, processo N°800.170/1976 e Alvará N°1336/1976 – INORCAL, mineradora pioneira nos trabalhos de pesquisa da jazida.

A área mapeada na escala 1:1.000 ocupa uma superfície de 28 hectares (560m x 500m) e engloba todo corpo mineralizado conhecido como Serrote do Exu ou Pedras Pretas. A feição geológica aparenta tratar-se de um corpo máfico/ultramáfico diferenciado que foi submetido a um processo de metamorfismo. Esse corpo que hospeda a mineralização titanovanadífera encontra-se encaixado em migmatitos, que são rochas de alto grau metamórfico. Estas, por sua vez, foram classificadas em estéreis (migmatitos, xistos e pegmatitos) e as mineralizadas (anfíbolitos).

2.5.1 Migmatitos

Rocha grosseira, cinza, ligeiramente orientada, localmente de composição granodiorítica. Em subsuperfície, é nítido o processo de migmatização dela.

2.5.2 Xistos

Foram assim denominadas as rochas micáceas, de aspecto xistoso, originadas tectonicamente de rochas de composição possivelmente gabro-anfíbolitizadas cujo domínio de afloramento está ao sul do corpo mineral, como o migmatito.

Em geral, no contato sul com os migmatitos, o xisto possui uma cor castanha com mica (flogopita) desenvolvida, contendo segregações pegmatóides. Afastando-se do contato, a rocha é mais fina, esverdeada, com preservação de anfibólios decompostos. Nesse contexto, não foi possível estudos petrográficos de amostra superficial dado o grau de alteração, porém as análises das sondagens confirmaram tratar-se de anfibolitos.

Além disso, o contato do xisto com o corpo mineralizado é gradacional, ou seja, a quantidade de quartzo (SiO_2) aumenta próximo ao migmatito, diminuindo em direção ao norte até se constituir exclusivamente de anfibólio.

2.5.3 Pegmatitos

Abundantes lentes de pegmatito cortam o anfibolito e o xisto, o pegmatito está decomposto e possui uma coloração rósea e composição quartzo-feldspática, com moscovita espaçadamente distribuída na rocha. Essas lentes, ao seu modo, têm de poucos centímetros a alguns metros de espessura e orientam-se na direção E-W e possuem inclinação para norte.

Os dois maiores pegmatitos assumem uma posição aproximadamente horizontal e devem estar relacionados ao processo de migmatização. Os teores de TiO_2 e V_2O_5 das rochas estéreis correspondem aqueles do "background", ao passo que as rochas mineralizadas foram englobadas como minério. Superficialmente, ocupam uma área de 450m x 250m, cujo comprimento maior está orientado na direção WNW-ESE. Em subsuperfície, pode-se assumir este mesmo corpo como se fosse uma bacia.

2.5.4 Minério Associado aos Anfibolitos

Minério fracamente disseminado em concentrações variáveis de 3% a 12% de TiO_2 e V_2O_5 até 0,3%, com medidas de 7,90% e 0,13% (SANTOS et al., 2014) para o bloco convencionado como Bloco Sul, no cálculo de reservas, de acordo com dados apresentados no Relatório Final de Pesquisa de Ilmenita, Fazenda Exu – Floresta – Pernambuco, DNPM N°800.170/1976, Alvará N°1336/1976 – INORCAL. Segundo a bibliografia, além de ser frequente sua intercalação com outros tipos de minério, dificilmente os grãos de ilmenita são visíveis a olho nu. A rocha em superfície ocupa cerca de 60% de todo corpo mineral e em subsuperfície a sua parte basal, onde às vezes dá lugar ao xisto dela originado.

O anfibolito possui uma coloração esverdeada em diversas tonalidades, desde verde-cinza a verde-oliva. Apresenta uma textura que varia de fina a grosseira e encontra-se quase sempre parcial ou totalmente decomposto para argila.

2.5.5 Minério Disseminado

Minério muito disseminado em rochas de composição clino-piroxênica ou antofilitica e de composição olivínica. Em superfície, o primeiro possui uma pequena faixa de exposição, o que não ocorre em profundidade. O segundo, por outro lado, só existe em subsuperfície com suas características preservadas.

O clino-piroxenito e o antofilitito, compostos por ilmenita, possuem uma cor verde-oliva ou verde-cinza e estão semidecompostos a fresco, sendo mais resistentes ao intemperismo. O metaperidotito, por sua vez, apresenta-se com uma cor castanha (olivina transformada) com vênulas (calcita) brancas cortando a rocha.

2.5.6 Minério Silicoso

Este minério ocupa a parte centro norte do corpo mineral, especificamente o bloco denominado Bloco Norte de reserva medida, com uma profundidade que atinge espessura de até 10m e provém de alteração intempérica do metaperidotito pela substituição de parte dos constituintes originais por sílica secundária. A ilmenita e a magnetita-titanífera preenchem, nele, interstícios de antigos grãos de olivina. O minério, que se apresenta de forma compacta, muitas vezes friável, possui uma cor castanha (calcedônia) e é cortado por uma trama de vênulas de quartzo (boxwork).

2.5.7 Minério Maciço

Este minério está representado por pequenas lentes em contato com os tipos silicoso e disseminado, não tendo, contudo, qualquer representatividade no cômputo de reserva seja em superfície, seja em profundidade. Ele é composto por ilmenita e magnetita maciça ou mesmo compacta, apresentando uma cor preta metálica brilhante, às vezes com pequenos núcleos alterados.

Aparentemente, o corpo mineral acha-se truncado na sua parte norte, ou por uma falha posteriormente mascarada pelo processo de migmatização ou pela própria migmatização que teria sido mais intensa na borda Norte do corpo. Duas falhas, uma E-W e outra N-S foram

evidenciadas no corpo mineral, aparentemente de pouca extensão, inclinadas e de pequeno porte.

Embora já se possuísse evidências de que o jazimento não mergulhava para Norte, dois furos de sondagem (4D e 10H) foram executados para serem fundamentadas estas evidências. No entanto, eles foram de utilidade para mostrar os aspectos de transformação sofridos pelas máficas/ultramáficas originais.

2.6 Gênese

O corpo de minério de ilmenita de Floresta apresenta alguns aspectos que chamam atenção quando comparados com a maioria de outros corpos nomeados na literatura. Após estudos de campo e de laboratório, constatou-se ter esse corpo um formato alongado com eixo na direção aproximada E-W, estando encaixado em rochas migmatíticas do embasamento.

Litologicamente, o corpo mineralizado parece fazer parte de uma sequência diferenciada em que a parte basal corresponde a uma rocha de composição gabróide, que passa gradativamente para piroxenitos e olivinitos, ao topo; e com segregação de lentes de minério titanífero. Por vezes, dentro dessa faixa, ocorrem repetições de lentes mais gabróides e outras mais ricas em minério que parecem corresponder a variações dentro do magma.

Percebe-se, portanto, que toda a sequência de rochas onde ocorre o minério foi afetada por metamorfismo de fácies anfíbolito que provocaram a transformação de olivina e piroxênio a antofilita, talco e hornblenda, sendo que este processo deve estar ligado à fase de granitização que atuou na região, pois é fato comum a formação de antofilita pela alteração da olivina e piroxênio em zonas de granitização.

A partir disso, algumas considerações genéticas podem ser tiradas após os estudos petrográficos e calcográficos de rochas e minérios neste jazimento:

- a. A variação de olivinitos e gabros sugerem um processo de cristalização de um líquido basáltico toleítico;
- b. A presença de faialita, bem como a pequena quantidade de exsolução nas ilmenitas e magnetitas, são resultantes dos processos de separação de fases cristalinas a partir de um mineral estável. Em condições de P e T mais altas, ao mudarem as condições termodinâmicas, geralmente pela diminuição lenta da temperatura, produzem reações metamórficas, dentre outras indicativas da formação de rochas em temperaturas altas com resfriamento bastante rápido;

- c. As lamelas de ilmenita na magnetita-titanífera foram formadas por posteriores oxidações;
- d. A presença de ilmenita sempre intersticial em relação à massa silicática sugere a formação dos minérios a partir de um líquido residual cada vez mais enriquecido em TiO_2 .

Diante do exposto acima, podemos concluir que esse corpo de minério provavelmente corresponde a um corpo diferenciado a partir de magmas basálticos toleíticos ricos em titânio e é colocado a temperaturas altíssimas. Toda a sequência magmática foi afetada por metamorfismo que mascarou alguns traços da rocha original e transformou-as em antofilita-anfibolitos e hornblenda-anfibolitos. Sendo assim, somente estudos mais detalhados poderiam produzir melhores argumentos sobre o comportamento da mineralização.

Pesquisas recentes nos complexos máficos e ultramáficos na região de Floresta/PE (Suíte Serrote das Pedras Pretas) e Bodocó (Fazenda Esperança), na Província da Borborema, consideram, em tais litologias ultramáficas, a inclusão de metadunitos, de olivina cumulados, de piroxenitos, de cromititos (ocorrem em Bodocó) e de ilmenomagnetititos, mostrando texturas cumulática e membros máficos compostos por granadas anfibolitos e meta-hornblenditos grossos.

Nesse sentido, de acordo com (LAGES, 2014):

estes complexos e depósitos minerais não são comparados com os modelos clássicos de depósitos de Ferro-titânio mundiais associados a complexos acamadados, anortosíticos e/ou alcalinos, e se assemelham aos exemplos de fragmentos reliquiais de produtos relacionados à subducção, como complexos de cumulados de arco, similares a complexos do tipo Alaska. Este tipo de complexo é amplamente considerado como formados em zonas de suprasubducção sendo representantes de magmas associados a arco ou como complexos formados nas raízes de arco, podendo representar sequências ofiolíticas.

Ainda de acordo com Lages (2004), os depósitos econômicos de Fe-Ti, associados aos corpos ultramáficos e máficos, e inclusões em granito cedo-ediacarano devem estar associados parcialmente por acumulação primária cumulática a intercumulática nos membros ultramáficos e secundariamente formando rutilo (até 12%). Este seria, portanto, gerado pelo particionamento mineral do titânio, entre as fases silicáticas e óxidos durante o estágio metamórfico de alto grau, e, finalmente, pelas interações hidrotermais durante o encapsulamento desses corpos, como xenólitos pelo granito, durante a sua colocação.

2.7 Lavra

Os depósitos primários de minerais de titânio quase sempre são lavrados pelo método a céu aberto. O minério é desmontado por explosivo e transportado por caminhões até os equipamentos de cominuição. A empresa Titânio Goiás S/A, no Município de Santa Bárbara (GO), explora uma mina a céu aberto de um depósito mineral primário associado a um complexo ígneo gabro-anortosítico. O minério ilmeno – magnetítico ocorre na forma de camadas constituídas de ilmenita, magnetita, espinélio e hematita, encaixado em rochas do tipo gabro.

Desse modo, nos depósitos secundários, a lavra ocorre em leitos aluvionares ou em areia de praia, e consiste na remoção do capeamento seguida da lavra do corpo mineralizado, geralmente por meio de dragas (washing plants) com capacidade de até 2.500 ton/h. Algumas dragas utilizam caçambas chamadas de alcatruzes, que facilitam a retomada do minério na frente de lavra. Os depósitos de areia de praia contêm cerca de 98% de minerais de ganga que são separados e devolvidos à cava, como enchimento. Há, assim, uma tendência para utilização de unidades móveis para a pré-concentração na própria frente de lavra, onde praticamente todo o rejeito é retornado à cava para reabilitação.

No Brasil, a lavra do minério de Mataraca (PB), que é feita a céu aberto, utiliza tratores de esteira. Existem, nela, três frentes de lavras, das quais duas trabalham simultaneamente para melhor homogeneização do minério lavrado. Ele é enviado à usina de concentração flutuante, onde é obtido um pré-concentrado de minerais pesados, por meio de transportador de correia (SAMPAIO *et al.*, 2001). Na mina da INB – Indústrias Nucleares do Brasil, em São Francisco de Itabapoana (RJ), após a remoção de cerca de 25 cm de capeamento rico em matéria orgânica, a lavra é realizada com uma escavadeira hidráulica, a partir da qual uma frota de caminhões basculantes transporta o minério lavrado até a usina de concentração (SCHNELLRATH *et al.*, 2001).

2.8 Processamento

Na bibliografia, poucos estudos são encontrados sobre o efeito de minerais portadores de titânio no processamento mineral (TURRER *et al.*, 2014). O processo de concentração nas usinas de beneficiamento desse minério depende do tipo de depósito mineral, cuja origem geológica, naturalmente, tem influência na granulometria de liberação e na composição mineralógica da ganga.

Nos depósitos primários, o processo é iniciado com as etapas de britagem e moagem para promover a liberação da ilmenita. Neles, geralmente, a ganga é constituída, principalmente, por magnetita, hematita, quartzo, albita etc. A magnetita tem densidade de 5,18 g/cm³ e, em termos de susceptibilidade magnética, é classificada como mineral magnético a fortemente magnético (faixa de campo de 5.000 a 10.000 Gauss) e comporta-se como mineral condutor (DANA, 1976; SAMPAIO, 2002). Por outro lado, a hematita (Fe₂O₃) tem densidade de 5,26 g/cm³ e é um mineral fracamente magnético (faixa de campo de 13.000 Gauss) e condutor. Já o quartzo e a albita possuem densidade em torno de 2,7 g/cm³ e são minerais não-magnéticos e não-condutores.

A concentração de ilmenita, pode, desse modo, ser obtida por meio de métodos gravíticos e magnéticos. Para a sua separação gravítica, têm sido usados equipamentos como espirais, mesas concentradoras, cones Reichert e jigues (NAIR, 1980; FAN e ROWSON, 2000). No que diz respeito à flotação, esta é usada para a concentração de finos, naturais ou gerados no circuito de cominuição, atuando em faixas granulométricas inadequadas para os métodos gravíticos, podendo ser realizada com ácidos graxos e seus sabões, sulfonatos, aminas ou sucinamatos (BALTAR e CUNHA, 2004).

A ilmenita caracteriza-se, pois, por apresentar pouca susceptibilidade à flotação, resultando em baixos valores de recuperação (ZHONG e CUI, 1987; FAN e ROWSON, 2000). Nesse contexto, Fan e Rowson (2000) observaram a influência do estado de oxidação das espécies Ti⁴⁺ e Fe²⁺ nas propriedades superficiais da ilmenita e conseguiram elevar a recuperação da flotação, com oleato de sódio, de 65% para 83% com o uso de um ativador.

Por sua vez, nos depósitos de placers, ao contrário do que acontece nos depósitos primários, o minério está na forma de areia, não necessitando de etapas de cominuição. O minério é constituído por ilmenita, rutilo, outros minerais pesados (zirconita e monazita, por exemplo) e tem o quartzo como o principal constituinte da ganga. Portanto, os depósitos de areia de praia possuem características que favorecem a concentração gravítica, desde que a granulometria dos minerais de titânio esteja na faixa granulométrica entre 1,5 e 0,074 mm (CETEM, 2005).

No Brasil, as duas principais usinas de titânio, provenientes de placers, utilizam essa combinação de métodos gravíticos, magnéticos e de alta tensão. Na usina da Cristal, por exemplo, em Mataraca (PB), após a eliminação de material orgânico e areia grossa, o minério passa por métodos gravíticos de concentração (cones Reichert e espirais), por concentração magnética em separadores Jones e, posteriormente, por separadores Carpcó de alta tensão. O

processo proporciona concentrados de ilmenita com 54,5% TiO_2 e de rutilo com 94,5% TiO_2 (SAMPAIO *et al.*, 2001).

Já na usina da INB - Indústrias Nucleares do Brasil, em São Francisco de Itabapoana (RJ), o minério na faixa granulométrica entre 0,1 e 2,0 mm é inicialmente concentrado em espirais. Após a secagem, o pré-concentrado obtido passa por separação magnética em equipamentos dos tipos separador de tambor, de esteira e, em seguida, por separador eletrostático. No processo são obtidos concentrados de ilmenita com mais de 54% TiO_2 e de rutilo com 94% TiO_2 (SCHNELLRATH *et al.*, 2001).

A aplicação da separação magnética ao processamento mineral depende, assim, da susceptibilidade magnética dos minerais a serem processados, enquanto o método eletrostático de beneficiamento de minérios considera a condutividade elétrica dos minerais como propriedade básica de separação (SAMPAIO e LUZ, 2002).

O uso da separação magnética no beneficiamento de minérios consiste, então, não só na remoção dos minerais de ferro considerados contaminantes, como também na concentração de minérios a exemplo da hematita contida na rocha itabirito. Posto isso, o progresso obtido na ciência dos materiais e na tecnologia de fabricação de novos equipamentos de separação magnética permitiram o desenvolvimento de campos magnéticos de elevadas intensidades, incluindo gradiente de campos mais elevados. Esses avanços proporcionaram o uso mais diversificado da separação magnética na área de tratamento de minérios, que chegaram com emprego dos separadores de ímãs permanentes de terras-raras e os separadores com tecnologia dos supercondutores (SAMPAIO e LUZ, 2002)

Todavia, a separação eletrostática ainda é o processo indicado no beneficiamento de minérios, como areia monazítica, minerais pesados, ilmenita, rutilo, zircônio, granada, dentre outros. Por outro lado, o controle ambiental, cada vez mais exigente, proporciona o emprego desses processos na separação de metais e plásticos, na reciclagem de materiais.

Sendo assim, de acordo com Sampaio e Luz (2002) um importante parâmetro na escolha dos separadores magnéticos por via seca ou via úmida é a susceptibilidade magnética, propriedade física determinante do comportamento do magnetismo em rochas e minerais, sendo assim classificados:

- Ferromagnéticos: Na natureza existem três elementos que são ferromagnéticos, o ferro, o cobalto e o níquel. O comportamento magnético de uma amostra ferromagnética, que tem a magnetita como o mineral que melhor representa este grupo, pode ser caracterizado pela sua curva de histerese. Desse modo, nota-se que quando o campo induzido H volta a zero, a amostra guarda uma magnetização residual chamada de

magnetização remanescente. A partir dessa magnetização remanescente, podemos inferir a história magnética das rochas.

- Paramagnéticos: São aqueles fracamente atraídos pelo campo magnético, apresentando suscetibilidade positiva com ordem de grandeza entre 10^{-5} e 10^{-3} (SI). Um exemplo de mineral paramagnético é a ilmenita (FeTiO_3).
- Diamagnéticos: Possuem suscetibilidade magnética negativa e, portanto, são repelidos, quando submetidos a um campo magnético. Neste caso, além do quartzo, destacam-se a magnesita, a calcita, a barita, a fluorita, a esfalerita, a vanadinita, dentre outros.

A suscetibilidade magnética de algumas rochas e minerais é abordada por Miranda (1990) e apresentada nas (tabelas 6 e 7), com seus respectivos valores.

Tabela 6- Susceptibilidade magnética em rochas (unidades 10^{-6} SI).

Tipo	χ(SI)
Dolomito	-12.5 a 44
Calcário	10 a 25000
Arenito	0 a 21000
Xisto	315 a 3000
Gnaisse	125 a 25000
Serpentinito	3100 a 75000
Granito	10 a 65
Riolito	250 a 37700
Gabro	800 a 76000
Basaltos	500 a 182000
Peridotito	95500 a 196000

Fonte: (Miranda, 1990).

O valor de χ não é necessariamente constante para uma dada substância, podendo ser função do valor do campo H. Assim, apresentam-se nas tabelas uma gama de valores de χ , para cada rocha ou mineral, assim como o seu valor "médio", que corresponde a uma média pesada de observações laboratoriais.

Tabela 7 - Susceptibilidade magnética em minerais (unidades 10^{-6} SI).

Tipo	χ(SI)
Grafita	-80 a -200
Quartzo	-15
Sal Gema	-10
Calcopirita	400
Pirita	50 a 500
Hematita	420 a 38000
Pirrotita	1250 a 6.3×10^6
Ilmenita	314000 a 3.8×10^6
Magnetita	70000 a 2×10^7

Fonte: (Miranda, 1990).

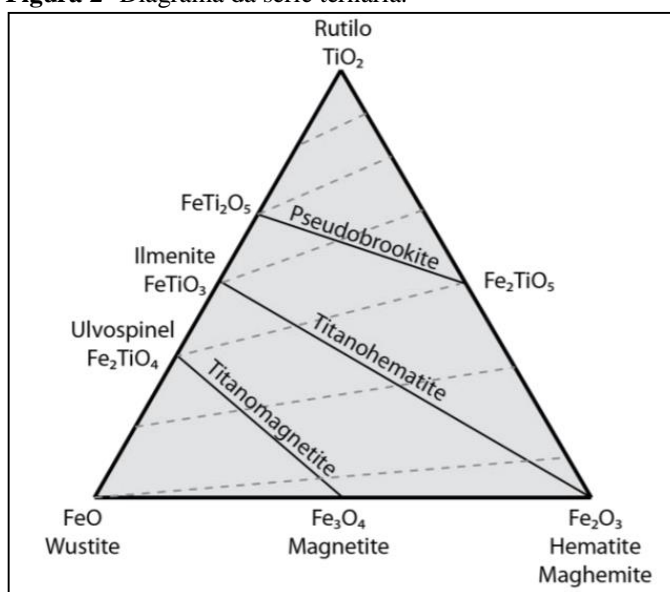
Apesar de haver uma grande variedade nos valores apresentados, é possível dizer que as rochas sedimentares apresentam parâmetros mais baixos de susceptibilidade média e as rochas ígneas (básicas) os mais altos. De uma forma geral, as rochas máficas são mais magnéticas que as siliciosas, os basaltos são mais magnéticos que os riolitos e os gabros mais magnéticos que os granitos.

Para a mesma composição química, as rochas extrusivas têm magnetização remanescente mais alta e susceptibilidade mais baixa que as rochas intrusivas. Nas rochas sedimentares e metamórficas, os valores da magnetização são muito baixos. Em todos os casos, o valor da susceptibilidade depende da quantidade de minerais ferrimagnéticos presentes, em especial a magnetita ou a pirrotita.

Os minerais que contribuem de forma mais decisiva para a magnetização das rochas pertencem à série ternária – $\text{FeO} - \text{TiO}_2 - \text{Fe}_2\text{O}_3$. Somente uma parte deles apresentam propriedades magnéticas na temperatura ambiente. Eles definem duas séries, qual sejam, a série das titanomagnetitas ($\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$), onde x = concentração de titânio e, as titanohematitas ($\text{Fe}^{+2}_y\text{Fe}^{+3}_{2-2y}\text{Ti}_{+4}\text{O}_{3-2}$, onde y = concentração de titânio).

Em altas temperaturas, formam séries de solução sólida para todos os valores de concentração de titânio, entretanto, composições intermediárias só sobrevivem se o resfriamento for rápido, como nas pillow lavas submarinas formando fases simples de titanomagnetita com 60% de titânio.

Quando o resfriamento é lento, ocorre o processo de exsolução, o qual resulta o intercrescimento de uma fase rica em titânio (ilmenita) e outra fase rica em ferro (magnetita ou hematita). O resultado para a titanomagnetita é a formação de lamelas de ilmenita intercaladas com lamelas de magnetita. Este processo de oxidação de altas temperaturas é chamado de oxidação deutérica e tem implicações importantes para a estabilidade de minerais magnéticos, ao passo que em processos de oxidação em baixas temperaturas, resultante do intemperismo, é denominado maghemitização. Em referência a série das pseudobroquitas, também mostrada no diagrama (lado oposto à ilmenita) é composto por minerais paramagnéticos à temperatura ambiente e incapazes de portar magnetização remanente, não sendo importante para o paleomagnetismo. Os componentes minerais são representados no diagrama da série ternária (MIRANDA, 1990), na figura 2.

Figura 2- Diagrama da série ternária.

Fonte: Miranda, J.M. 1990.

2.9 Processos de Produção de Produtos de Titânio

A necessidade de produtos de titânio com teores mais elevados motivou o tratamento do concentrado ilmenita para obtenção da escória de titânio (titanium slag) e de rutilo sintético com teores entre 75 e 85% de TiO₂. As alternativas de processo para produção de rutilo sintético são a lixiviação seletiva ou a redução térmica do ferro e demais impurezas.

Sendo assim, o primeiro processo consiste em submeter a ilmenita a tratamentos de oxidação e redução, seguido da etapa de lixiviação do ferro. O rutilo sintético tem uma composição química aproximada daquela do rutilo natural, mas, sendo um resíduo de lixiviação, possui considerável porosidade, utilizado no processo de cloretação para produção do dióxido de titânio.

Por sua vez, a escória de titânio é produzida por meio de processos pirometalúrgicos, que consiste em adicionar cal (até 10%) e carvão (de 8 a 10%) e, em seguida, aquecer a mistura a uma temperatura entre 1.500° C a 1.700° C. Durante a operação, o produto de titânio (com cerca de 80% de TiO₂) é removido como escória, daí o nome escória de titânio, que, após resfriamento, passa por uma britagem seguida de peneiramento.

Nesse processo de fusão, em forno a arco, o ferro é obtido como gusa (*pig iron*) no afundado. Dessa forma, dependendo das impurezas, o produto pode ser utilizado em ambos os processos para produção de dióxido de titânio (sulfatação ou cloretação), produzido nos Estados Unidos desde 1918 (LYND, 1985). Os processos mais usados para obter pigmentos de titânio são, pois, a sulfatação e a cloretação, as quais usam como matérias-primas concentrados de ilmenita e de rutilo (sintético ou natural).

Os fatores básicos que influenciam na seleção de um desses processos são: a escassez de rutilo necessário ao processo de cloretação em contraposição à quantidade de ilmenita necessária ao processo de sulfatação; o fornecimento de cloro e oxigênio, nem sempre disponível com facilidade; o fornecimento de enxofre, sempre com maior disponibilidade que o cloro; e a geração de efluente nocivo ao meio ambiente, mais elevado no processo de sulfatação.

Dependendo do processo empregado na produção do dióxido de titânio e do tratamento final da superfície, o pigmento pode apresentar diferentes propriedades funcionais, como dispersão, durabilidade, opacidade e tonalidade. Nesse sentido, uma tonelada de cloreto produz de cinco a seis toneladas de pigmento e o consumo de cloreto depende da quantidade de ferro contido no rutilo. Posto isso, a ilmenita não pode ser usada nesse processo pelo seu elevado teor em ferro, o que implicaria na formação de grande quantidade de rejeito, como cloreto de ferro.

No que diz respeito ao hidróxido de cálcio, este é adicionado ao cloreto de ferro, resultante do processo, produzindo hidróxido de ferro e cloreto de cálcio, os quais podem ser descartados sem causar grandes problemas ambientais. O efluente gerado no processo varia com a matéria-prima de TiO_2 e é quatro vezes menor em volume que aquele produzido pelo processo de sulfatação.

As especificações da matéria-prima para esse processo exigem, portanto, o controle de elementos químicos (Mg, Mn, Ca, P, etc.) que favorecem a formação de cloretos com temperatura de ebulição superior a do reator. Quanto mais elevados são os teores dessas impurezas, mais frequentes as paradas do reator, em um processo em que pequenas quantidades de urânio e tório são inaceitáveis.

2.10 Processos Industriais para Obtenção de Pigmentos Metálicos

2.10.1 Obtenção de pigmentos (TiO_2) processo por sulfatação

Os pigmentos de dióxido de titânio ou titânia (TiO_2) são produzidos atualmente tanto pelo processo a partir de cloretação, quanto pelo processo de sulfatação. Este processo, no que se refere à obtenção de pigmentos, consiste, desde 1919, na secagem e classificação da ilmenita ou slags de titânio por corrente de ar. Nesse sentido, é preciso destacar que leucoxênio e rutilo não podem ser usados nesse processo por serem insolúveis ou parcialmente solúveis (BALTAR *et al*, 2008).

O minério seco com uma granulométrica específica reage com ácido sulfúrico para formar um aglomerado de fusão sólido. Esse aglomerado consiste em sulfatos de titânio, ferro e outros ingredientes metais do minério. O sulfato ferroso é removido, após o resfriamento, por centrifugação. Em seguida, a solução ácida de sulfatos de titânio é hidrolisada com soda cáustica, formando hidróxido de titânio que é precipitado, por hidrólise, e depois filtrado e calcinado. O processo por sulfatação produz, assim, a forma de pigmento denominado anatásio, o tipo mais indicado para uso em indústrias de papel, cerâmica e tinta para impressão.

2.10.2 Obtenção de pigmentos (TiO₂) processo por cloretação

O processo de cloretação é o mais jovem dos dois processos de produção de pigmento de TiO₂, sendo desenvolvido no século passado, pela Companhia Dupont de Nemour. Nele, o rutilo natural ou sintético é reagido com gás de cloro e coque num reator de leito fluidizado (clorador) na presença de oxigênio. Portanto, o monóxido de carbono formado intermediariamente graças à reação de Boudouard extrai oxigênio do minério de titânio e, assim, a reação com cloro pode ocorrer (FAZENDA, 2009).

À parte do titânio, todos os outros átomos de metais reagem para formar cloros que são voláteis nas condições de reações utilizadas, com exceção do MgCl₂ e CaCl₂. Após a cloração, o TiCl₄ é separado da maioria dos outros produtos da reação via condensação. Subsequentemente, agentes de redução são utilizados no TiCl₄ condensado para reduzir o tetracloreto de vanádio (V₄+Cl₄) e o óxido de cloreto de vanádio (V₅+OCl₃) para tri-cloreto de vanádio (V₃+Cl₃), sendo rota química para separação de cloretos de titânio e vanádio por destilação. Até os traços mais leves de vanádio nas partículas de titânio (aproximadamente de 5 ppm em diante) já ocasionam descolorações, por exemplo, amarela, no titânio.

O TiCl₄ purificado é, então, reagido num forno especial sobre excesso de oxigênio em temperaturas variando entre 1400°C a 1600°C para produção de TiO₂. Segundo Baltar et al (2008), atualmente há uma tendência mundial de utilização do processo de cloretação, e aproximadamente 60% do dióxido de titânio produzido no mundo é oriundo dessa rota de processo.

2.10.3 Usos e destinação dos produtos de titânio

O maior consumo de titânio no Brasil é destinado à fabricação de tintas, esmaltes e vernizes (52%), seguido pela siderurgia (36%), produção de ferro-ligas (11%) e outras destinações como soldas, anodos para galvanoplastia e indústria de pisos e revestimentos que absorve aproximadamente 1% desse metal (BRASIL, 2010).

O Brasil é o único produtor de pigmentos de dióxido de titânio da América do Sul. No país, são produtores de TiO_2 a Millenium Inorganic Chemicals do Brasil S.A (Camaçari – BA) que responde por 62% da produção nacional e a Dupont (Uberaba – MG) com 38%. Os pigmentos de dióxido de titânio têm grande aplicação na produção de tinta verniz (aproximadamente 50% do total) pela atribuição de elevado grau de refração à luz, opacidade e capacidade de ocultação de imperfeições existentes nas superfícies onde são aplicadas. Além de sua inércia química e toxicidade nula, pode ser empregado como eletrodo nas células fotoeletroquímicas (ATKINS, 2001).

No cenário mundial, o segundo maior campo de aplicação dos pigmentos é na indústria papelreira, particularmente na fabricação de papel fotográfico. Todo o plástico básico produzido requer a adição de pigmento de titânio que também é requerido na produção de borracha para pneus, esmalte para porcelanas, encerados, revestimentos de paredes e fibras de vidro (RACHAS, 2010).

Além de utilizado no segmento de produção de tintas, o titânio é aproveitado ainda como matéria-prima para a indústria, encontrado na forma de chapas, barras, tubos, varetas, folhas, placas, canos e peças semi-acabadas, sendo requisitado amplamente nos segmentos aeroespacial e nanoaeroespacial, nos trocadores de calor, na indústria química, na indústria naval, na indústria nuclear, na indústria bélica e na indústria de produtos para consumo.

Considerando a excelente resistência à corrosão, alta força específica e biocompatibilidade, a utilização do titânio e de suas ligas como biomaterial é encontrado como constituinte de bombas de corações artificiais, marcapassos, parte de válvulas para coração, próteses dentárias e audiológicas e, ainda, em próteses e implantes de juntas e ossos e próteses de ossos humanos, estas quando o material se encontra poroso, seja na área dental ou ortopédica (BRAGA e FERREIRA, 2007).

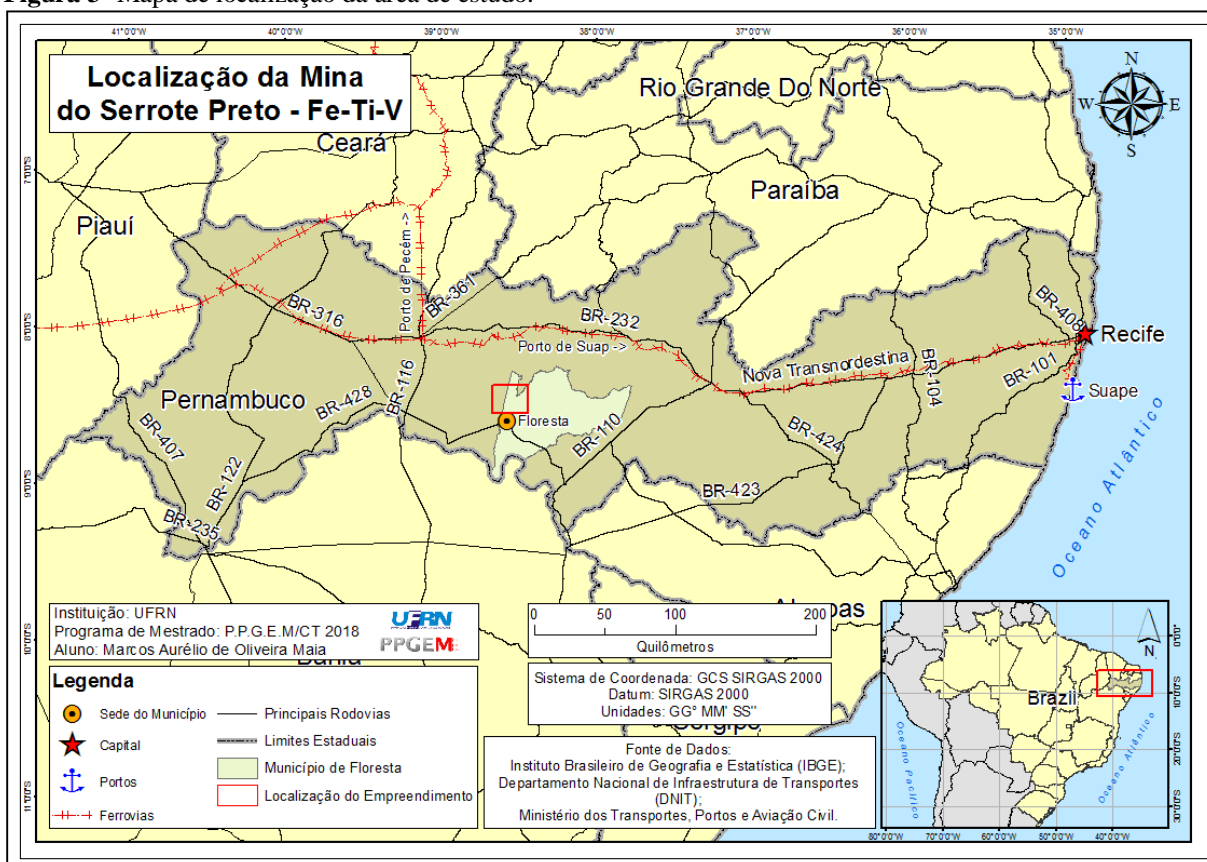
3 MATERIAIS E MÉTODOS

O ambiente de estudo e ponto de partida dessa dissertação de mestrado foi a Mina do Serrote da Pedra Preta, localizada no Município de Floresta, no Estado de Pernambuco, Brasil, de propriedade da Empresa PPM – Planejamento e Pesquisa Mineral SC Ltda., que nos concedeu total apoio para a realização deste trabalho acadêmico.

3.1 Localização da Área de Estudo

A área do empreendimento onde a pesquisa foi desenvolvida corresponde a 960 hectares e situa-se a 433 km a sudoeste da capital Recife. A mina está localizada a 13km ao Norte do Município de Floresta, conforme mapa de localização da área de estudo (IBGE – DNIT), na figura 3.

Figura 3- Mapa de localização da área de estudo.



Fonte: O autor (2018).

3.2 Amostragem

A amostragem para o estudo de caracterização do minério ilmenítico na Mina do Serrote da Pedra Preta foi executada seguindo padrões convencionais, empregados na coleta de amostras *in situ* (afloramentos), bem como em materiais já processados (pilhas de minérios). Por outro lado, a aquisição dos materiais de partida ocorreu em quatro ambientes situados nas escavações a céu aberto e em áreas contíguas à cava da mina, onde parte dos materiais rochosos extraídos encontram-se depositados em forma de pilhas.

Os ambientes selecionados receberam a nomenclatura de: Pilha de Minério Grosso (FLO 01); Piso da Cava (FLO 02); Talude da Cava (FLO 03); Pilha de Minério Fino (FLO 04), com a respectiva particulometria, em destaque na tabela 8.

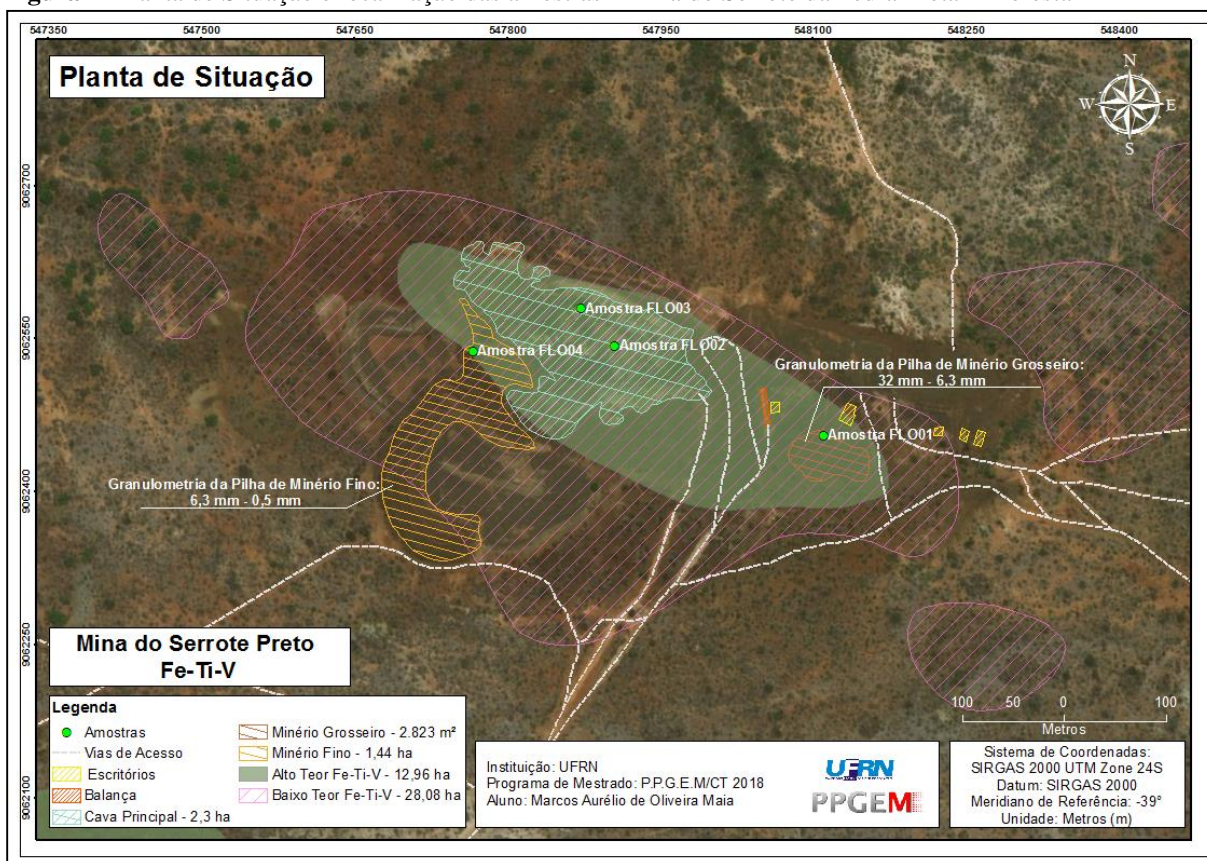
Tabela 8– Nomenclatura e particulometria das amostras

Amostra	Denominação Original	Granulometria (mm)
FLO 01	Minério Grosso	< 6,3 < 31,7
FLO 02	Piso da Cava	< 76 < 250
FLO 03	Talude da Cava	< 250 < 1000
FLO 04	Minério Fino	< 4,7 > 0,5

Fonte: O autor (2018).

Para a amostragem, foram utilizadas ferramentas manuais do tipo alavancas, enxós, pás, picaretas e marretas, além de sacos plásticos, fitas adesivas e etiquetas. A localização dos pontos de amostragem, as vias de acesso, as instalações físicas, a balança, a cava principal (área aproximada de 2,3 hectares), bem como as zonas sinalizadas com variações de teores de ferro, titânio e vanádio (Fe-Ti-V) podem ser visualizados na planta georreferenciada de situação da mina, obtida através do sistema de coordenadas SIRGAS 2000 – UTM Zona 24 – S, apresentada na figura 4.

Figura 4- Planta de Situação e localização das amostras - Mina do Serrote da Pedra Preta – Floresta – PE



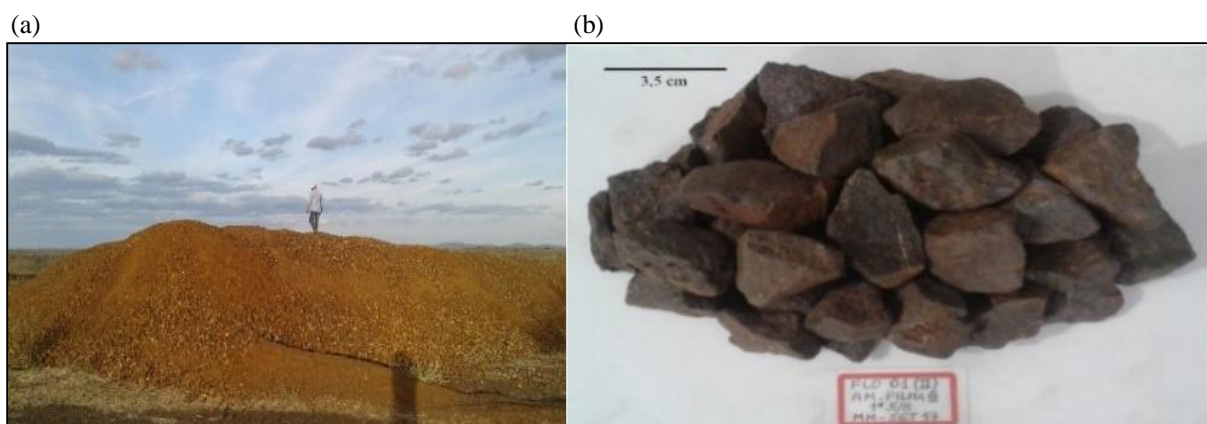
Fonte: O autor (2018).

3.3 Descrição das Amostras

As amostras utilizadas neste trabalho dissertativo foram descritas de acordo com as características físicas, em escala macroscópica, e classificadas pelo tamanho das partículas e fragmentos rochosos representativos.

A amostra FLO 01 foi obtida em uma pilha de minério constituída por partículas grosseiras, com tamanho variando entre 6,3mm e 31,7mm, coloração marrom escura, aspecto homogêneo e bastante compacto. Trata-se, pois, de material que foi submetido apenas à fragmentação primária (britagem), ocupando uma área na superfície de aproximadamente 0,28 hectares (figura 5).

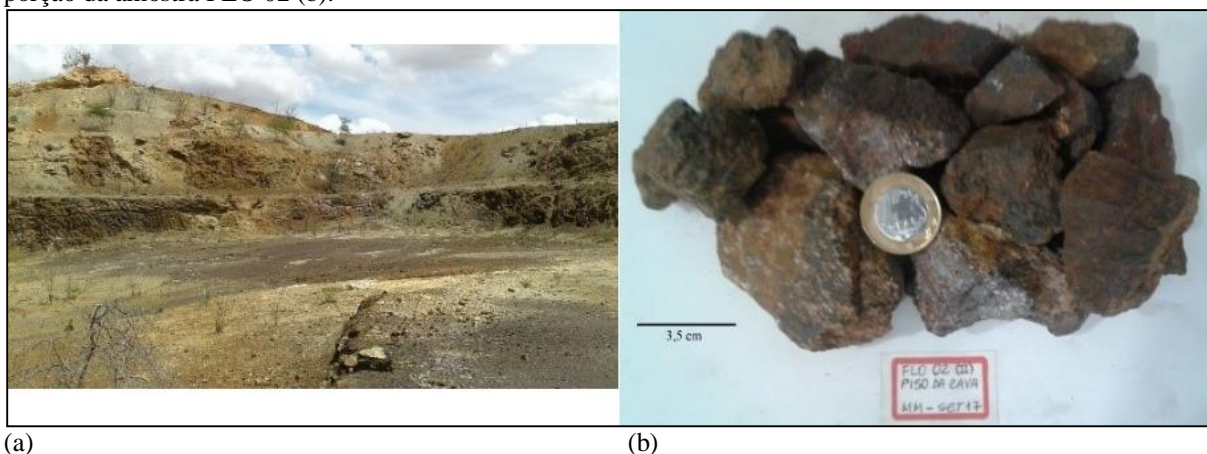
Figura 5- Imagem da Pilha de Minério Grosseiro onde foi coletada a amostra denominada FLO 01 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 01 (b).



Fonte: o autor (2017).

Por outro lado, a amostra FLO 02 refere-se ao material rochoso *in situ*, coletado nos afloramentos de rocha mineralizada com ilmenita (anfíbolitos), situada no piso da escavação. Os fragmentos com tamanho variando entre 76mm e 256mm não apresentam homogeneidade, em função da variação na composição mineralógica do material rochoso que apresenta uma coloração cinza escura e ocupa uma área de cerca de 2,3 hectares (figura 6).

Figura 6 - Imagem do Piso da Cava onde foi coletada a amostra denominada FLO 02 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 02 (b).

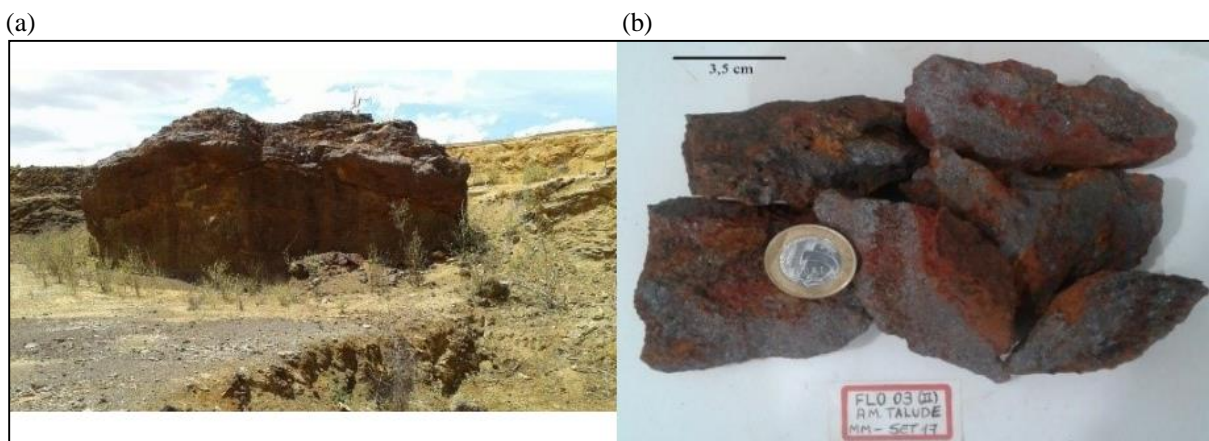


Fonte: O autor (2017)

A amostra FLO 03 foi extraída de material rochoso *in situ*, localizado nos taludes da escavação, com tamanho variando entre 250mm e 1000mm, coloração marrom avermelhada, aspecto heterogêneo, apresentando, apesar de compacto, níveis de intensa oxidação. Posiciona-

se na zona de contato com a borda da cava da mina, com área de aproximadamente de 2,3 hectares (figura 7).

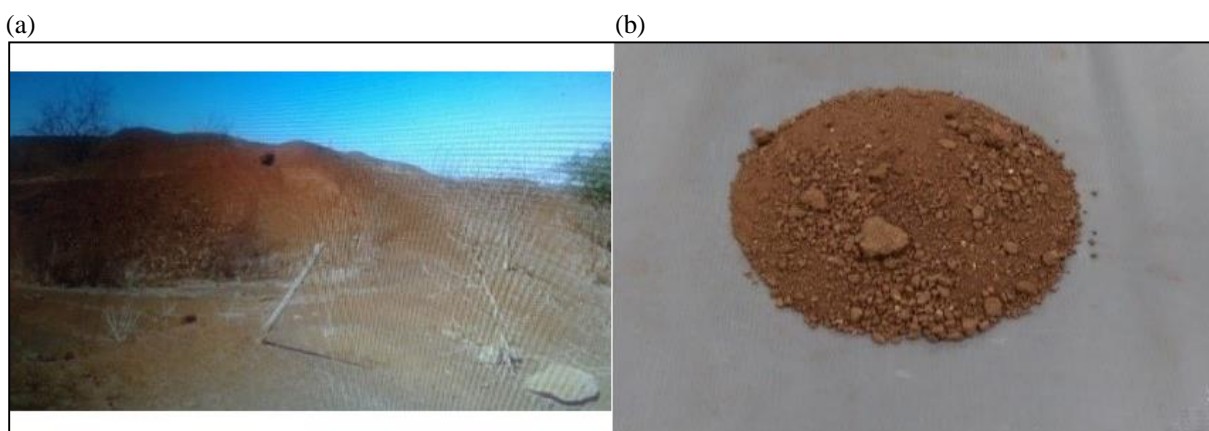
Figura 7– Imagem do Talude da Cava onde foi coletada a amostra denominada FLO 03 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 03 (b).



Fonte: O autor (2017).

Por fim, a amostra FLO 04 representa a pilha de material fino resultante do beneficiamento mineral (britagem e moagem primária) ocorrido numa fase pretérita de produção da mina. É constituída por partículas com tamanho variando entre 0,5 mm e 4,76mm e apresenta-se de forma homogênea, embora suas partículas formem grumos angulosos à esféricos mais grosseiros. A coloração é marrom clara sendo observada a presença de argilominerais e matéria orgânica. Ocupa uma área na superfície de aproximadamente 1,44 hectares, (figura 8).

Figura 8 - Imagem da Pilha de Minério Fino onde foi coletada a amostra denominada FLO 04 (a) e uma imagem de uma porção da amostra FLO 04 (b).



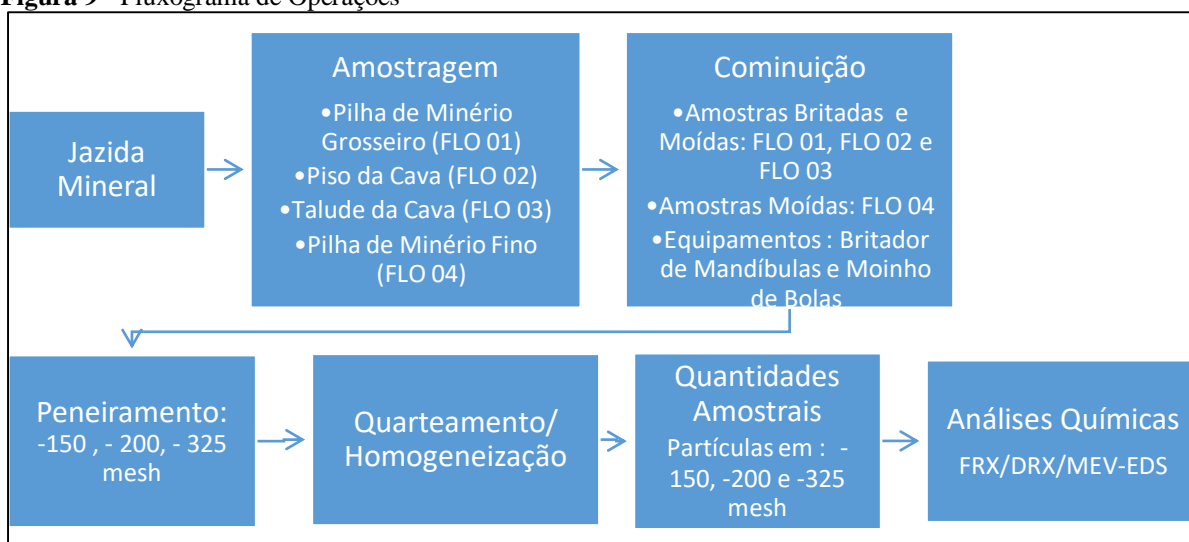
Fonte: O autor (2017).

3.4 Preparação das Amostras

A preparação do material obtido pela amostragem, na jazida mineral em estudo, compreende as etapas de cominuição, que é um processo de fragmentação mecânica usado para redução do tamanho das partículas, sob o qual as amostras FLO 01, FLO 02 e FLO 03 foram britadas e moídas. A amostra FLO 04, referente a uma pilha de minério processado, em fase pretérita de operação da mina, foi submetida apenas a moagem. Assim, para a classificação das partículas, foram estabelecidas, na operação de peneiramento, as malhas de 150 mesh, 200 mesh e 325 mesh. O material selecionado nesta etapa foi quarteado e homogeneizado, as quantidades amostrais resultantes foram armazenadas em embalagens plásticas etiquetadas e, na sequência, encaminhadas para os procedimentos analíticos.

Um fluxograma da sequência de operações de preparação das amostras de minério, após coleta, britagem, moagem e classificação está mostrado na figura 9.

Figura 9 - Fluxograma de Operações



Fonte: o autor (2018).

Os ensaios de cominuição e classificação das amostras foram executados no Laboratório de Processamento Mineral – LPM do CNAT – IFRN. Nas operações de britagem, foi utilizado um britador de mandíbulas (figura 10), um equipamento comum nas operações unitárias em laboratório e na indústria. Ele é, portanto, usado para redução primária no tamanho dos fragmentos de materiais rochosos, promovendo um aumento na superfície de contato das partículas resultantes da ação da fragmentação mecânica. Neste experimento, foram britados cerca de 30 kg de material rochoso, com alimentação inferior a 6 polegadas (152,40 mm) e descarga mínima de 3/8 polegadas (9,52 mm).

Figura 10 - Britador de mandíbulas LPM IFRN.



Fonte: O autor (2017).

As operações de moagem realizadas no LABEMAST – CNAT - IFRN utilizaram-se de um moinho de bolas (figura 11) com o tempo de moagem por amostra de 90 minutos, reduzindo as partículas abaixo de 6,3mm. As quantidades amostrais foram preparadas nas frações de - 150 mesh (0,104 mm); - 200 mesh (0,074mm) e - 325 mesh (0,044 mm).

Figura 11- Moinho de bolas – LABEMAST IFRN.



Fonte: O autor (2017).

Em seguida, as amostras de minérios moídos foram peneiradas num agitador de peneiras composto por um conjunto de peneiras da escala Tyler e separadas com relação à faixa granulométrica de 6,3mm a 0,044 mm (figura12).

Figura 12- Peneiras utilizadas para classificação dos pós de minério após moagem.



Fonte: O autor (2017).

Assim, as quantidades amostrais selecionadas foram quarteadas, homogeneizada, armazenadas, pesadas e etiquetadas (figura 13).

Figura 13- Amostra quarteada e homogeneizada (a) e armazenada (b).

(a)



(b)



Fonte: O autor (2017).

3.5 Métodos Analíticos

3.5.1 Espectrometria de Fluorescência de raios X (FRX)

Os pós obtidos nas frações -150, -200 e -325 mesh foram prensadas na forma de pastilhas e levadas ao equipamento Espectrômetro de Fluorescência de Raios X da marca Shimadzu – EDX-720, instalado no LACAMM - Laboratório de Caracterização Mineral da Diretoria de Recursos Naturais, do Campus Natal Central – IFRN, onde procedeu-se a análise

determinativa do percentual em peso dos elementos químicos e/ou compostos químicos, na forma de óxidos, sendo possível identificar em 16 (dezesesseis) amostras analisadas, os compostos de ferro, titânio e vanádio presentes. Nesse sentido, a técnica analítica determina a composição química das amostras de forma semi-quantitativa, possibilitando estabelecer parâmetros comparativos com os demais procedimentos analíticos (DRX e MEV/EDS) permitindo maior grau de confiabilidade na caracterização da ilmenita, dos minerais acessórios, bem como, dos contaminantes identificados na pesquisa.

3.5.2 Difractometria de raios X (DRX)

Para identificação das fases cristalinas e determinação mineralógica dos materiais, foram usados os pós das amostras nas frações -150, -200 e -325mesh, num total 16 (dezesesseis) amostras. Foi utilizado um Difratorômetro de Raios X (DRX) da marca BRUKER, modelo D2 Phaser, do Laboratório de Materiais Multifuncionais e Experimentação Numérica – CET – UFRN.

A identificação das substâncias cristalinas, caracterizada principalmente como ilmenita, e demais minerais portadores de titânio foi obtida através da comparação do difratograma com padrões difratométrico de fases individuais disponibilizados pelo ICDD – Internacional of Diffraction Data, sendo possível também calcular os parâmetros de cela unitária para avaliar o grau de cristalinidade, bem como quantificar fases presentes.

Tal quantificação, realizada a partir da Difração de raios X, apoia-se nas intensidades dos picos do difratograma, as quais, além de guardarem uma relação da estrutura cristalina de cada fase componente, refletem a proporção das fases na amostra. Sendo assim, os espectros foram obtidos sob as s condições de varredura 2θ entre 3° a 70° , com passo angular $0,02^\circ$.

3.5.3 Microscopia eletrônica de varredura

Para a caracterização microestrutural das amostras, foi utilizado o MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) do fabricante VEGA3 – TESCAN, com EDS - Microanalisador de Energia dispersiva de raios X, equipamento instalado no LACAMM - Laboratório de Caracterização Mineral da Diretoria de Recursos Naturais – DIAREN, Campus Natal Central do IFRN, sendo analisadas um total de 16 (dezesesseis) amostras.

Os pós das amostras nas frações - 150, - 200 e - 325 mesh foram prensados e recobertas por um filme de ouro (película com espessura de 20 nanômetros), seguindo metodologia

tradicional da técnica de pulverização catódica (Sputtering). Por fim, as minúsculas alíquotas são levadas ao equipamento para os procedimentos de análise.

3.5.4 Análise por separação magnética

Os ensaios por concentração magnética foram viabilizados através da PPM Planejamento e Pesquisa Mineral SC Ltda., e executados pelo laboratório da INBRAS, empresa nacional fabricante de equipamentos para processamento mineral localizada em São Paulo – SP. O procedimento analítico recebeu o certificado N°2041/2017, garantindo a qualidade e eficiência na caracterização do minério ilmenítico em estudo, constituindo-se também, numa excelente oportunidade de aproximação entre a universidade e a indústria.

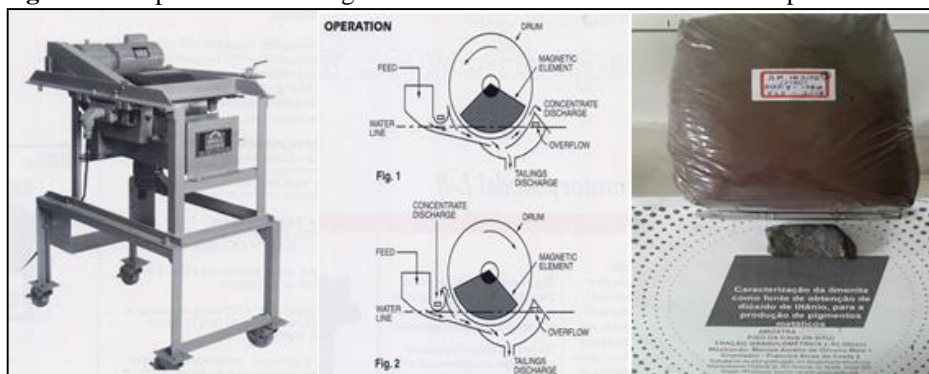
Para esse ensaio, foi utilizado uma alíquota de 617,00g (gramas) de um volume de 5000g (gramas) de pós, obtidos da amostra FLO 02 (considerada a de melhor representatividade da jazida), na fração granulométrica de 18 mesh (1,00mm). A amostra foi preparada no LABEMAST – IFRN, acondicionada em embalagem plástica identificada e enviada para o laboratório da INBRAS. Os testes foram realizados usando três tipos de equipamentos, selecionados pelo grau de intensidade de campo magnético (baixo, médio e alto), produzindo três tipos de pós conforme especificações técnicas a seguir:

- Separador Eletromagnético de Tambor, via úmida, Modelo WDL-8, com campo magnético de aproximadamente 1.500 Gauss, utilizado para separar no campo magnético de baixa intensidade, a fração magnética 1A;
- Separador Eletromagnético de Tambor, via úmida, Modelo WDRE- 24x6, com campo magnético de aproximadamente 7.500 Gauss, utilizado para separar no campo magnético de média intensidade, a fração magnética 1B;
- Separador Eletromagnético de Tambor, via úmida, Modelo WHIMS, com placas ranhuradas de 2.5mm, modelo L-4, com campo magnético de aprox. 13.000 Gauss, utilizado para separar a fração magnética 1C.

A escolha dos equipamentos, utilizando o processo via úmida e a determinação da fração granulométrica ocorreu por recomendação da INBRAS, em função da melhor performance destes, na separação de materiais de granulometrias mais finas e das características do minério.

A imagem de um Separador Eletromagnético de Tambor VU com layout de operação é mostrado na (figura 14).

Figura 14- Separador Eletromagnético de Tambor VU – INBRAS / Am. processada FLO 02.



Fonte: O autor (2018).

3.5.4 Análise Granulométrica da amostra FLO 01

Em função dos resultados analíticos registrados na amostra FLO 01 foi tomada uma nova amostra “cabeça” com granulometria acima de 4 mesh (4,76mm), submetida à cominuição, a distribuição granulométrica e ao balanço de massa.

Foram divididos, para isso, quatro grupos, classificados por distribuição granulométrica, sendo eles: fração maior que 4 mesh; fração menor que 4 mesh; fração maior que 35 mesh e, fração menor que 60 mesh.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, apresentamos os resultados obtidos através dos ensaios físicos e mineraloquímicos, utilizados para caracterização da ilmenita, como fonte de obtenção do dióxido de titânio (TiO_2). A fração granulométrica escolhida inicialmente para as análises foi de -200 mesh (0,074 mm), por recomendação dos laboratórios onde os ensaios foram realizados. Para efeito comparativo, foram também obtidos os pós nas frações -150 mesh (0,104) e -325 mesh (0,044 mm), possibilitando, dessa forma, avaliar a influência da moagem na concentração das partículas do material em estudo e, também, constatar que a redução do tamanho destas contribui para o aumento da concentração do dióxido de titânio (TiO_2), em detrimento à redução da concentração de óxido de ferro (Fe_3O_4).

4.1 Resultados Analíticos por Fluorescência de Raios X (FRX) e Difratomia de Raios X (DRX), Fração -200 mesh.

4.1.1 FLO 01

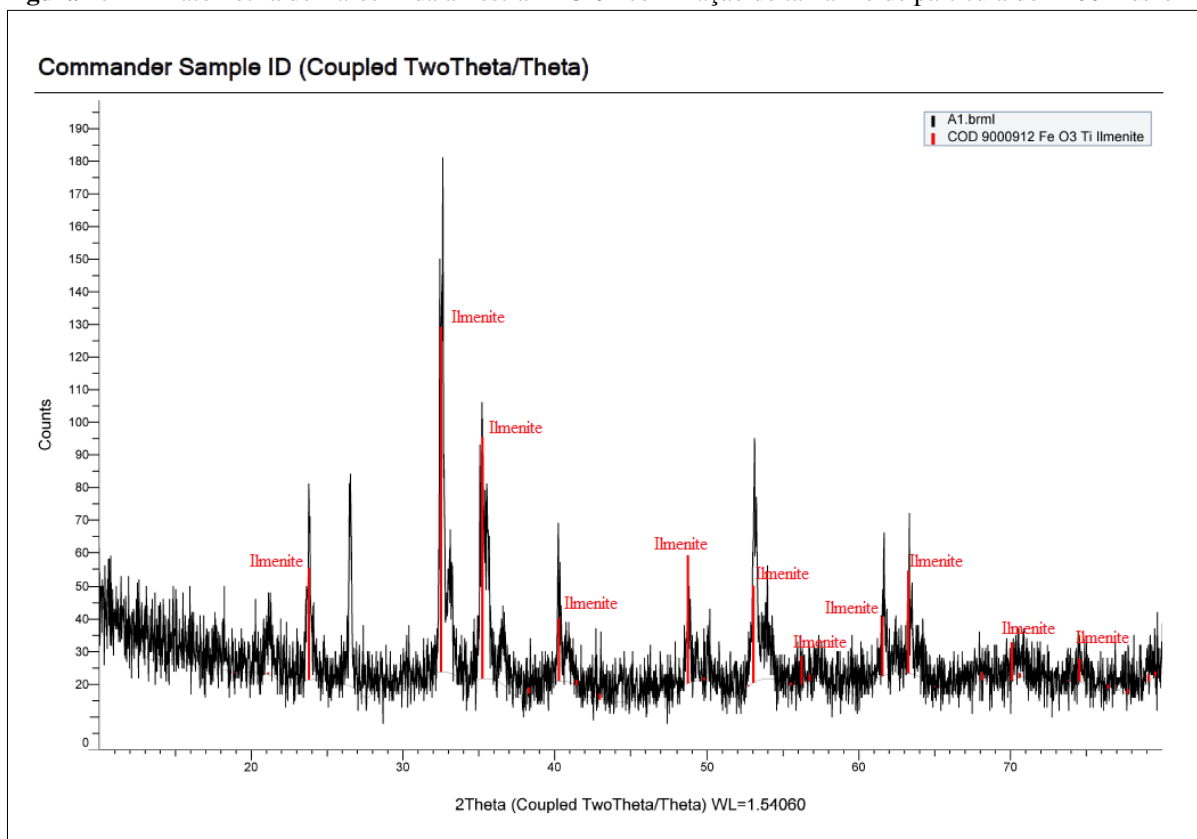
Os resultados analíticos de Fluorescência de raios X (FRX) da amostra FLO 01 (tabela 9) registram uma concentração de TiO_2 (25,53%) considerada elevada em materiais originados em jazidas de formações ferríferas. O material analisado apresenta um forte magnetismo, propriedade física característica do mineral ferrimagnético magnetita (Fe_3O_4), que foi identificado a partir do teste do ímã de mão. Nos padrões analíticos de leitura de FRX, as concentrações deste óxido são expressas pela formulação Fe_2O_3 (58,67%). Outro registro importante foi da presença do elemento químico vanádio, na forma oxidada V_2O_5 (0,91%), apresentando-se numa concentração anômala em comparação aos valores encontrados em outros depósitos minerais brasileiros. O teor de óxido de sódio Na_2O (6,89%) é elevado, ao passo que o dióxido de silício SiO_2 (6,32%), óxido de alumínio Al_2O_3 (0,86%), óxido de manganês MnO (0,34%), óxido de cromo MnO (0,22%), óxido de enxofre SO_3 (0,09%), óxido de cobre CuO (0,07%), óxido de níquel (0,04) são valores aceitáveis enquanto contaminantes industriais.

Tabela 9 – FRX da amostra FLO 01 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.

Composto	%	Composto	%
Fe ₂ O ₃	58,67	MnO	0,34
TiO ₂	25,53	Cr ₂ O ₃	0,22
Na ₂ O	6,89	SO ₃	0,09
SiO ₂	6,32	CuO	0,07
V ₂ O ₅	0,91	NiO	0,04
Al ₂ O ₃	0,86	-	-

Fonte: O autor (2018).

O difratograma de raios X mostrado na figura 15 apresenta uma única fase cristalina representada pelo mineral ilmenita (FeTiO₃). Este resultado está consonante aos compostos determinados nos ensaios semi-quantitativos da análise por Fluorescência de raios X (FRX) que também identificaram o mineral ilmenita, na amostra.

Figura 15 - Difractometria de Raios X da amostra FLO 01 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.1.2 FLO 02

A tabela 10 mostra os valores dos óxidos ou compostos presentes no pó de minério FLO 02 obtido por Fluorescência de raios X (FRX). Os valores desses compostos são registrados em peso. A concentração de TiO_2 (5,28%) registrada nesse material foi a de menor valor entre as demais amostras caracterizadas. O teor de Fe_2O_3 (47,10%) apresentou uma redução em comparação a FLO 01; obteve-se também valores elevados dos óxidos de cálcio CaO (7,16%), de alumina Al_2O_3 (7,09%) e de óxido de magnésio, MgO (1,36%). Os óxidos de manganês, MnO (0,36%) e óxidos de potássio K_2O (0,32%) são componentes indicadores de minerais cálcicos e aluminossilicatos, além dos compostos ferromagnesianos, essenciais na formação das rochas ultramáficas. O óxido de túlio, Tm_2O_3 (0,54%), um composto do grupo dos Elementos de Terras Raras (Série dos Lantanídeos) que nesta concentração são considerados anômalos, além da presença do pentóxido de vanádio V_2O_5 (0,39%). Embora compacto, o material apresenta aspectos de alteração intempérica, provavelmente nos minerais ferromagnesianos, ocorrido pela substituição de parte dos constituintes originais por sílica secundária. O processo hidrotermal que promoveu a elevação do teor de SiO_2 (30,17%), formando os diques de rochas pegmatíticas, afetaram o corpo de rochas ultramáficas e resultaram no minério do tipo silicoso.

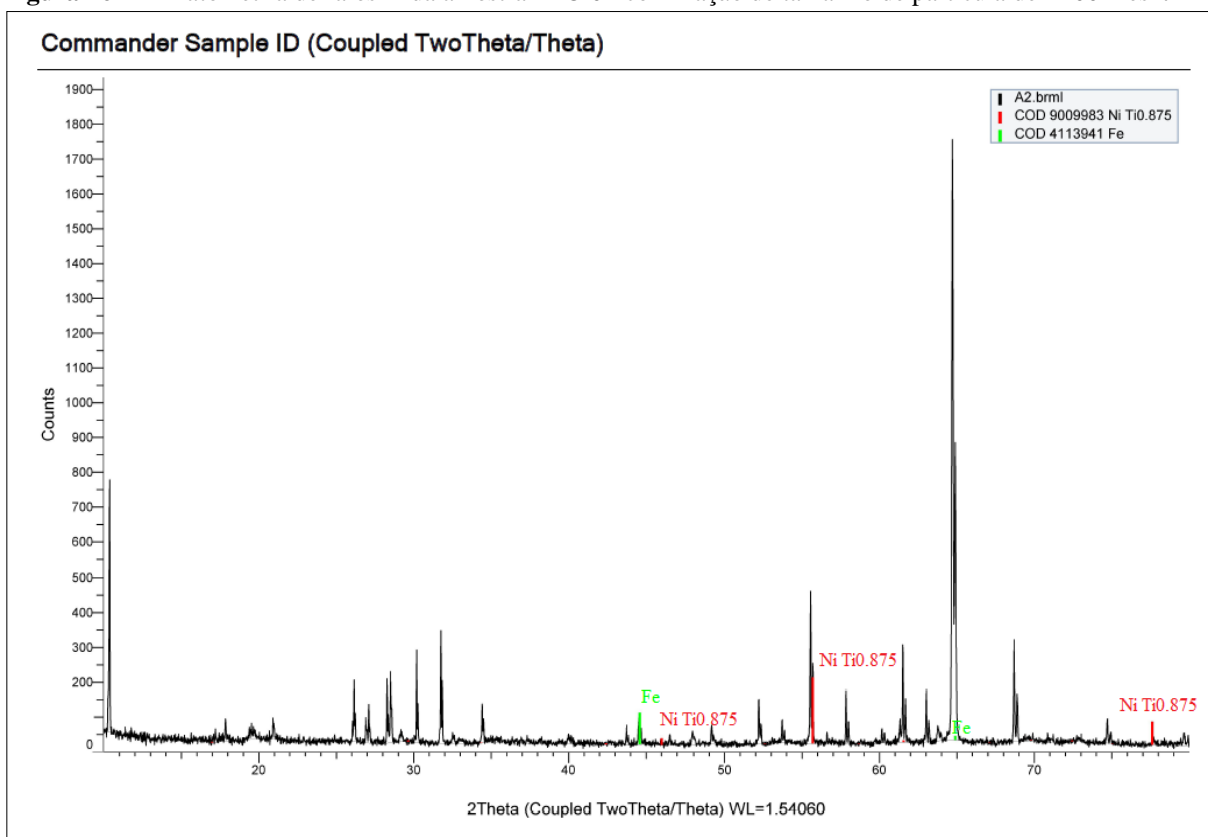
Tabela 10 - FRX da amostra FLO 02 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.

Composto	%	Composto	%
Fe_2O_3	47,10	MgO	1,36
SiO_2	30,17	Tm_2O_3	0,54
CaO	7,16	V_2O_5	0,39
Al_2O_3	7,09	MnO	0,36
TiO_2	5,28	K_2O	0,32

Fonte: O autor (2018).

No difratograma de raios X da figura 16 foram identificadas duas fases cristalinas: 1ª Fase (Ni Ti 0.875) caracterizada por um composto titanífero (Ni, Ti), classificado no sistema cristalino hexagonal; e 2ª Fase – ferro nativo (Fe), classificado no sistema cristalino cúbico, que pode estar associado à ilmenita, em ambientes vulcânicos, em rochas basálticas.

Figura 16 - Difratometria de raios X da amostra FLO 02 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.



Fonte: o autor (2018).

4.1.3 FLO 03

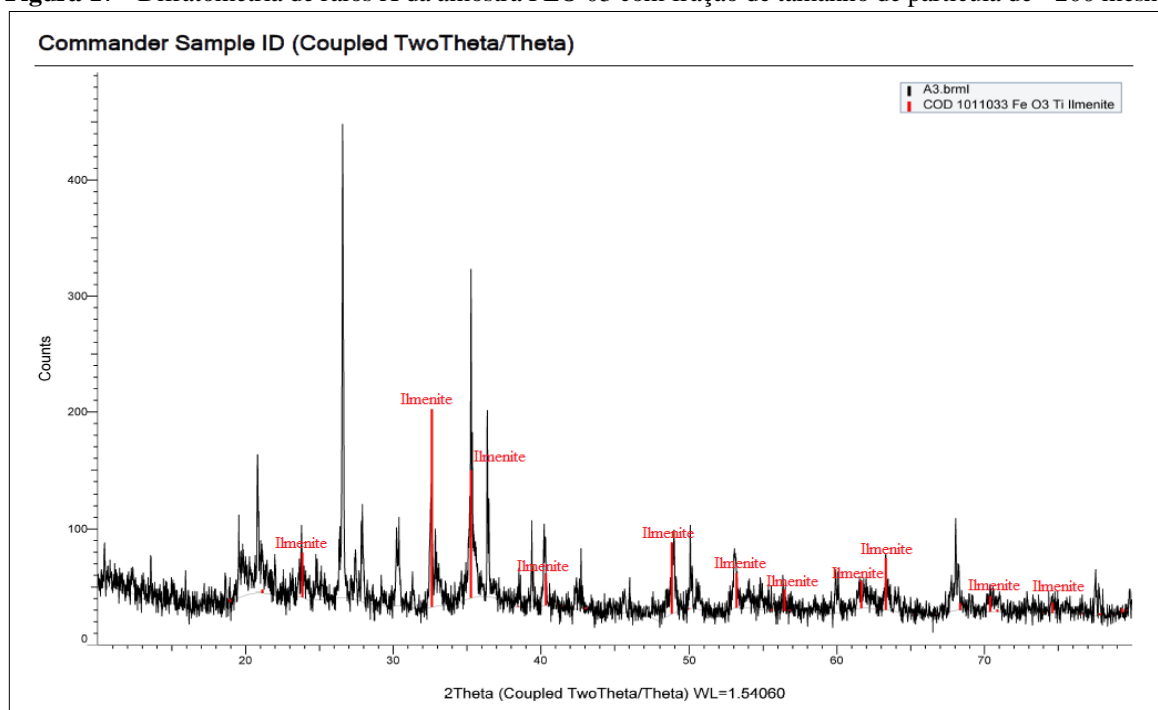
A amostra FLO 03 é representativa do talude da cava da mina, coletada numa zona de rochas *in situ*, com intensa oxidação. Os resultados da Fluorescência de raios X (tabela 11) apresentam, assim, concentrações de óxido de ferro Fe_2O_3 (38,58%) com valor mais baixo em relação à amostra FLO 02 e a mais elevada concentração em dióxido de silício SiO_2 (34,31%), de todas as análises químicas efetuadas na pesquisa. Os teores de dióxido de titânio TiO_2 (12,77%) sofrem uma redução em relação à FLO 04 e FLO 01, porém elevam-se com relação à FLO 02. Nesse contexto, o óxido de alumínio Al_2O_3 (9,48%) apresenta-se como principal contaminante, com porcentagem elevada, em peso, sendo um provável marcador de minerais aluminossilicáticos. O pentóxido de vanádio V_2O_5 (0,50%), por sua vez, ocorre como uma variação também anômala nesta concentração.

Tabela 11 - FRX da amostra FLO 03 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.

Composto	%	Composto	%
Fe ₂ O ₃	38,58	K ₂ O	1,27
SiO ₂	34,31	V ₂ O ₅	0,50
TiO ₂	12,77	MnO	0,32
Al ₂ O ₃	9,48	SO ₃	0,13
CaO	1,91	-	-

Fonte: O autor (2018).

A figura 17 mostra o difratograma de raios X da amostra de minério FLO 03 com fração do tamanho de partícula -200mesh. Observa-se que apenas a ilmenita (FeTiO₃) foi determinada no composto mineralógico.

Figura 17- Difractometria de raios X da amostra FLO 03 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.1.4 FLO 04

A amostra FLO 04, representativa da pilha de minério de granulometria fina, da jazida, apresenta os maiores teores de Fe₂O₃, (63,27%), comparativamente às amostras FLO 01, 02, e 03. Entretanto, observa-se que os teores de TiO₂ (21,63%) diminuem em relação à FLO 01, não obstante, a ilmenita esteja caracterizada neste material de granulometria fina que foi extraído, provavelmente, de uma zona de minério misto do jazimento. É importante considerar o fato de que este material já havia sido processado, em fases pretéritas de produção da mina do Serrote das Pedras Pretas, encontrando-se atualmente estocado numa das bordas da

escavação. Os resultados da Fluorescência de raios X (FRX) registrados na tabela 12, apresentam o composto óxido de sódio Na_2O (8,63%) como o principal contaminante da amostra, podendo, nesta concentração, indicar uma outra fase da associação de minerais com o titânio, provavelmente por substituição. A presença de alumina Al_2O_3 (1,14%) e dióxido de silício SiO_2 (3,73%), em pequenas concentrações, denotam a presença de compostos aluminossilicáticos, e, por consequência, do ferro e de seus óxidos associados. Dessa forma, é notável a elevação dos teores de V_2O_5 (0,90%), alcançando quase 1% do peso total da amostra. Nesse sentido, trata-se de um teor elevado, considerando-se os padrões de anomalias geoquímicas em depósitos minerais de classe mundial, representando um diferencial na varredura efetuada por esse estudo.

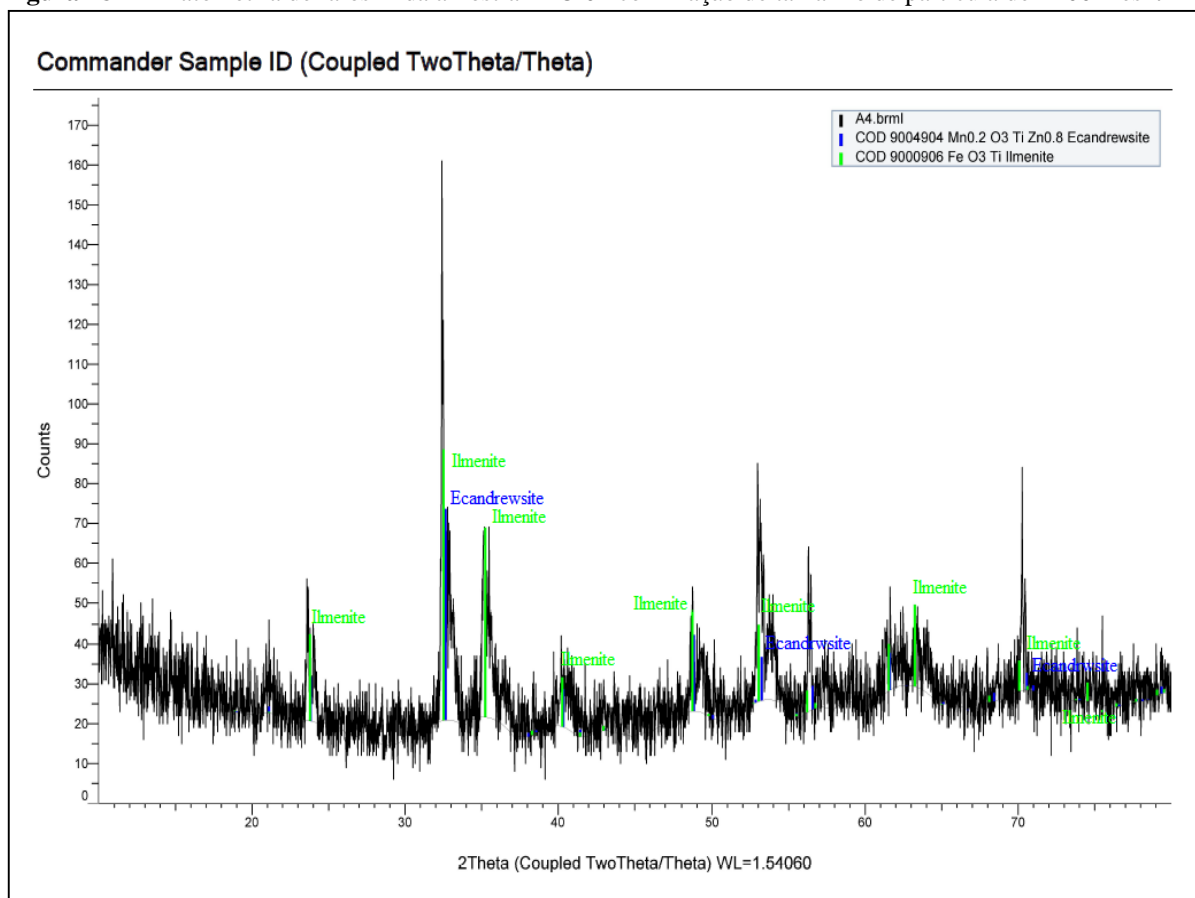
Tabela 12 - FRX da amostra FLO 04 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.

Composto	%	Composto	%
Fe_2O_3	63,27	V_2O_5	0,90
TiO_2	21,63	MnO	0,32
Na_2O	8,63	SO_3	0,10
SiO_2	3,73	-	-
Al_2O_3	1,14	-	-

Fonte: O autor (2018).

A figura 18 mostra o difratograma de raios X da amostra de minério denominada FLO 04. Observa-se que o material é constituído em grande parte por ecandrewsita ($\text{Zn, Fe}^{2+}, \text{Mn}^{2+}$) TiO_3 , que é um composto formado por titanato de zinco, ferro e manganês, sendo portanto sua presença, um importante registro, no âmbito deste trabalho de caracterização, além da própria ilmenita (FeTiO_3), igualmente identificada numa das fases minerais. Este resultado está de acordo com os compostos apresentados pela Fluorescência de raios X mostrada na tabela 12. Isto confirma que o material possui, de fato, uma significativa quantidade de óxido de titânio.

Figura 18 - Difratometria de raios X da amostra FLO 04 com fração de tamanho de partícula de -200 mesh.



Fonte: O autor (2018).

4.2 Análise Granulométrica da Amostra FLO 01

No ensaio de Distribuição Granulométrica realizado na amostra FLO 01, amostra de cabeça com fração acima de 4 mesh, observa-se que 35,35% do material está abaixo de 60 mesh (0,25mm), mesmo utilizando, na cominuição, um moinho de martelos com abertura de 4,5mm de grelha, na expectativa de reduzir a quantidade de finos nessa malha. Entretanto, 40,40% do material foi retido na peneira de 35 mesh (0,50mm) o que sugere, nestas circunstâncias, o repasse do material em um circuito fechado, por peneiramento, ou uma moagem secundária. Torna-se admissível, ainda, realizar um teste com abertura de grelha mais fechada. Quanto ao material de interesse granulométrico situa-se no intervalo entre -35 e + 60 mesh, correspondente a 24,3% em percentual de massa retida. Na tabela 13 são apresentados os parâmetros utilizados neste ensaio de classificação física das partículas de minério.

Tabela 13- Distribuição Granulométrica da Amostra FLO 01. Amostra de cabeça com fração acima de 4 mesh.

Fração (#)	Peso (g)	Retido simples (%)	Retido acumulado (%)	Passante acumulado (%)
+35	400	40,40	40,4	59,6
- 35 + 48	160	16,16	56,57	43,43
- 48 + 60	80	8,08	64,65	35,35
- 60	350	35,35	100,00	0,00
Total	990	100		

Fonte: O autor (2018).

A tabela 14 mostra a composição química semi quantitativa através da Fluorescência de raios X (FRX) da amostra FLO 01 (amostra de cabeça), com tamanho médio acima de 4 mesh (4,76mm). Comparando-a aos resultados analíticos obtidos em FLO 01 na fração -200 mesh (0,074 mm) verificamos uma redução nos teores dos óxidos de ferro (44,22%) e titânio (22,82), embora com um aumento significativo da concentração de sílica, SiO₂ (20,35%) e óxido de magnésio, MgO (6,56%). A redução na concentração de pentóxido de vanádio, V₂O₅ (0,68%), e a presença de um composto de terras raras, óxido de túlio, Tm₂O₃ (0,47%).

Tabela 14 - Composição química da amostra FLO 01. Fração + 4 mesh.

Composto	%	Composto	%
TiO ₂	22,82	Al ₂ O ₃	3,49
Fe ₂ O ₃	44,22	CaO	0,67
SiO ₂	20,35	Tm ₂ O ₃	0,47
MgO	6,56	K ₂ O	0,06
-	-	V ₂ O ₅	0,68

Fonte: O autor (2018).

Nesse sentido, a tabela 15 representa a composição química semi quantitativa através da Fluorescência de raios X (FRX) da amostra FLO 01, na fração granulométrica com tamanho médio menor que 4 mesh (4,76mm) e maior que 35 mesh (0,50mm). Esse intervalo registra a maior concentração do dióxido de titânio TiO₂ (31,06%); elevação no óxido de ferro Fe₂O₃ (48,87%); redução efetiva nos teores de dióxido de silício SiO₂ (10,67%) e óxido de magnésio MgO (4,47%). Não se registram valores para o pentóxido de vanádio V₂O₅.

Tabela 15 - Composição química da amostra FLO 01. Fração - 4 mesh + 35 mesh

Composto	%	Composto	%
TiO ₂	31,06	Al ₂ O ₃	1,55
Fe ₂ O ₃	48,87	CaO	0,22
SiO ₂	10,67	K ₂ O	-
MgO	4,47	V ₂ O ₅	-

Fonte: O autor (2018).

Por outro lado, a tabela 16 representa a composição química semi quantitativa através da Fluorescência de raios X (FRX) da amostra FLO 01, na fração granulométrica maior que 35 mesh (0,50mm) e menor que 60 mesh (0,25mm). O dióxido de titânio TiO_2 (29,17%) apresenta uma redução no teor e em contraponto uma elevação no óxido de ferro Fe_2O_3 (49,69%); os valores para dióxido de silício SiO_2 (11,10%) e óxido de magnésio MgO (4,90%). Não foram registrados valores para o pentóxido de vanádio V_2O_5 .

Tabela 16 - Composição química da amostra FLO 01. Fração +35 mesh - 60 mesh.

Composto	%	Composto	%
TiO_2	29,17	Al_2O_3	2,21
Fe_2O_3	49,69	V_2O_5	-
SiO_2	11,10	CaO	0,05
MgO	4,90	K_2O	-

Fonte: O autor (2018).

Já a tabela 17 representa a composição química da fração granulométrica semi quantitativa através da Fluorescência de raios X (FRX) da amostra FLO 01, na fração granulométrica menor que 60 mesh (0,25mm). O dióxido de titânio TiO_2 (16,52%) apresenta uma redução no teor, bem como, no do óxido de ferro Fe_2O_3 (43,09%). Entretanto, temos uma elevação na concentração de dióxido de silício SiO_2 (24,48%) e no óxido de magnésio MgO (8,20%). O teor de pentóxido de vanádio V_2O_5 (0,63) apresenta-se novamente anômalo.

Tabela 17- Composição química da amostra FLO 01. Fração + 60 mesh.

Composto	%	Composto	%
TiO_2	16,52	Al_2O_3	5,00
Fe_2O_3	43,09	V_2O_5	0,63
SiO_2	24,48	CaO	1,19
MgO	8,20	K_2O	0,10

Fonte: O autor (2018).

4.2 Resultados analíticos por FRX/DRX e MEV/EDS nas frações -200, -150, -325 mesh.

Os resultados analíticos obtidos nos ensaios realizados com os materiais preparados nas amostras FLO 01, FLO 02, FLO 03 e FLO 04 na fração -200 mesh, bem como, nos resultados do balanço de massa na amostra “cabeça” FLO 01, foram incipientes pelo aspecto da baixa representatividade no universo amostral da pesquisa, apontando também para a necessidade de um refinamento nas técnicas analíticas, aumentando, assim, o grau de confiabilidade na caracterização da ilmenita e ampliando também os dados analíticos do elemento vanádio, importante metal estratégico, identificado em concentrações anômalas neste trabalho.

Dito isto, foram coletadas novas amostras, nos mesmos ambientes, sendo submetidos aos mesmos procedimentos de preparação e obtenção dos pós, porém, com a ampliação das faixas de classificação granulométrica: FLO 01 (-150, -200 e -325 mesh), FLO 02 (-150, -200 e -325 mesh), FLO 03 (-150, -200 e -325 mesh), FLO 04 (-150, -200 e -325 mesh).

Estas frações foram submetidas a uma nova varredura mineraloquímica, nos laboratórios já referenciados, utilizando os métodos analíticos Fluorescência de raios X (FRX), com leitura na escala de compostos (óxidos); Difratomia de raios X (FRX); e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)/Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), com o objetivo de determinar a variação dos teores em elementos químicos do Fe-Ti-V nas frações granulométricas mencionadas.

4.2.1 Amostra FLO 01 -150 Mesh

Os resultados analíticos obtidos através da técnica de Fluorescência de raios X (FRX), apresentados na tabela 18, reportam que os valores dos elementos ferro Fe (57,03%) e titânio Ti (29,20%), nestas concentrações, indicam a composição do mineral ilmenita (dióxido de ferro e titânio), alvo da nossa pesquisa de caracterização física e mineraloquímica (o equipamento não registra o elemento oxigênio). A presença do vanádio V (1,09%), em condições anômalas, merece uma atenção especial nesta pesquisa acadêmica, por ser um metal estratégico e de relevante interesse para a indústria, no aspecto técnico-econômico. Os demais elementos irão compor os minerais ferromagnesianos e aluminossilicatos, apresentando-se dentro dos limites aceitáveis enquanto contaminantes do minério. Nesse caso, o elemento químico bário ainda não havia sido identificado em nenhuma análise de materiais rochosos registradas neste jazimento mineral por outras fontes pesquisadas.

Tabela 18 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 01. Fração -150 mesh.

Elemento	%	Elemento	%
Fe	57,03	V	1,09
Ti	29,20	Mn	0,51
Al	5,70	Cr	0,28
Ba	4,42	Ca	0,25
Si	1,48	Cu	0,030

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difratomia de raios X (DRX) apresentado pelo difratograma na figura 19 reportam as diferentes fases cristalinas e os minerais portadores de titânio caracterizados: Ilmenita (óxido de ferro e titânio), ecandrewsita (óxido de manganês e

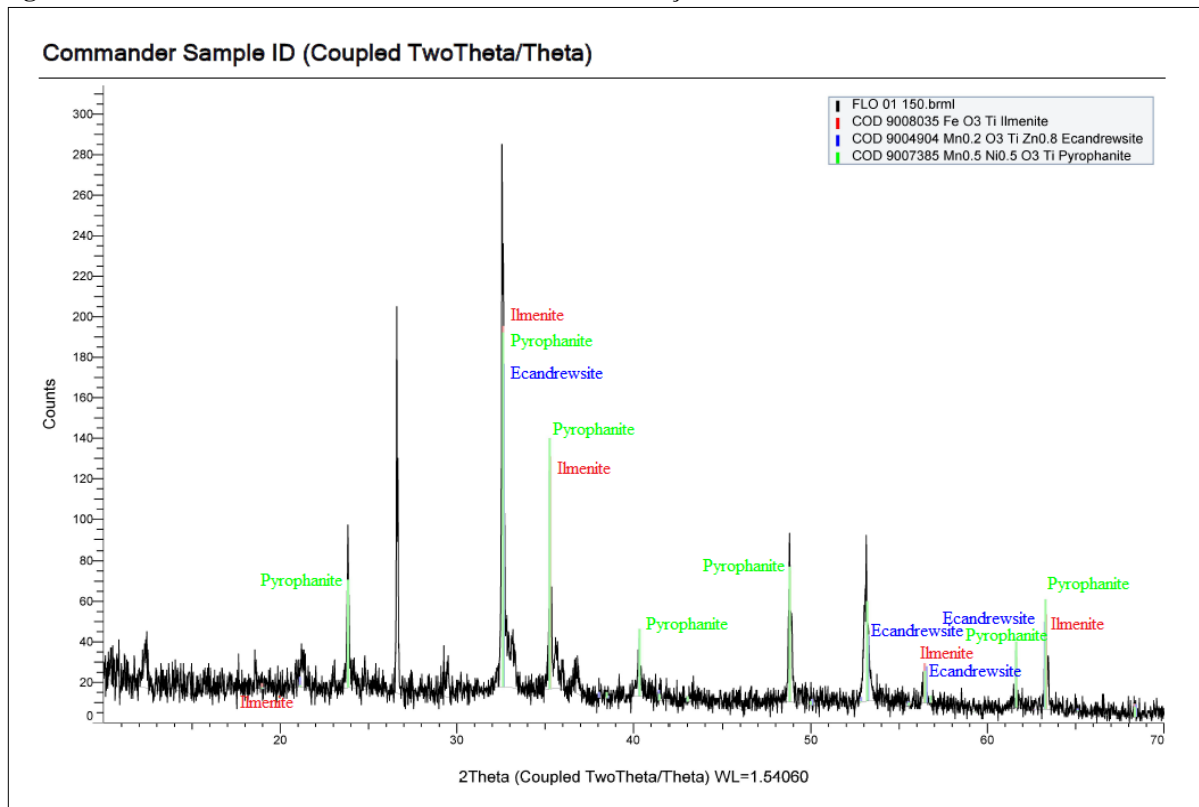
titânio) e a pirofanita (óxido de manganês, níquel e titânio). Além disso, a fotomicrografia na figura 20 destaca no campo central, grãos com faces romboedrais, característico das ilmenitas.

1ª fase: Fe TiO_3 - Ilmenita

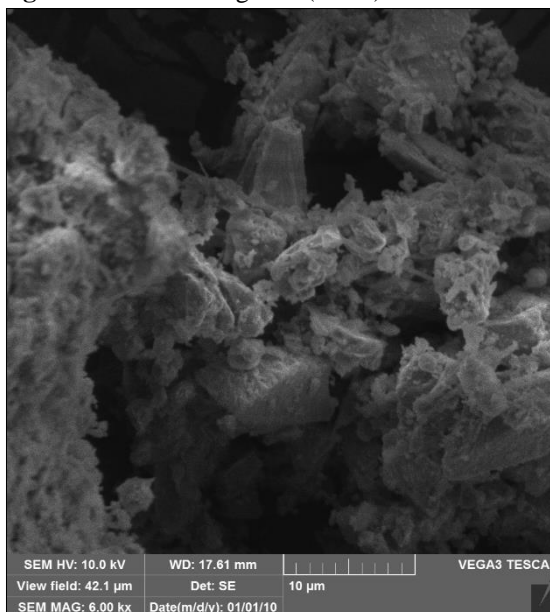
2ª fase: $\text{MnO}_2 \text{TiO}_3$ - Ecandrewsita

3ª fase: Mn Ni TiO_3 – Pirofanita

Figura 19 - Difratometria de raios X da amostra FLO 01. Fração -150 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Figura 20- Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 01. Fração -150 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.2.2 Amostra FLO 01 -200 Mesh

Com a redução no tamanho das partículas (efeitos da moagem para obtenção dos pós a -200 mesh), registra-se, na tabela 19, a elevação, embora incipiente, na concentração do ferro Fe (58,86%) e uma leve redução na concentração do titânio Ti (28,72%), em comparação aos resultados apresentados na amostra FLO 01 -150 mesh. As concentrações dos elementos identificados pela Fluorescência de raios X (FRX) indicam, nesse sentido, a presença da ilmenita e dos demais minerais portadores de titânio, tais como a pirofanita, a geikielita, a ecandrewsita e a titanomagnetita, sendo este último o provável mineral hospedeiro do vanádio V (1,026%), considerando-se a afinidade geoquímica entre ambos. O bário (Ba), o alumínio (Al) e os demais elementos ocorrem em valores aceitáveis enquanto contaminantes.

Tabela 19- Fluorescência de raios X da amostra FLO 01. Fração -200 mesh.

Elemento	%	Elemento	%
Fe	58,86	Mn	0,49
Ti	28,72	Cr	0,38
Al	5,26	Ca	0,24
Ba	3,58	Cu	0,03
Si	1,36	Zr	0,02
V	1,026		

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difratomia de raios X (DRX) apresentado pelo difratograma na figura 21 reportam as diferentes fases cristalinas e os minerais portadores de titânio caracterizados na amostra, identificados como pirofanita, ilmenita, geikielita e ecandrewsita, conforme as fases:

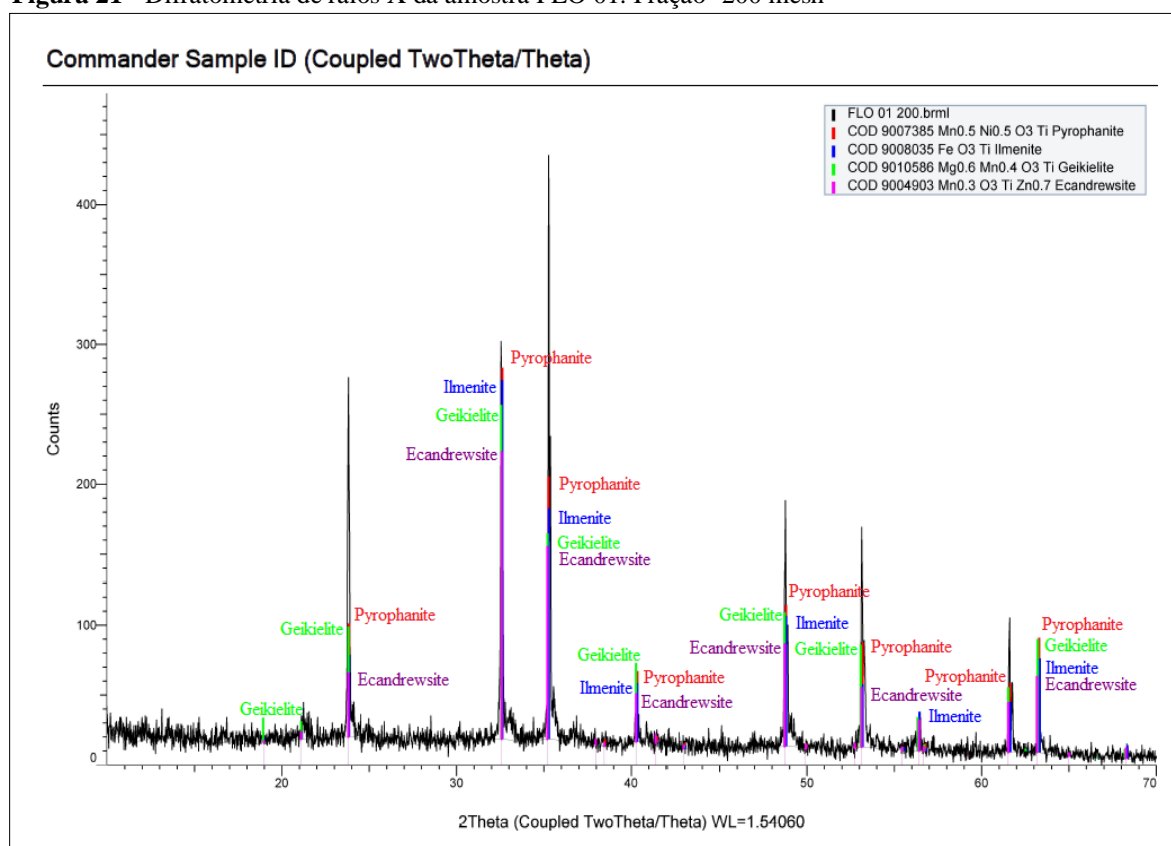
1ª fase: Mn Ni TiO₃ Pirofanita

2ª fase: Fe TiO₃ Ilmenita

3ª fase: Mg Mn TiO₃ Geikielita

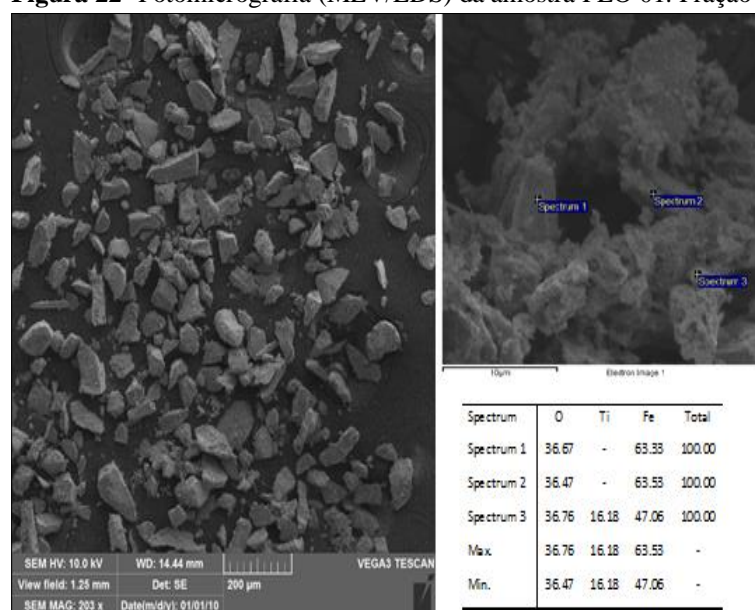
4ª fase: Mn Zn TiO₃ Ecandrewsita

Figura 21 - Difratomia de raios X da amostra FLO 01. Fração -200 mesh



Fonte: O autor (2018).

Na figura 22, a fotomicrografia (200x) destaca grãos mistos, apresentando morfologia angulosa a sub angulosa, com predominância dos minerais magnetita e ilmenita. Os espectros 1,2 e 3 da EDS indicam a presença dos elementos Fe, O e Ti, compondo esses minerais.

Figura 22- Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 01. Fração -200 mesh

Fonte: O autor (2018).

4.2.3 Amostra FLO 01 -325 Mesh

Observa-se, na análise desta fração, conforme a tabela 20, que a concentração de ferro Fe (65,80%) se eleva em comparação à amostra FLO 01 -200 mesh. No entanto, ocorre, nesse caso, uma redução do titânio Ti (26,21%), repetindo-se os parâmetros de variação com relação aos efeitos da moagem, verificado nas demais frações da amostra. O vanádio V (1,15%) continua anômalo, aumentando a sua concentração e a ausência do alumínio (Al), provavelmente substituído pelo Fe³⁺, em substituição isomórfica, de acordo com o postulado por Schwertmann e Taylor (1989). Os demais elementos registram teores nos limites aceitáveis enquanto contaminantes.

Tabela 20 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 01. Fração -325 mesh

Elemento	%	Elemento	%
Fe	65,80	Mn	0,53
Ti	26,21	Ca	0,33
Ba	3,68	Cr	0,33
Si	1,92	Cu	0,04
V	1,15		

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difractometria de raios X (DRX), apresentado pelo difratograma na figura 23, reportam as diferentes fases cristalinas apresentadas pelos minerais portadores de titânio, identificados como pirofanita, geikielita, ilmenita e ecandrewsita. São classificados de acordo com o Fleicher's Glossary of Mineral Species (BACK, 2014), como grupo da ilmenita. Tal registro, agrega um fator relevante nessa pesquisa, considerando a

inexistência deste padrão de associação mineral em jazidas ferrotitaníferas conhecidas na literatura. Outrossim, foram também registrados nas frações -200 mesh e -150 mesh da amostra FLO 01, a presença desses minerais distribuídos em fases diferentes. As fases minerais determinadas nesta fração - 325 mesh da amostra FLO 01, foram:

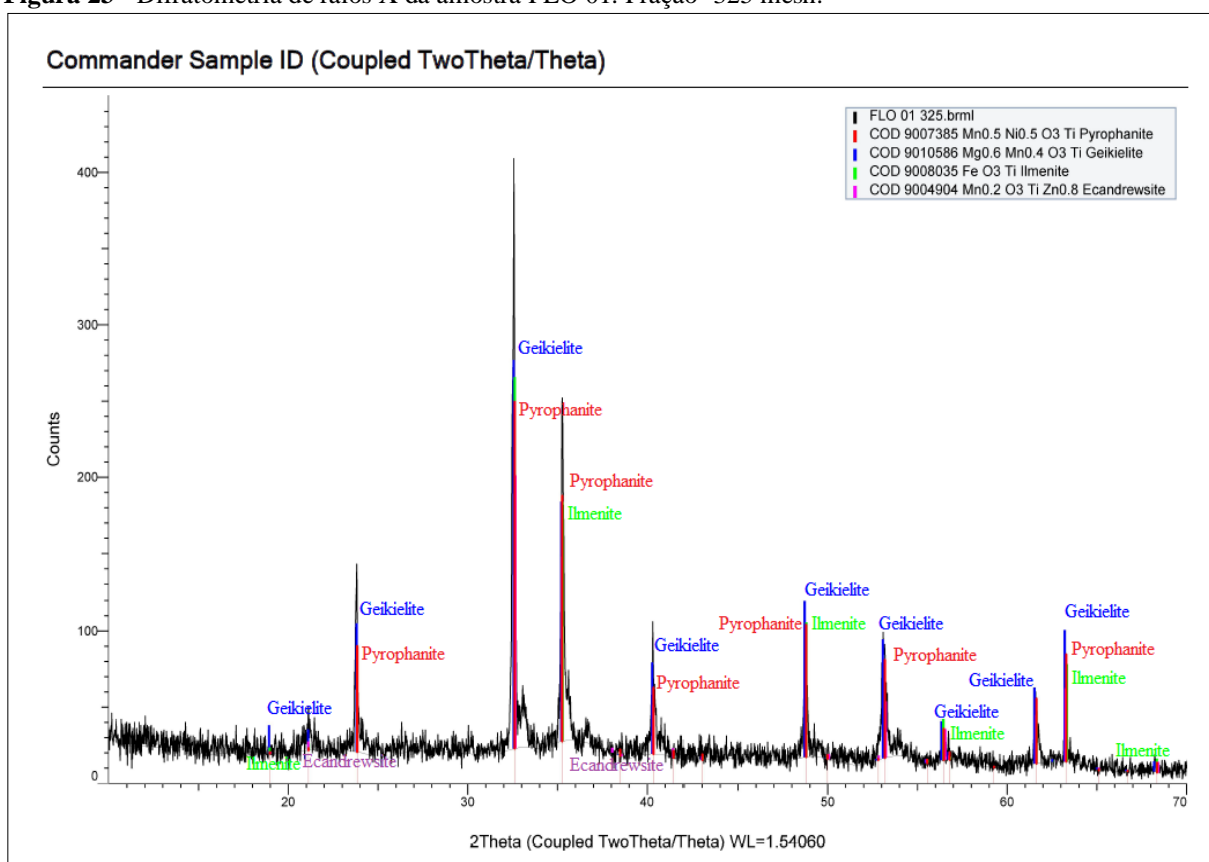
1ª fase: Mn TiO₃ Pirofanita

2ª fase: Mg Mn TiO₃ Geikielita

3ª fase: Fe TiO₃ Ilmenita

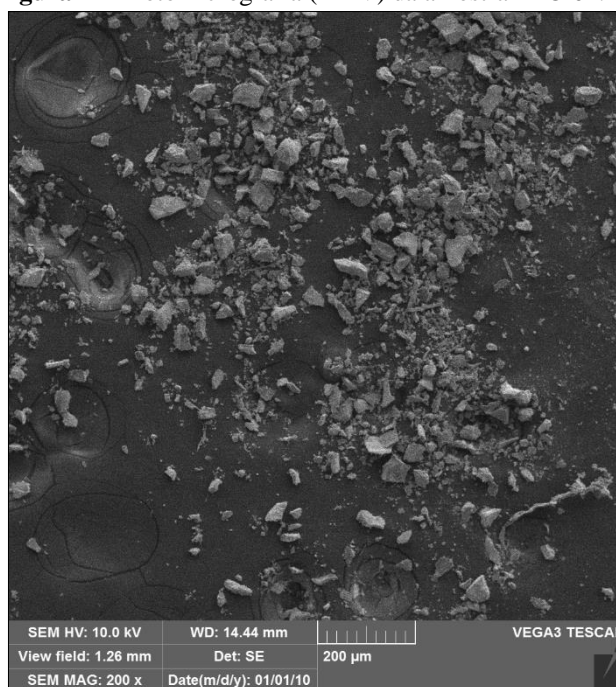
4ª fase: Mn Zn TiO₃ Ecandrewsita

Figura 23 - Difractometria de raios X da amostra FLO 01. Fração -325 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Na figura 24, a fotomicrografia (campo 200x) destaca grãos heterogêneos com morfologia angulosa a subangulosa, destacando, neste campo, a ilmenita. Não foi possível obter, na amostra, resolução favorável às leituras dos espectros fornecidos por EDS.

Figura 24 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 01. Fração -325 mesh

Fonte: O autor (2018).

4.2.4 Amostra FLO 02 -150 Mesh

Na tabela 21, referente à amostra FLO 02 -150 mesh, os resultados apontam para uma elevação do ferro Fe (77,34%) e redução da concentração de titânio Ti (15,28%), fator também constatado em todas as frações granulométricas na amostra FLO 01, o que caracteriza o processo de substituição química ocorrido entre os dois elementos. O vanádio V (0,97%) apresenta-se, nesse contexto, como anômalo, e os demais elementos ocorrem dentro dos limites aceitáveis enquanto contaminantes.

Tabela 21- Fluorescência de Raios X da amostra FLO 02. Fração -150 mesh.

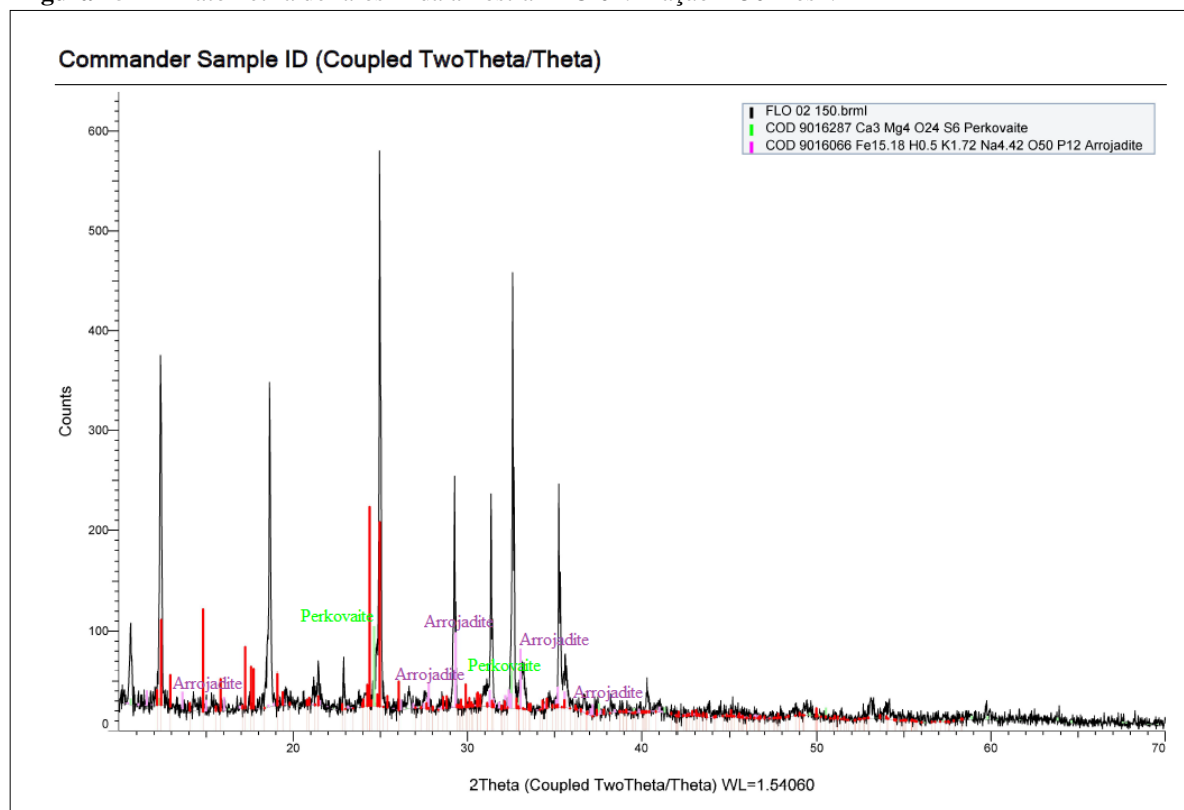
Elemento	%	Elemento	%
Fe	77,34	Mn	0,46
Ti	15,28	Cr	0,38
Si	5,23	Ca	0,18
V	0,97	Cu	0,14

Fonte: O autor (2018).

As análises de Difractometria de raios X (DRX), da amostra FLO 02 -150 mesh, não registram a presença da ilmenita como componente mineralógico nas fases cristalinas identificadas. Os resultados compilados pelo difratograma na figura 25 reportam a presença dos minerais perkovaita (sulfato de cálcio e magnésio) e da Arrojadita (fosfato de ferro, sódio e potássio), conforme as fases:

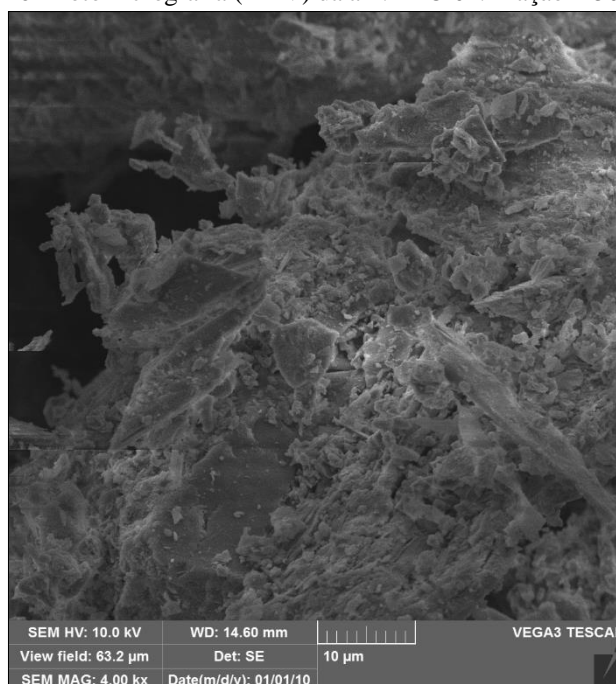
1ª fase: Ca Mg SO₄ Perkovaite
2ª fase: Fe H Na K PO Arrojadita

Figura 25 - Difratometria de raios X da amostra FLO 02. Fração -150 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Sendo assim, pode-se observar, na fotomicrografia apresentada na figura 26, partículas de morfologia tabular/lamelar, além de algumas grãos fibrosos alongados. As superfícies apresentam aspecto poroso com a indicação de constituírem-se por minerais sulfatados e fosfatados (não houve leitura de EDS).

Figura 26 - Fotomicrografia (MEV) da am. FLO 02. Fração -150 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.2.5 Amostra FLO 02 -200 Mesh

Na amostra FLO 02 -200 mesh, os valores de ferro Fe (73,23%) e titânio Ti (13,38%) mantêm-se inversamente proporcionais conservando este mesmo parâmetro com referência às demais análises. Situação similar ocorre com o vanádio V (0,97%), conforme a tabela 22, apresentando elevadas concentrações. As presenças de cromo Cr (0,48%), manganês Mn (0,40%) e níquel Ni (0,11%) sugerem a contribuição destes, na assinatura geoquímica da rocha fonte dos minerais ferrotitanovanadíferos, que são as rochas ultramáficas (alto conteúdo de compostos ferromagnesianos). Os demais elementos atendem aos limites de tolerância enquanto contaminantes,

Tabela 22- Fluorescência de raios X da amostra FLO 02. Fração -200 mesh

Elemento	%	Elemento	%
Fe	73,23	Mn	0,40
Ti	13,38	Ca	0,21
Al	5,75	Ni	0,11
Si	5,32	Cu	0,10
V	0,97	Zr	0,03
Cr	0,48		

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difractometria de raios X (DRX) reportam, nesse sentido, as diferentes fases cristalinas e os minerais portadores de titânio, caracterizados na amostra e

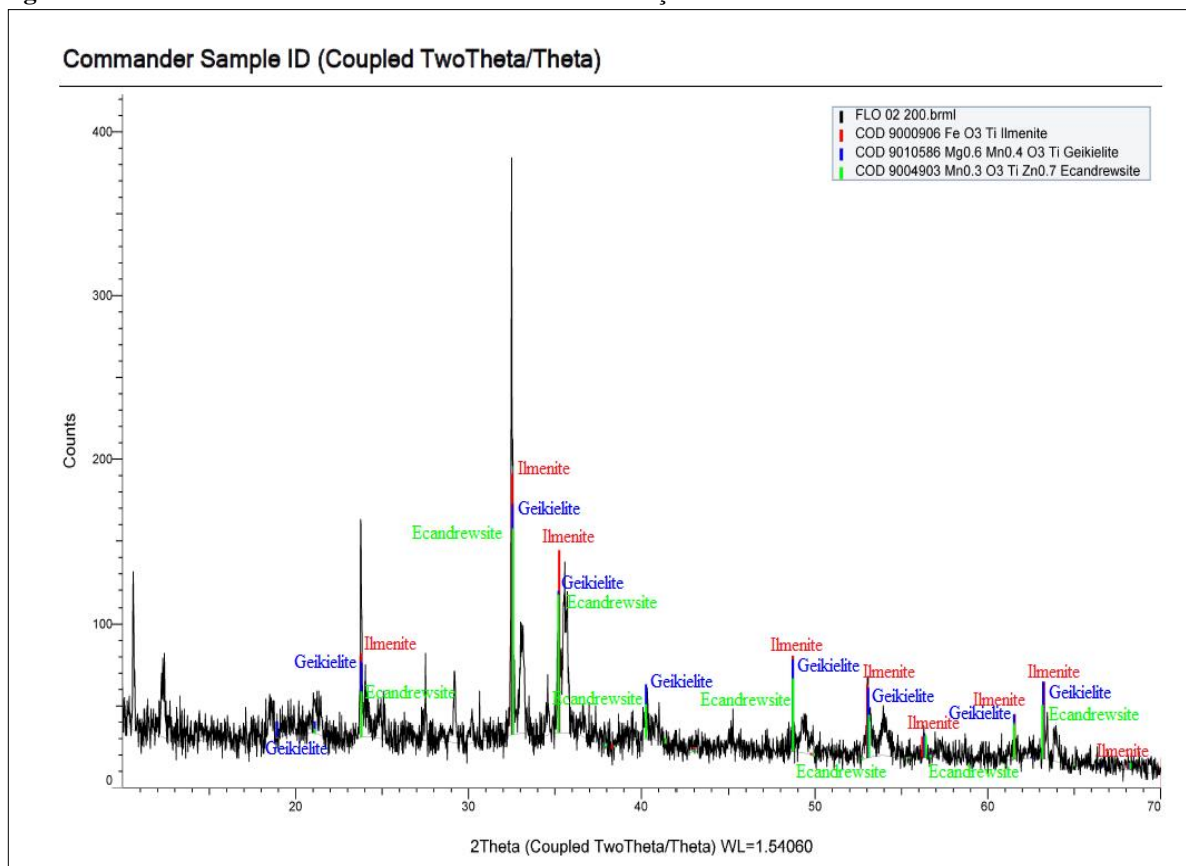
apresentados pelo difratograma na figura 27, a exemplo do que foi relatado na caracterização da amostra ilmenita, geikielita e ecandrewsita, conforme as fases:

1ª fase: Fe TiO₃ Ilmenita

2ª fase: Mg Mn TiO₃ Geikielita

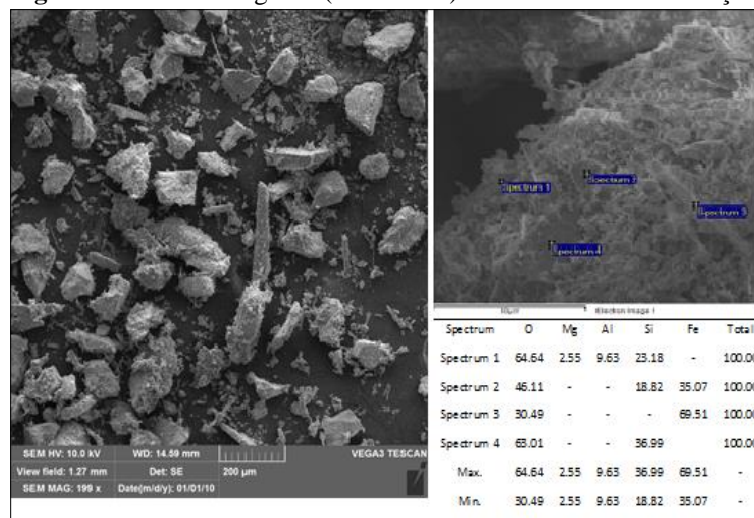
3ª fase: Mn Zn TiO₃ Ecandrewsita

Figura 27 - Difractometria de raios X da amostra FLO 02. Fração -200 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Já na figura 28, a fotomicrografia (campo 199x) apresenta grãos com característica de minerais silicáticos, confirmados nos registros da EDS: a composição dos elementos químicos na constituição dos silicatos de alumínio e magnésio, no espectro 1; silicato de ferro no espectro 2; óxido de ferro no espectro 3; e dióxido de silício (quartzo) no espectro 4.

Figura 28 - Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 02. Fração -200 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.2.6 Amostra FLO 02 -325 Mesh

Na tabela 23, registra-se, na FLO 02 -325 mesh, uma redução na concentração do titânio Ti (11,56%) e elevação do conteúdo de ferro Fe (75,12%), com relação às faixas granulométricas em -150 e -200 mesh, como já observado. Este fator pode estar relacionado aos feitos mecânicos da moagem que influenciam no grau de liberação da ilmenita. A redução da granulometria, por sua vez, contribui para a redução do teor de titânio, enquanto o vanádio V (0,94%) apresenta concentração anômala, ao passo que os demais elementos apresentam-se dentro dos limites aceitáveis como contaminantes.

Tabela 23- Fluorescência de raios X da amostra FLO 02. Fração -325 mesh.

Elemento	%	Elemento	%
Fe	75,12	Cr	0,44
Ti	11,56	Mn	0,39
Si	5,66	Ni	0,11
Al	5,62	Cu	0,11
V	0,94	Zr	0,04

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difractometria de raios X na figura 29 destacam quatro fases de sistemas cristalinos, sendo duas delas representativas de minerais portadores de titânio (ilmenita e geikielita). Na 1ª fase, foi identificada a Roxbyita (sulfeto de cobre); na 2ª fase, a ilmenita (dióxido de titânio); na 3ª fase, rondorfita (sulfato de cálcio, cério e magnésio); e, na 4ª fase, a geikielita (óxido de magnésio, manganês e titânio).

Através da composição química dos sistemas identificados, pode-se concluir, então, que são formados em ambiente oxi-redutor.

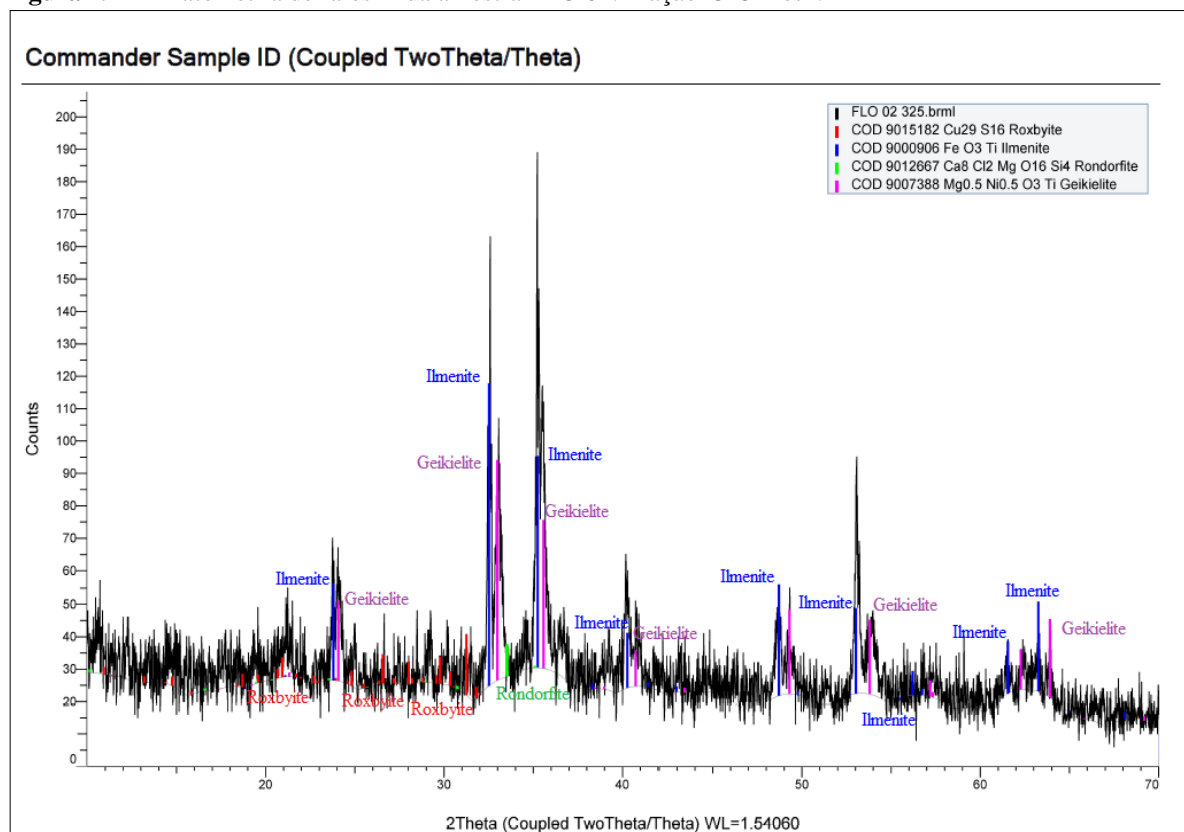
1ª fase: Cu S - Roxbyita

2ª fase: Fe TiO₃ - Ilmenita

3ª fase: Ca Ce Mg SO₄ – Rondorfita

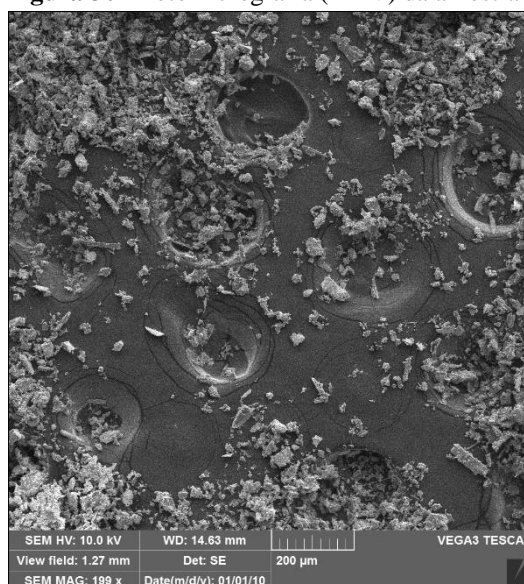
4ª fase: Mg Mn TiO₃ - Geikielita

Figura 29 - Difratometria de raios X da amostra FLO 02. Fração -325 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Em seguida, na figura 30, a fotomicrografia (campo 199x) apresenta grãos com característica de minerais silicáticos, com predominância do quartzo (dióxido de silício), além de outros silicatos de ferro, alumínio e magnésio.

Figura 30 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 02. Fração -325

Fonte: O autor (2018).

4.2.7 Amostra FLO 03 -150 Mesh

Na tabela 24, referente à amostra FLO 03 -150 mesh, os valores de Fe (77,22%) e titânio Ti (13,67%) presentes na fração caracterizam compostos de ferro e titânio, incluindo a ilmenita, de acordo com os resultados analíticos por Fluorescência de raios X. O bário Ba (5,81%) comporta-se percentualmente anômalo, enquanto os demais elementos apresentam-se dentro dos limites aceitáveis na forma de contaminantes. Não há, nesse caso, registro do elemento vanádio.

Tabela 24 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 03. Fração -150 mesh.

Elemento	%	Elemento	%
Fe	77,22	Ca	0,37
Ti	13,67	Cr	0,36
Ba	5,81	Cu	0,06
Si	2,51		

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difractometria de raios X (figura 31) identificam as fases cristalinas e os minerais representativos na amostra FLO 03 -200 mesh, a saber, a alita (silicato de cálcio), a goethita (hidróxido de ferro) e o Cl Cs H Te, em uma fase sem referência mineralógica, nas cartas pesquisada, embora os picos de intensidade sejam expressivos com a presença de um componente radioativo, o cloreto de cério (CICs).

Na varredura efetuada para identificação das fases minerais através da DRX, não há registros da ilmenita, o que se efetiva como uma hipótese da superposição de picos. Entretanto, na 3ª fase, registra-se o mineral goethita (FeOOH), o componente mineralógico mais comum

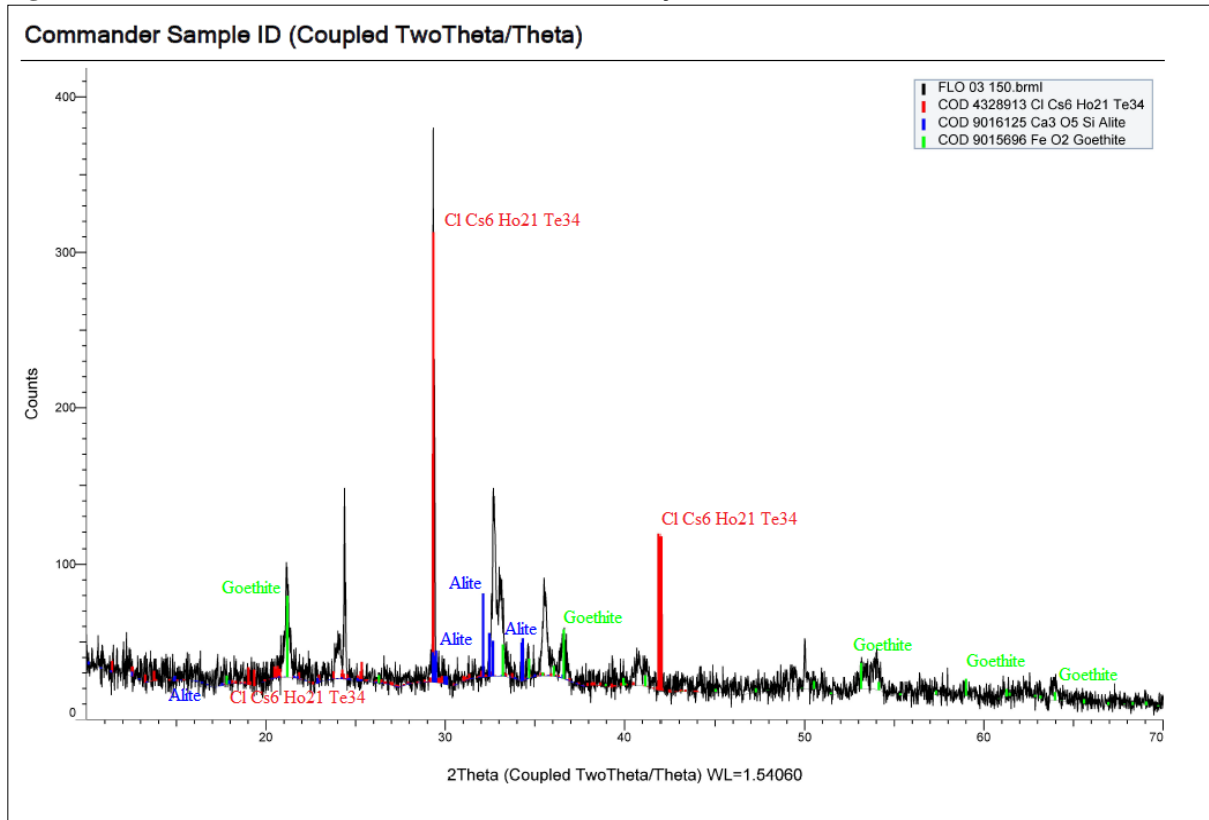
na categoria dos hidróxidos de ferro e provável promotor do aporte dos elementos Fe e Ti, no material.

1ª fase: Cl Cs H Te

2ª fase: Ca O Si Alita

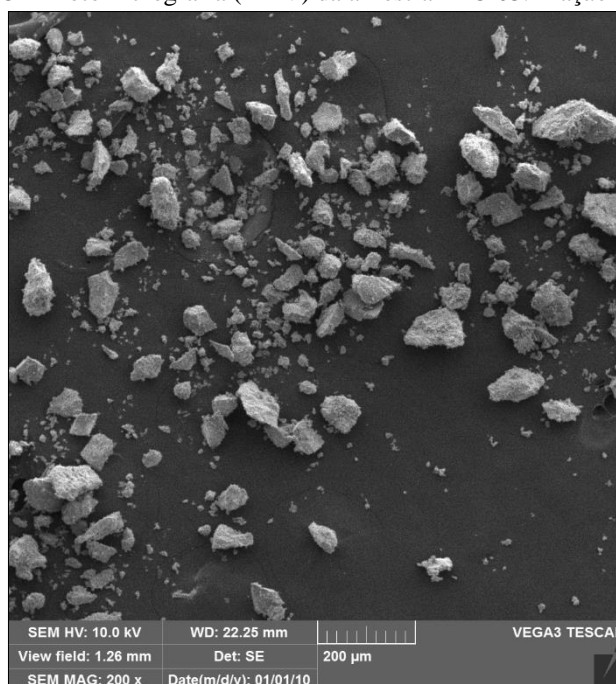
3ª fase: Fe O₂ Goethita

Figura 31 - Difratometria de raios X da amostra FLO 03. Fração -150 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Na figura 32, por sua vez, a fotomicrografia (campo 199x) apresenta grãos com característica de minerais silicáticos (quartzo). As análises por EDS confirmam, além do quartzo (SiO₂), a formulação de silicatos de Fe, Al e Mg.

Figura 32 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 03. Fração -150 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.2.8 Amostra FLO 03 -200 Mesh

Com a redução no tamanho da fração analisada, e de acordo com os resultados obtidos pela Fluorescência de raios X na tabela 25, observa-se uma redução nos valores do ferro Fe (74,19%) e do titânio Ti (12,77%). Isso se justifica, possivelmente, pela presença do alumínio Al^{+++} (4,95%), na substituição iônica deste com o Fe^{+++} , fato que provavelmente não altera o perfil analítico do material rochoso, comparativamente aos resultados de Fluorescência de raios X na amostra FLO 03 -150 mesh. Portanto, não se registra a presença do elemento químico vanádio na análise, ao passo que os demais elementos se apresentam dentro dos limites aceitáveis enquanto contaminantes.

Tabela 25- Fluorescência de Raios X da amostra FLO 03. Fração 200 mesh.

Elemento	%	Elemento	%
Fe	74,19	Si	2,04
Ti	12,77	Cr	0,33
Ba	5,65	Cu	0,05
Al	4,95		

Fonte: O autor (2018).

Os dados do difratograma apresentado na figura 33 destacam a goethita nas duas primeiras fases cristalinas. Na 3ª fase, foi identificado um composto complexo (Al, Ca, Fe, Mg, Mn, Na P) da família dos fosfatos (PO_4), catalogado por PB Moore J Molin (1974), como Ferrowylleite. Na 4ª fase, a hematita Fe_2O_3 pode se formar pelo aquecimento da goethita em

temperaturas entre 250°C e 350°C. A ilmenita, embora não identificada na análise por Difractometria de raios X, forma com a hematita uma das séries no processo de oxidação que afeta as fases cristalinas. Nesse processo, observa-se, ainda, um adensamento escuro na base dos picos, representando fases amorfas não identificadas no difratograma.

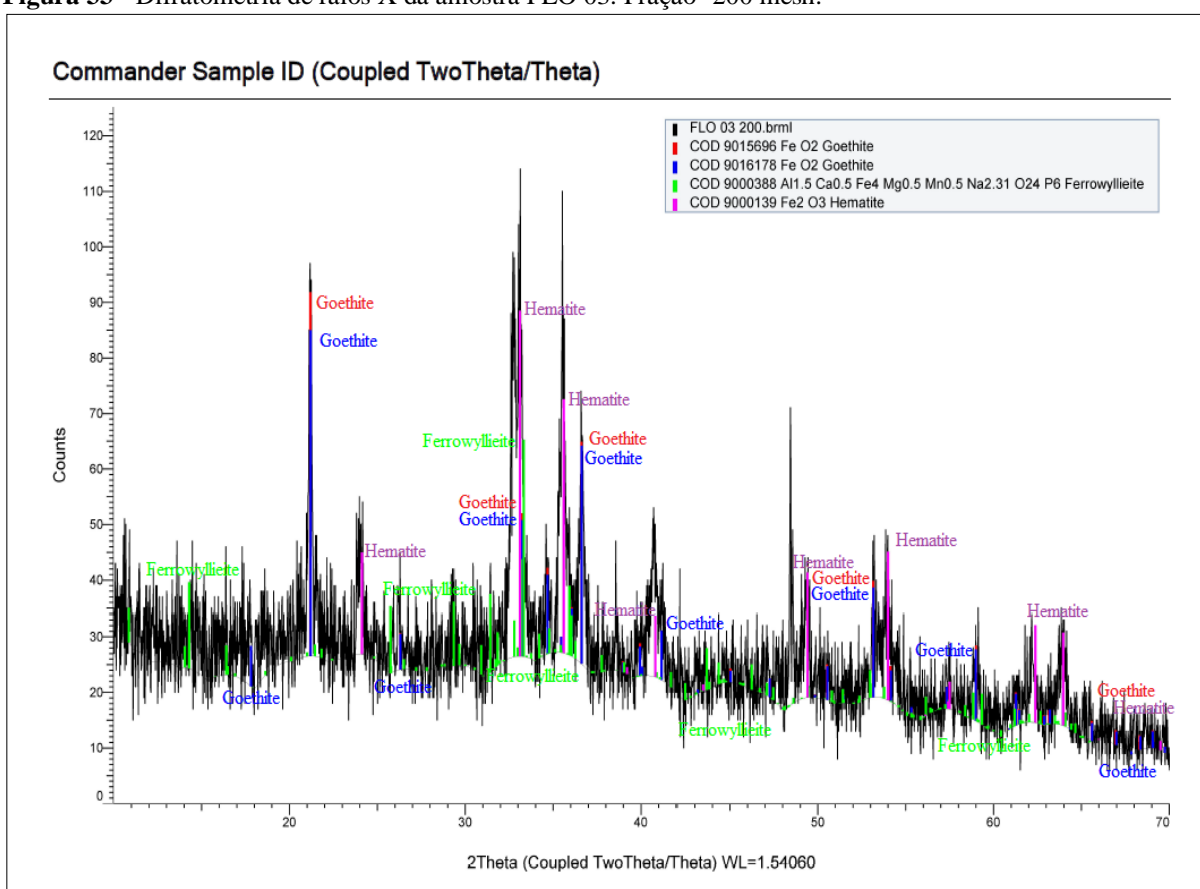
1ª fase: Fe O₂ Goethita

2ª fase: Fe O₂ Goethita;

3ª fase: Al Ca Fe Mg Mn Na P - Ferrowyllieite (Grupo da Wylieite)

4ª fase: Fe₂ O₃ Hematita.

Figura 33 - Difractometria de raios X da amostra FLO 03. Fração -200 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Ademais, a fotomicrografia (200 x) MEV/EDS da figura 34 apresenta grãos de morfologia heterogênea e os espectros obtidos na varredura caracterizam a magnetita em (2,4,5) aderida à superfície da ilmenita em (1,3).

1: Ilmenita: Fe (29,38%) O (36,67%) Ti (31,55%) Mg (2,40%)

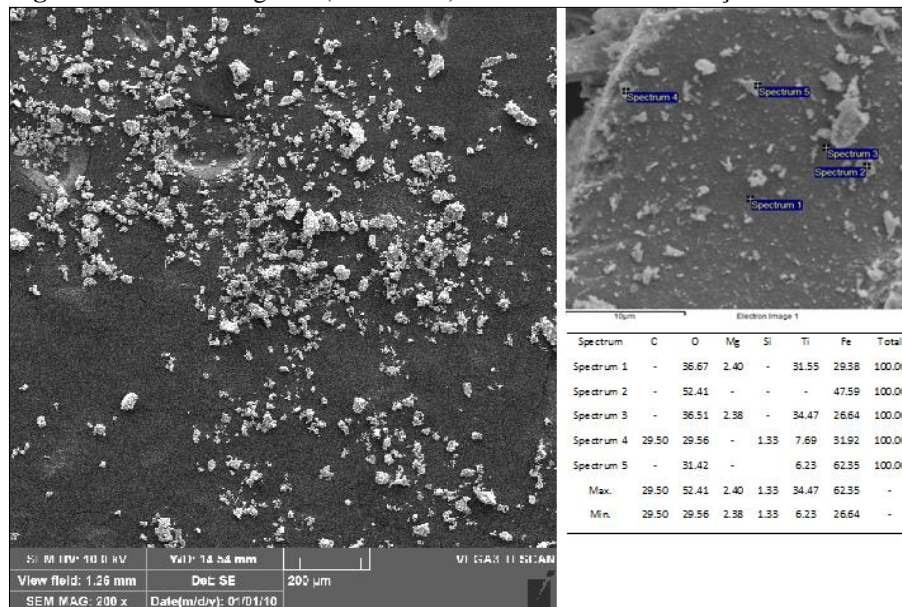
2: Magnetita: Fe (47,59%) O (52,41%)

3: Ilmenita: Fe (47,59%) O (36,51%) Mg (2,38%) Ti (34,47%)

4: Magnetita: Fe (Fe (47,59%) O (29,56%) Si (1,33%) (7,69) Ti (7,69%)

5: Magnetita: Fe (Fe (62,35%) O (31,42%) Ti (6,23%)

Figura 34 - Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 03. Fração -200 mesh.



Fonte: O autor (2018).

4.2.9 Amostra FLO 03 -325 Mesh

Os resultados analíticos por fluorescência de raios X apresentado na tabela 26 indicam que a redução da granulometria do material para uma fração mais fina promove uma elevação nos valores do ferro Fe (84,08%), ao passo que ocorre uma redução na concentração do titânio Ti (7,76%). O bário Ba (5,10%) apresenta-se em concentrações anômalas e os demais elementos dentro dos limites aceitáveis enquanto contaminantes. Não há registro do elemento químico vanádio.

Tabela 26 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 03. Fração -325 mesh.

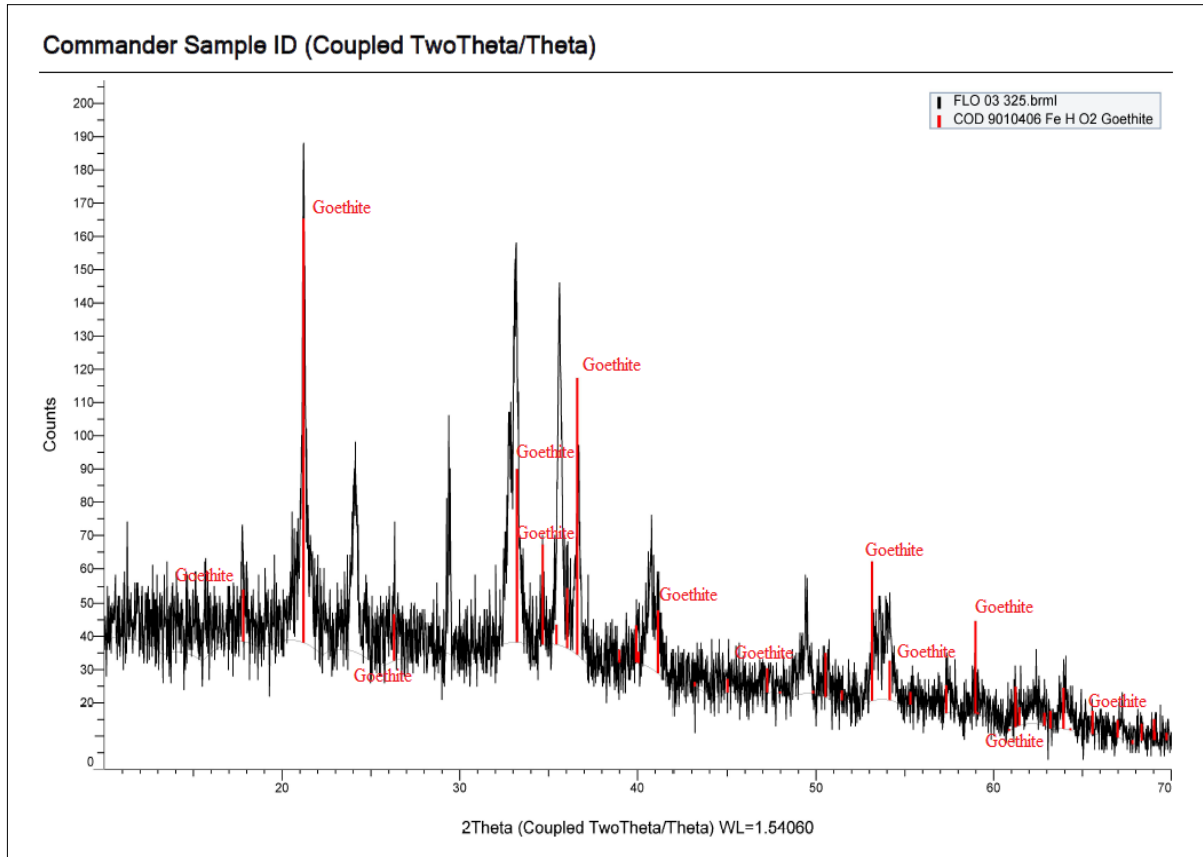
Elemento	%	Elemento	%
Fe	84,08	Cr	0,39
Ti	7,76	Ca	0,3
Ba	5,10	Cu	0,07
Si	2,20	Zr	0,02

Fonte: O autor (2018).

A Difractometria de raios X apresentada na figura 35 reporta uma única fase cristalina, Fe OH₂ – goethita, um hidróxido de ferro identificado também na amostra FLO 03 -200 mesh. Observa-se, além disso, um adensamento escuro na base dos picos, representando fases amorfas não identificadas no difratograma.

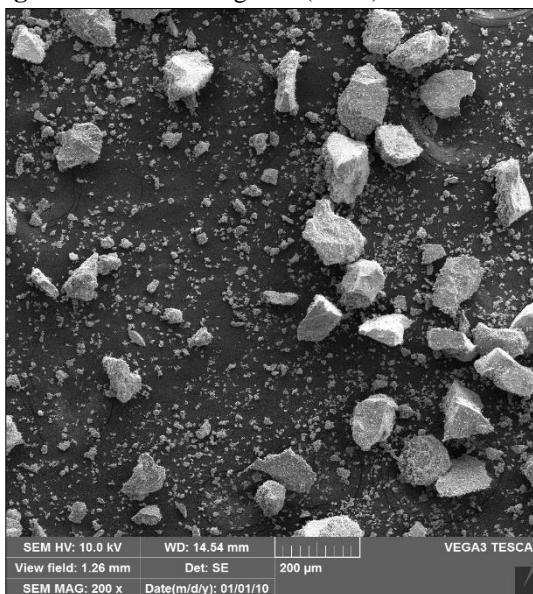
1ª fase: Fe OH₂ Goethita

Figura 35 - Difractometria de raios X da amostra FLO 03. Fração -325 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Os grãos visíveis na fotomicrografia (figura 36) possuem morfologia angulosa, alguns apresentando superfícies esbranquiçadas e porosas (goethita). Um fino adensamento de lamelas <20 micrômetros, provavelmente de magnetita, aderem-se ao filme de carbono.

Figura 36 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 03. Fração -325 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.2.10 Amostra FLO 04 -150 Mesh

As concentrações de ferro Fe (74,96%) e de titânio Ti (14,47%) no material analisado indicam a formação da titanomagnetita e da sua relação intrínseca com o vanádio V (0,66%). A elevação do teor de silício Si (8,73%) promove, assim, a formação de minerais silicáticos, sendo que os demais constituintes químicos se mantêm nos padrões aceitáveis enquanto contaminantes, conforme registro na tabela 27.

Tabela 27- Fluorescência de raios X da amostra FLO 04. Fração -150 mesh.

Elemento	%	Elemento	%
Fe	74,96	Mn	0,62
Ti	14,47	Cr	0,30
Si	8,73	Cu	0,26
V	0,66		

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difractometria de raios X no difratograma (figura 37) apresentam as diferentes fases cristalinas e os minerais representativos, a saber: os silicatos, a antigorita (silicato de magnésio) e a mordenita (silicato de alumínio, cálcio, potássio e sódio); o hidróxido nickelalumita, catalogado por The Canadian Mineralogist 43 (2005) 1511-1519; além de um fase (4ª fase) sem nomenclatura, C H N O Zn.

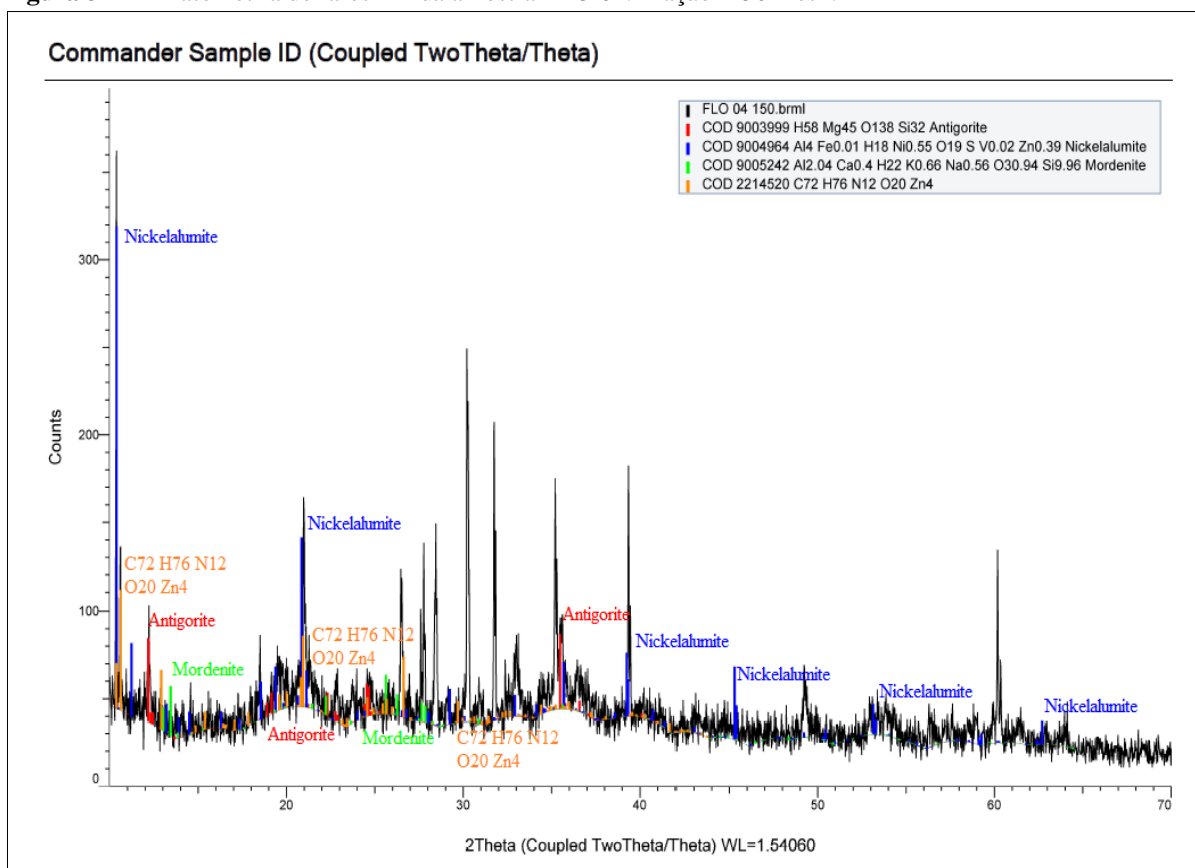
1ª fase: H Mg O Si Antigorita

2ª fase: Al Fe O H Ni O V Zn Nickelalumita

3ª fase: Al Ca H K Na O Si Mordenita

4ª fase: C H N O Zn

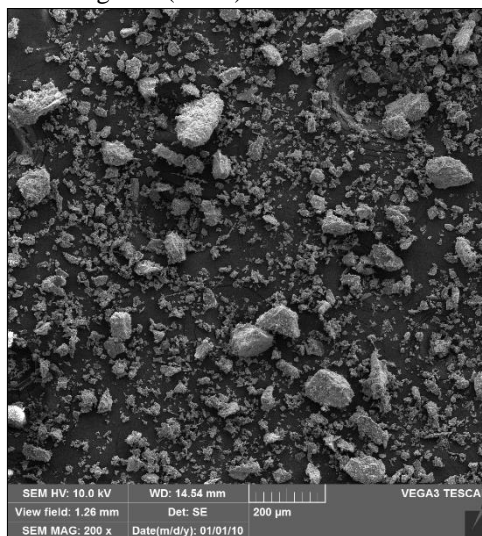
Figura 37 - Difratometria de raios - X da amostra FLO 04. Fração -150 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Nesse contexto, a fotomicrografia na figura 38 possibilita visualizar uma grande quantidade de lamelas finas < 20 micrômetros e poucas partículas grosseiras > 40 < 100 micrômetros, apresentando uma superfície de alteração silicosa. Não foram registradas, nela, leituras no multiprocessador EDS.

Figura 38 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 04. Fração -150 mesh.



Fonte: O autor (2018).

4.2.11 Amostra FLO 04 -200 Mesh

Observa-se, nesta fração, conforme a tabela 28, o elevado teor de ferro Fe (81,14%), com a redução do valor do Ti (4,79%) comparativamente à amostra FLO 04 -150 mesh. Os parâmetros abordados anteriormente comparam os efeitos da redução da granulometria no material analisado como fator responsável pela variação nos teores dos compostos caracterizados. Assim sendo, a elevação do valor do silício Si (10,33%) contribui na formação dos minerais silicáticos, ao passo que o vanádio V (0,37) mantém-se em concentração anômala, enquanto os demais elementos químicos permanecem nos padrões aceitáveis como contaminantes.

Tabela 28 - Fluorescência de raios X da amostra FLO 04. Fração -200 mesh.

Elemento	%	Elemento	%
Fe	81,14	Cu	0,48
Si	10,33	V	0,37
Ti	4,79	Cr	0,19
Ca	1,16	K	0,16
Ni	0,71	Zn	0,06
Mn	0,59		

Fonte: O autor (2018).

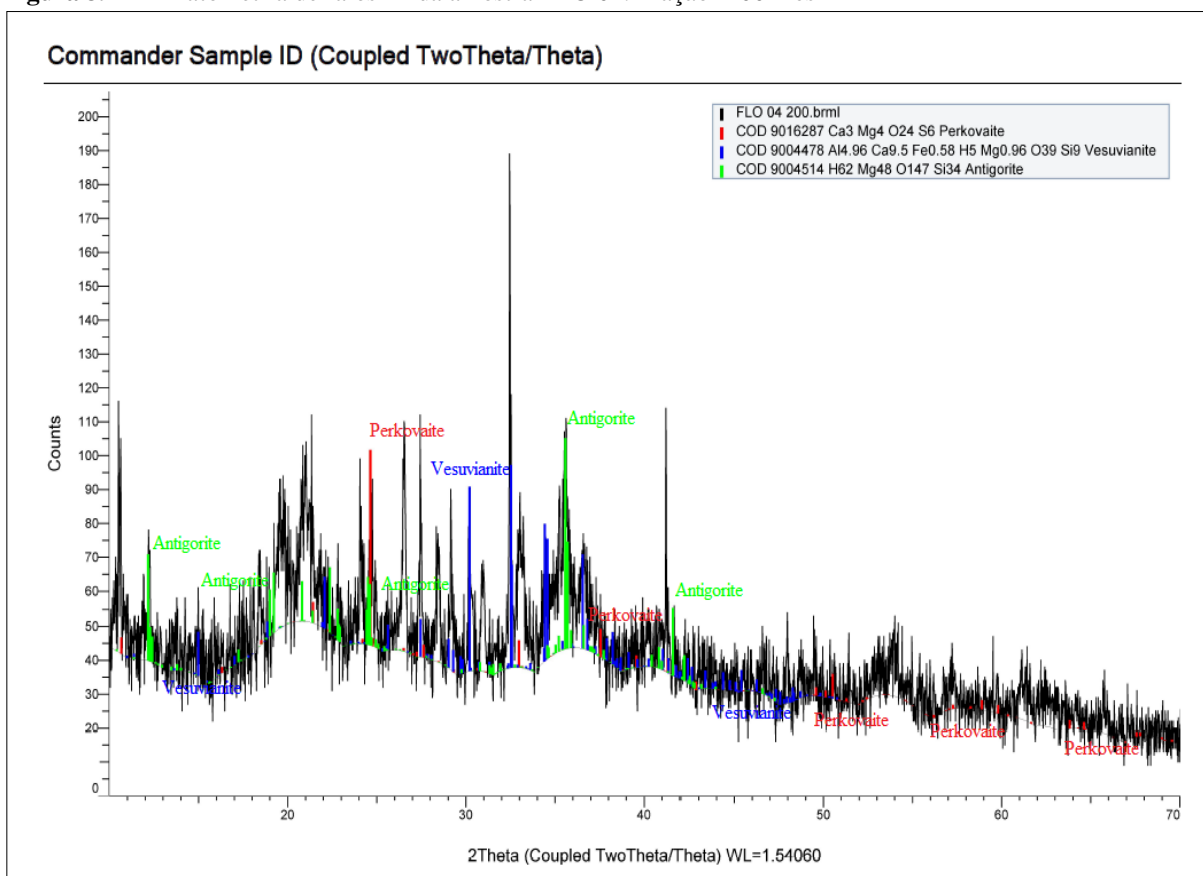
Os resultados analíticos de Difractometria de raios X apresentados na figura 39 reportam as diferentes fases cristalinas e os minerais representativos, sendo eles: Perkovaíta (sulfato de cálcio e magnésio), vesuvianita (silicato ferro magnésiano com alumínio e cálcio) e antigorita (silicato de magnésio).

1ª fase: Ca Mg S O - Perkovaíta

2ª fase: Al Ca Fe H Mg O Si - Vesuvianita

3ª fase: H Mg O Si – Antigorita

Figura 39 - Difratometria de raios X da amostra FLO 04. Fração -200 mesh



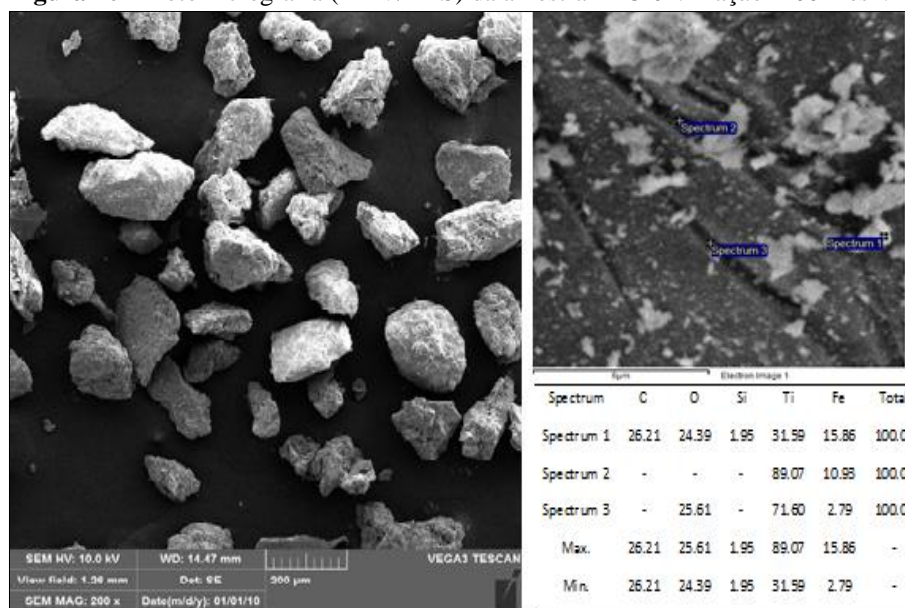
Fonte: O autor (2018).

Além do mais, a fotomicrografia (200 x) MEV/EDS da figura 40 apresenta grãos com dimensões entre 100 a 200 micrômetros, arredondados a sub angulosos. Os espectros obtidos na varredura por EDS indicam a ilmenita (1,3) e a magnetita (2).

1: Ilmenita: Fe (15,86%) O (24,39%) Ti (31,59%) Si (1,95%);

2: Magnetita: Fe (10,95%) Ti (89,07%);

3: Ilmenita: Fe (2,79%) O (25,61%) Ti (71,60%)

Figura 40 - Fotomicrografia (MEV/EDS) da amostra FLO 04. Fração -200 mesh.

Fonte: O autor (2018).

4.2.12 Amostra FLO 04 -325 Mesh

Conforme a tabela 29, os valores de ferro Fe (77,19%) e titânio Ti (1,96%) são menores em comparação aos valores apresentados em FLO 04 -200 mesh. O titânio registra, assim, seu menor teor em todas as análises químicas efetuadas nesta pesquisa. Este parâmetro ratifica, pois, os efeitos da moagem, no grau de liberação das partículas, com o aumento na concentração do ferro e redução na concentração do titânio. Além disso, o silício Si (10,37%) continua elevado, podendo formar, em conjunto com o alumínio (Al), o bário (Ba) e o cálcio (Ca), os minerais silicáticos presentes no material. Os valores apresentados pelo níquel (Ni), manganês (Mn), cobre (Cu), cromo (Cr) e potássio (K), enquanto contaminantes, estão em concentrações dentro dos padrões geoquímicos. Não houve registro da ocorrência do vanádio (V).

Tabela 29- Fluorescência de raios X da amostra FLO 04. Fração -325 mesh

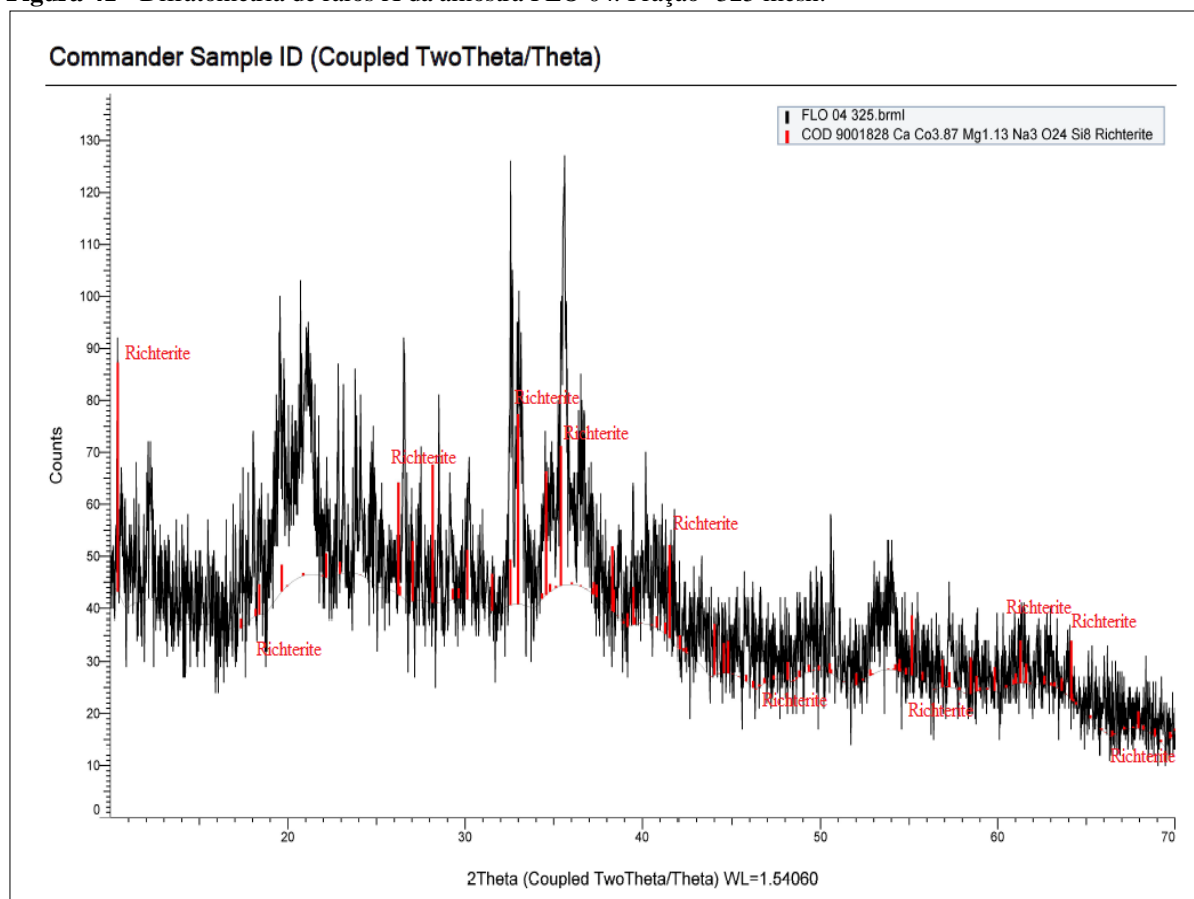
Elemento	%	Elemento	%
Fe	77,19	Ni	0,57
Si	10,37	Mn	0,55
Al	5,11	Cu	0,44
Ba	2,48	Cr	0,17
Ti	1,96	K	0,09
Ca	1,01		

Fonte: O autor (2018).

Os resultados das análises de Difractometria de raios X apresentado pelo difratograma na figura 41 reportam fases amorfas e apenas uma fase cristalina, tendo como mineral representativo a richterita (silicato de cálcio, cobalto, magnésio e sódio).

1ª fase: Ca Co Mg Na Si O Richterita.

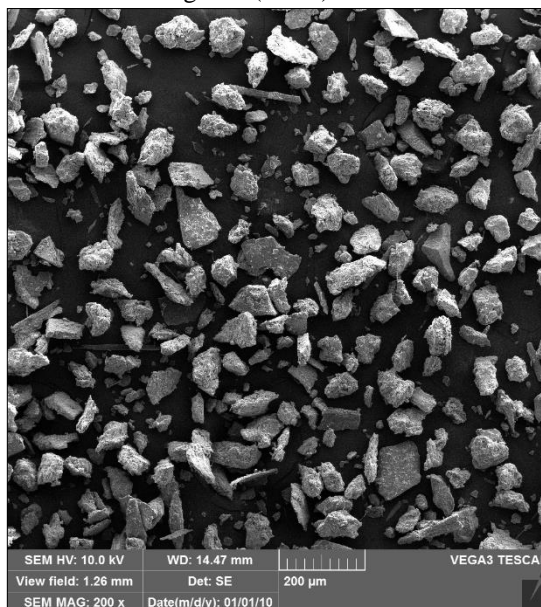
Figura 41 - Difractometria de raios X da amostra FLO 04. Fração -325 mesh.



Fonte: O autor (2018).

Além disso, a fotomicrografia (200 x) referente à figura 42 apresenta grãos angulosos a sub angulosos (partículas < 100 micrômetros). Assim sendo, em algumas partículas, observa-se uma superfície porosa e aparentemente silicificada, embora algumas se destaquem pela perfeição dos seus contornos estruturais (faces preservadas). Observa-se, ainda no difratograma, um adensamento escuro na base dos picos representando fases amorfas não identificadas na varredura. Nesse caso, não obtivemos leitura de EDS.

Figura 42 - Fotomicrografia (MEV) da amostra FLO 04. Fração -325 mesh.



Fonte: O autor (2018).

4.3 Resultados Analíticos por Separação Magnética

4.3.1 Separação Magnética (via úmida)

A separação magnética via úmida foi certificada pela INBRAS – Test – 2041/2017 e efetuada com a amostra FLO 02 (piso da cava). A alimentação do ensaio foi de 617,00 gramas (100%), granulometria 18 Mesh (1,00mm), resultando na elevada concentração de ilmenita na fração magnética de alta intensidade (1C), correspondente a 64,20% do volume de massa recuperada. Na sequência apresentamos os resultados analíticos do processo:

FRAÇÃO MAGNÉTICA 1A - Baixa intensidade.

- Equipamento: Separador Eletromagnético de Tambor, via úmida.
- Modelo WDL-8, com campo magnético de aproximadamente 1.500 Gauss.
- Massa retida : 66,00 gramas (10,70%)
- Minerais caracterizados por MEV/EDS : magnetita, titanomagnetita vanádio.

FRAÇÃO MAGNÉTICA 1B - Média intensidade:

- Equipamento: Separador Magnético de Tambor, via úmida,
- Modelo WDRE-24x6, com campo magnético de aproximadamente 7.500 Gauss.
- Massa retida : 77.00 gramas (12,50%)

- Minerais caracterizados por MEV/EDS: magnetita, titanomagnetita, vanádio, bário.

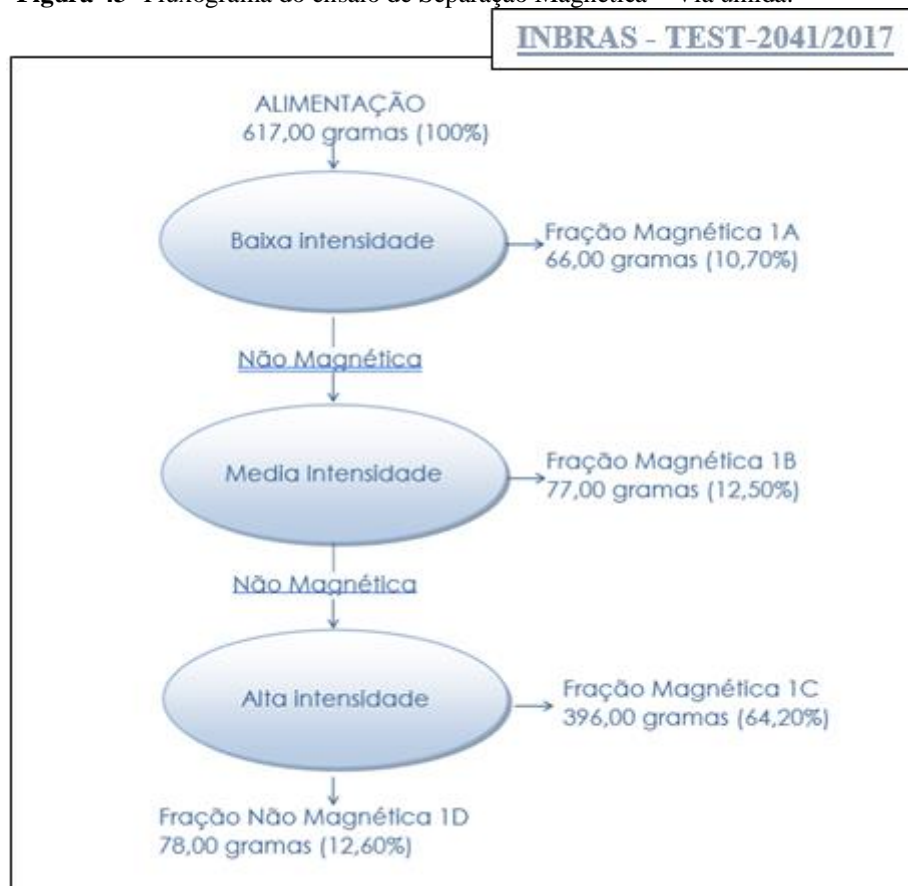
FRAÇÃO MAGNÉTICA 1C - Alta intensidade:

- Equipamento: Separador Eletromagnético tipo WHIMS, via úmida.
- Modelo L-4 (placas ranhuradas de 2,5mm), com campo magnético de aproximadamente 13.000 Gauss.
- Massa retida : 396,00 gramas (64,20%)
- Minerais caracterizados por MEV/EDS nesta fração: ilmenita, contaminantes Ni, Cr, (NiTi), apresentando baixa concentração de vanádio.

FRAÇÃO NÃO MAGNÉTICA 1D

- Massa residual : 78,00 gramas (12,60%)
- Minerais de ganga (acessórios) caracterizados por MEV/EDS nesta fração: Minerais de ganga: quartzo, feldspato, albita, hematita, calcita, olivina, piroxênio, anfibólio, hornblenda.

Figura 43- Fluxograma do ensaio de Separação Magnética – Via úmida.



Fonte: O autor (2018).

4.3.2 Resultados analíticos por EDX das frações magnéticas

Nesta etapa do trabalho, são apresentados e comentados os resultados analíticos com Espectrometria de Energia Dispersiva por Raios X (EDX), realizado no LACAMM – IFRN, referente aos concentrados dos compostos obtidos no procedimento de separação magnética, reportados anteriormente em (4.3.1):

1. No processo de separação magnética, os compostos de titânio identificados no minério ilmenítico caracterizado aumentam a sua concentração, quando submetidos a uma elevação do campo de intensidade magnética (paramagnéticos). Desta forma, os resultados analíticos por EDX, apresentados na tabela 30, registram um progressivo aumento na concentração química do dióxido de titânio (TiO_2), verificado nas intensidades magnéticas baixa, média e alta, obtidos respectivamente na (Fração 1A) 2,72%; (Fração 1B) 4,72%; e elevando-se na (Fração 1C) 38,84%. A retenção de 64,20% do material na fração magnética 1C pelo separador magnético (Teste 2041/2017 – INBRAS), corresponde à concentração de ilmenita na massa processada, com o teor de TiO_2 (38,84%).
2. O vanádio foi identificado nas análises de EDX (expresso como pentóxido de vanádio - V_2O_5), apresentando teores expressivos, nas frações: 1A - V_2O_5 (1,93%); 1B - V_2O_5 (1,87%); e 1D - V_2O_5 (0,69%), em associação à titanomagnetita. A sua ausência nos resultados analíticos da fração 1C corroboram com o fato de que, com o aumento da intensidade magnética (separação magnética), a sua concentração diminui. Na literatura, o V_2O_5 apresenta-se como composto diamagnético, podendo, entretanto, sofrer uma transição antiferromagnética produzida por defeitos estruturais na amostra. Um deles é, por exemplo, a vacância do oxigênio – por variação energética – um efeito identificado através da fotoluminescência.
3. Nesse processo, os teores apresentaram elevação de magnetita em 1A - Fe_2O_3 (91,92%) e 1B - Fe_2O_3 (81,73%), ao passo que, nas frações 1C, 1D e AC (amostra cabeça), os valores são efetivamente menores; A alumina, presente na fração 1B - Al_2O_3 (10,44%), indicador em conjunto com a sílica, da presença de minerais aluminossilicáticos.
4. O óxido de bário, na AC (amostra cabeça) BaO (3,31%) tem sua concentração elevada na fração 1B - BaO (7,48%) e reduzida na fração 1D – BaO (2,38%).

5. A sílica determinada na AC (amostra cabeça) - SiO₂ (4,89%) manteve-se presente nas demais frações concentradas, ou seja, na 1A - SiO₂ (2,99%), na 1B - SiO₂ (3,37%) e na 1C - SiO₂ (2,56%), sendo recuperada com valor máximo na faixa dos minerais não magnéticos em 1D - SiO₂ (9,90%).
6. Os óxidos de manganês MnO (0,61%), cromo Cr₂O₃ (0,62%), cálcio CaO (0,24%), cobre CuO (0,20%), níquel NiO (0,19%), zinco ZnO (0,04%) e estrôncio SrO (0,02%) estão presentes em discretas concentrações (traços), não interferindo, pois, como contaminantes no minério ilmenítico. Eles podem, ainda, fazer parte da composição química dos outros minerais de titânio ou mesmo da ganga (minerais acessórios).

Os resultados das análises de EDX – Espectroscopia de Energia Dispersiva por raios X, referente às frações resultantes da separação magnética da amostra FLO 02 (-18 mesh), são apresentados na tabela 30.

Tabela 30 - Resultados de EDX das amostras FLO 02. Fração -18 mesh.

FLO 02 - PISO DA CAVA									
Fração Magnética. 1A		Fração Magnética. 1B		Fração Magnética. 1C		Fração Magnética. 1D		Fração Original Amostra Cabeça (AC)	
Compo sto	%	Compo sto	%	Compo sto	%	Compo sto	%	Compo sto	%
Fe ₂ O ₃	91,92	Fe ₂ O ₃	81,73	Fe ₂ O ₃	57,50	Fe ₂ O ₃	62,70	Fe ₂ O ₃	66,82
SiO ₂	2,99	BaO	7,48	TiO ₂	38,84	TiO ₂	11,91	TiO ₂	22,68
TiO ₂	2,27	TiO ₂	4,75	SiO ₂	2,56	Al ₂ O ₃	10,44	SiO ₂	4,89
V ₂ O ₅	1,93	SiO ₂	3,37	MnO	0,61	SiO ₂	9,90	BaO	3,31
Cr ₂ O ₃	0,62	V ₂ O ₅	1,87	CaO	0,24	BaO	2,38	V ₂ O ₅	1,29
MnO	0,18	Cr ₂ O ₃	0,40	Cr ₂ O ₃	0,11	CaO	1,05	MnO	0,45
CuO	0,09	MnO	0,24	CuO	0,07	V ₂ O ₅	0,69	CaO	0,21
		CuO	0,10	NiO	0,05	MnO	0,36	Cr ₂ O ₃	0,15
		NiO	0,06	ZnO	0,03	CuO	0,20	CuO	0,11
						NiO	0,19	NiO	0,09
						Cr ₂ O ₃	0,14		
						ZnO	0,04		
						SrO	0,02		

Fonte: O autor (2018).

4.3.3 Resultados analíticos por fusão com tetraborato de lítio/FRX na fração 1C da separação magnética

Na tabela 31, são apresentados os resultados dos ensaios químicos por Fusão com Tetraborato de Lítio e Quantificação por FRX (com Perda ao Fogo por Calcinação a 405°C). As análises foram viabilizadas através de uma cortesia da PPM – Planejamento e Pesquisa Mineral SC Ltda., e realizadas no Laboratório da SGS – GEOSOL, em Vespasiano – MG que detém Certificação Internacional.

A análise efetuada na amostra FLO 02 – Fração Magnética 1C – Granulometria -18 Mesh (1,00 mm) apresenta o melhor resultado dentre os demais ensaios químicos realizados na pesquisa, com o uso da Fluorescência de raios X. Além disso, o elevado percentual de dióxido de titânio TiO_2 (44,70%) concentrado através do processo de separação magnética caracteriza, de forma representativa, a presença do mineral ilmenita (Fe_2TiO_3). Ademais, a determinação do Óxido de ferro (II) – FeO por Titulação com dicromato de potássio (método volumétrico) registra o teor de FeO (26,54%) indicativo da presença da magnetita, que embora submetida à separação magnética numa elevada intensidade, permanece de forma residual. Assim, a concentração de Fe_2O_3 (49,6%) corresponde aos óxidos representados pelas demais fases dos compostos de ferro presentes no material, enquanto o vanádio V_2O_5 (0,29%) apresenta-se com a menor concentração na fração magnética 1C, comparativamente às demais frações analisadas, dado, ao seu caráter, baixa susceptibilidade magnética. Foram determinados, também, os contaminantes MgO (3,82%), SiO_2 (2,32%), MnO (0,55%), Al_2O_3 (0,48%), CaO (0,12%), P_2O_5 (0,014%) e outros compostos com menor representatividade (traços).

Tabela 31- Resultado da FLO 02 - fração magnética 1C compilado do certificado GQ1801076 SGS-GEOSOL.

Compo sto	%	Compo sto	%	Compo sto	%	Compo sto	%
FeO	26,54	Fe_2O_3	49,6	TiO_2	44,7	P_2O_5	0,014
SiO_2	2,23	CaO	0,14	V_2O_5	0,29	K_2O	0,01
Al_2O_3	0,48	MgO	3,82	Na_2O	<0,1	MnO	0,55
						Cr_2O_3	0,02

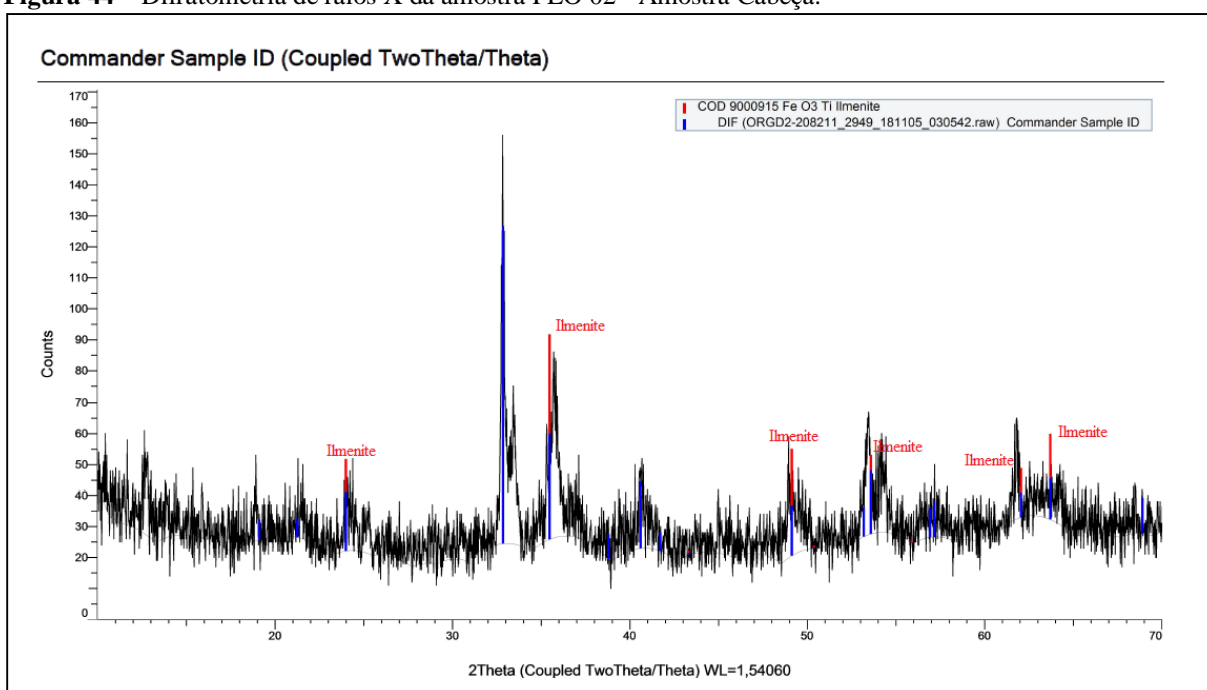
Fonte: SGS - GEOSOL

4.3.4 Resultados analíticos por Difractometria de raios X (DRX) nas frações da separação magnética.

Os resultados analíticos de Difractometria de raios X apresentados na figura 44 caracterizam a ilmenita, no material rochoso *in situ* (amostra cabeça), como componente único na fase cristalina. Observa-se, ainda, um adensamento escuro na base dos picos, representando fases amorfas não identificadas no difratograma.

1ª fase: Fe TiO₃ – Ilmenita

Figura 44 – Difractometria de raios X da amostra FLO 02 - Amostra Cabeça.

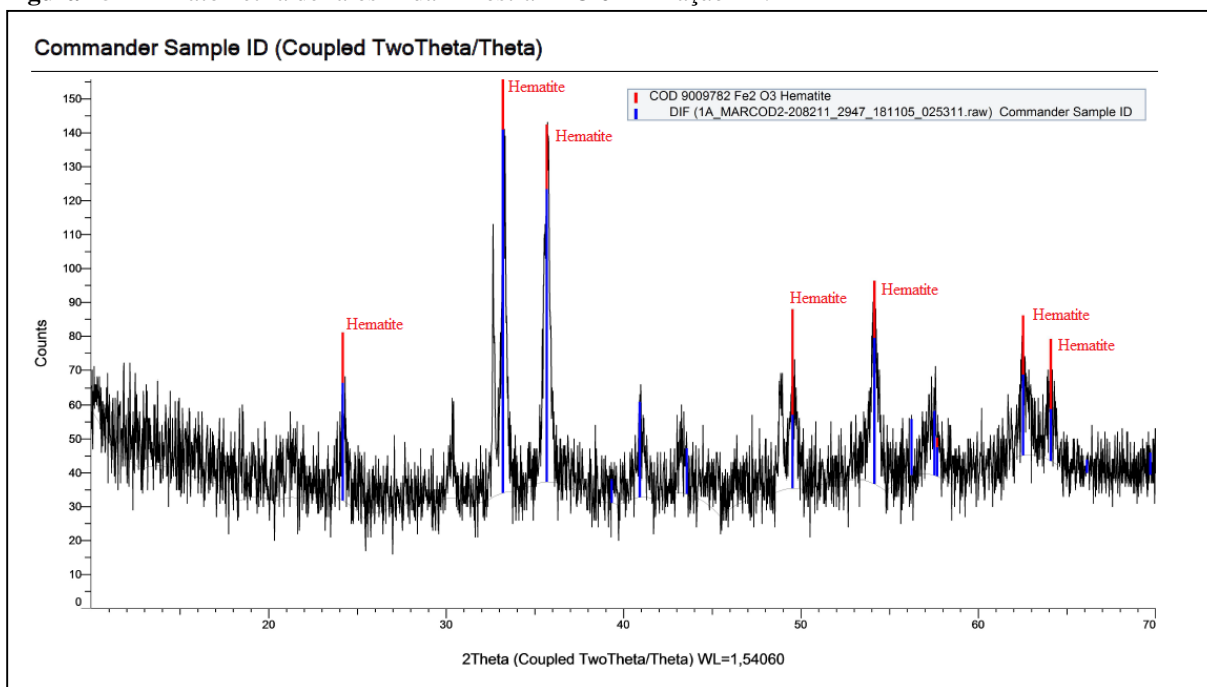


Fonte: O autor (2018).

Além disso, os resultados analíticos de Difractometria de raios X apresentados na figura 45 caracterizam a hematita como única fase cristalina na amostra FLO 02 - fração 1A. Observa-se, também no difratograma, um adensamento escuro na base dos picos representando fases amorfas não identificadas na varredura.

1ª fase: Fe₂O₃ – Hematita

Figura 45 - Difratomia de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1A.



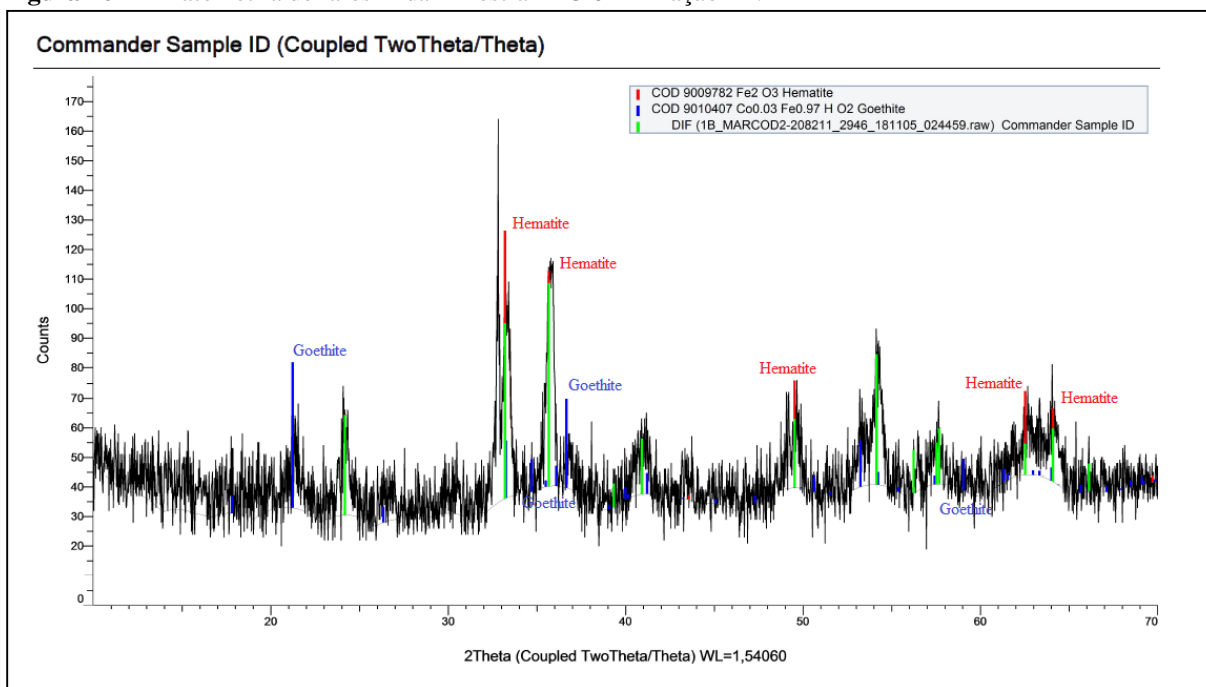
Fonte: O autor (2018).

Os resultados analíticos de Difratomia de raios X apresentados na figura 46 caracterizam a hematita (fase 1) e a goethita (fase 2) na amostra FLO 02 – fração 1B. Observa-se, ainda, um adensamento escuro na base dos picos, representando fases amorfas não identificadas no difratograma.

1^a fase: Fe₂O₃ – Hematita

2^a fase: Fe OH₂ Goethita

Figura 46 - Difratomia de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1B.

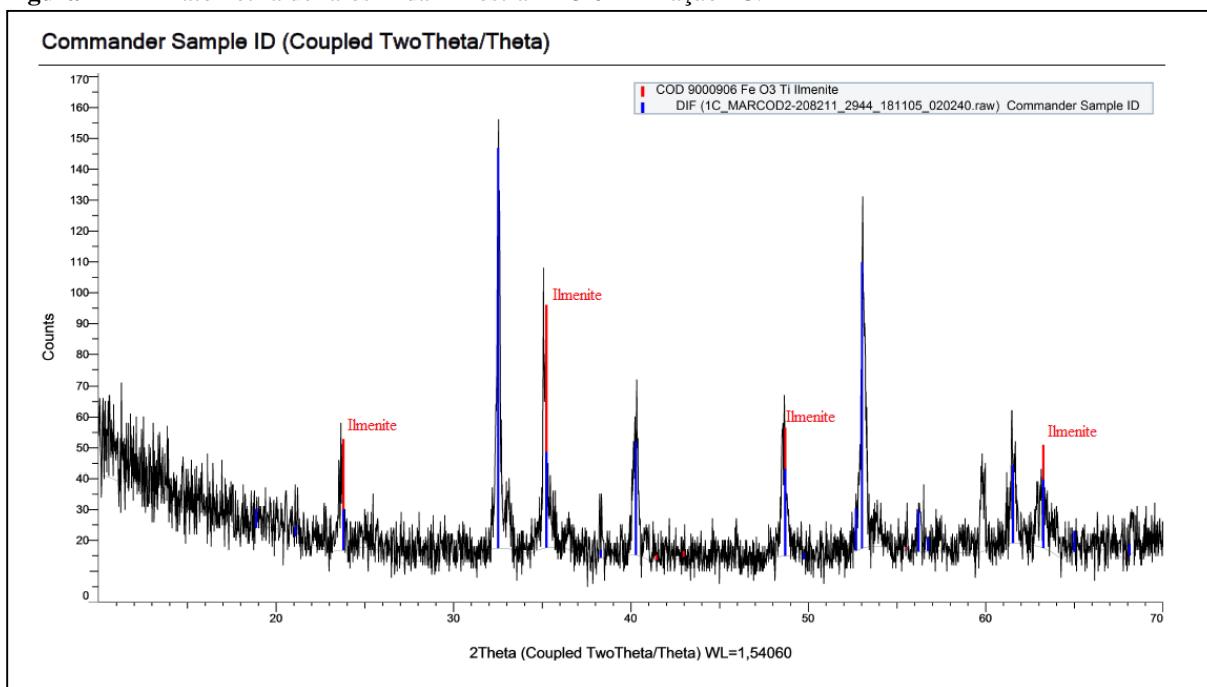


Fonte: O autor (2018).

Além disso, os resultados analíticos de Difratomia de raios X apresentados na figura 47 caracterizam a ilmenita como única fase cristalina, confirmando a predominância deste mineral na massa retida (63,20%) da amostra FLO 02 – fração 1C, nos ensaios de separação magnética. Observa-se, também, um adensamento escuro na base dos picos, representando fases amorfas não identificadas no difratograma.

1ª fase: Fe TiO_3 – Ilmenita

Figura 47 - Difratometria de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1C.



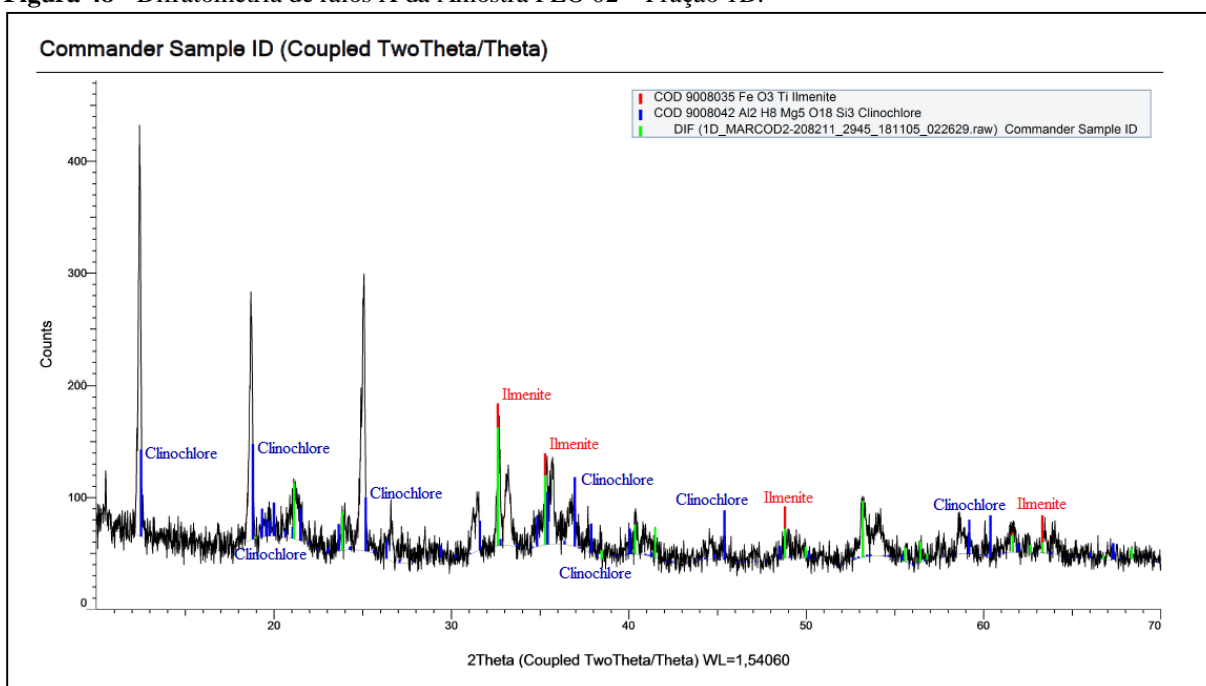
Fonte: O autor (2018).

Outrossim, os resultados analíticos de Difratometria de raios X apresentados na figura 48 caracterizam a ilmenita (fase 1) e clinoclóro (fase 2) na amostra FLO 02 – fração 1D. Este resultado indica que mesmo submetida ao campo de maior intensidade, no processo de separação magnética, a amostra FLO 02 ainda liberou partículas de material ilmenítico, além dos silicatos e demais minerais de ganga, apresentados nesta fase. Observa-se, ainda, um adensamento escuro na base dos picos, representando fases amorfas não identificadas no difratograma.

1ª fase: Fe TiO_3 – Ilmenita

2ª fase: $(\text{Mg, Fe})_5\text{Al}_2\text{Si}_3\text{H}_8\text{O}_{18}$ – Clinoclóro

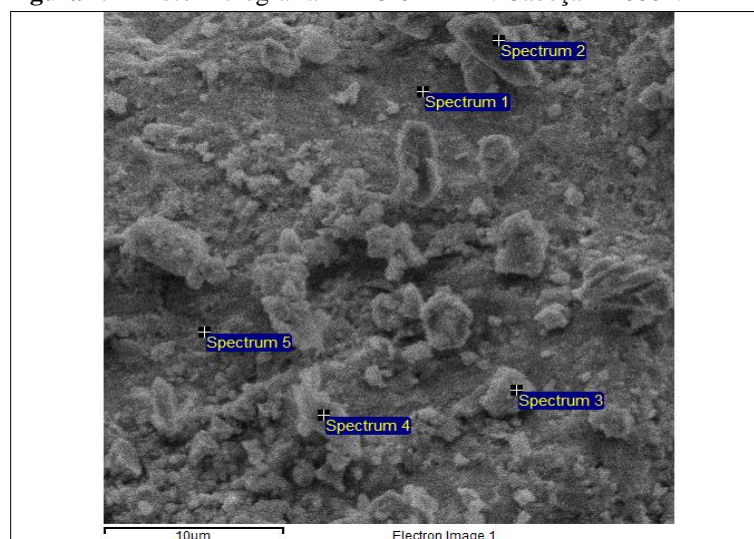
Figura 48 - Difractometria de raios X da Amostra FLO 02 – Fração 1D.



Fonte: O autor (2018).

4.3.5 Resultados analíticos por MEV/EDS nas frações da separação magnética.

Na figura 49, a partir da fotomicrografia da amostra FLO 02 – Amostra Cabeça, ampliada 4000x através da análise por MEV, observa-se grãos de formas irregulares, alguns com aspecto poroso e superfícies apresentando alteração (exsolução). Nesse processo, os minerais foram identificados através dos espectros 1 e 2 a ilmenita; no espectro 5 a titanomagnetita; no espectro 4 o clinocllore (silicato de Fe, Al, Mg); no espectro 3 o quartzo (SiO₂) exibindo grãos com suas feições cristalinas preservadas. Nesta varredura, torna-se importante registrar, a presença do titânio em todos os espectros, e do vanádio, com exceção no espectro 1.

Figura 49 - Fotomicrografia - FLO 02 – Am. Cabeça – 4000x.

Fonte: O autor (2018).

Os dados a seguir referem-se à interpretação dos espectros obtidos na varredura MEV/EDS da FLO 02 – Amostra Cabeça, apresentada na tabela 32.

1. Ilmenita: Fe (38,88%) O (40,36%) Ti (16,78%)
2. Ilmenita: Fe (35,79%) O (40,71%) Ti (20,31%) V (0,22%)
3. Quartzo: O (65,93%) Si (22,79%) Mg (0,55%) Ti (1,44%) V (0,52%)
4. Silicato de Fe, Al, Mg: Fe (28,23%) O (52,10%) Si (12,71%) Al (3,34%) Mg (1,34%) Ca (0,07%) Ti (1,49%) V (0,72%)
5. Titanomagnetita: Fe (53,39%) O (35,90%) Ti (6,08%) Si (2,34%) Mg (1,17%) (0,86% (0,86%) Ca (0,25%) V (0,52%)

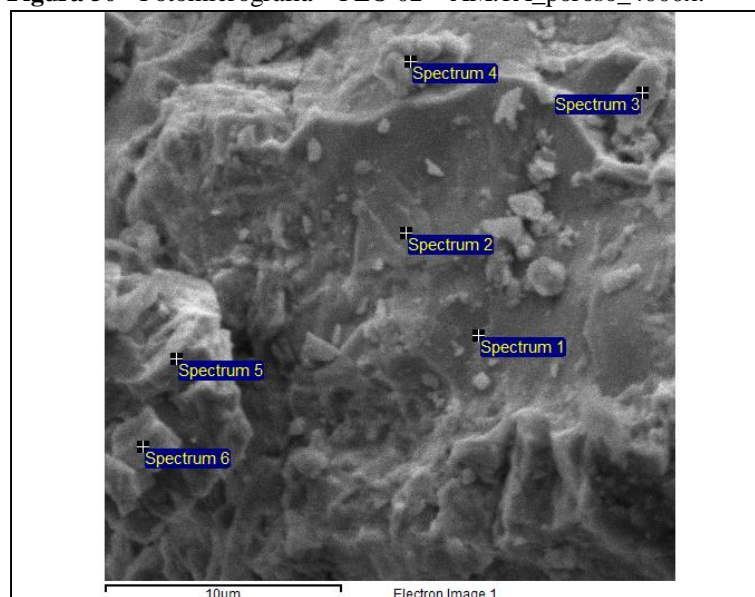
Tabela 32 - Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. Cabeça Concentrado Magnético

Spectrum	In stats.	O	Mg	Al	Si	Ca	Ti	V	Fe	Total
Spectrum 1	Yes	40.36	2.69	1.15		0.13	16.78		38.88	100.00
Spectrum 2	Yes	40.71	2.55	0.43			20.31	0.22	35.79	100.00
Spectrum 3	Yes	65.93	0.55	8.77	22.79		1.44	0.52		100.00
Spectrum 4	Yes	52.10	1.34	3.34	12.71	0.07	1.49	0.72	28.23	100.00
Spectrum 5	Yes	35.90	1.17	0.86	2.34	0.25	6.08		53.39	100.00
Max.		65.93	2.69	8.77	22.79	0.25	20.31	0.72	53.39	
Min.		35.90	0.55	0.43	2.34	0.07	1.44	0.22	28.23	

Fonte: O autor (2018).

Nesse contexto, a figura 50 reproduz a fotomicrografia da amostra FLO 02 – Fração magnética 1A – Porosa, ampliada 4000x através da análise por MEV, destacando-se a feição porosa dos grãos e as superfícies de alteração (exsolução), principalmente nos minerais de magnetita determinada nos espectros (1, 2, 3, 4, 5, 6). Nela, o titânio foi identificado nos espectros 1,5 e 6, e o vanádio nos espectros 1, 2, 4, 5 e 6.

Figura 50 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1A_poroso_4000x.



Fonte: O autor (2018).

Ademais, os dados a seguir referem-se à interpretação dos espectros obtidos na varredura EDS, apresentada na tabela 33.

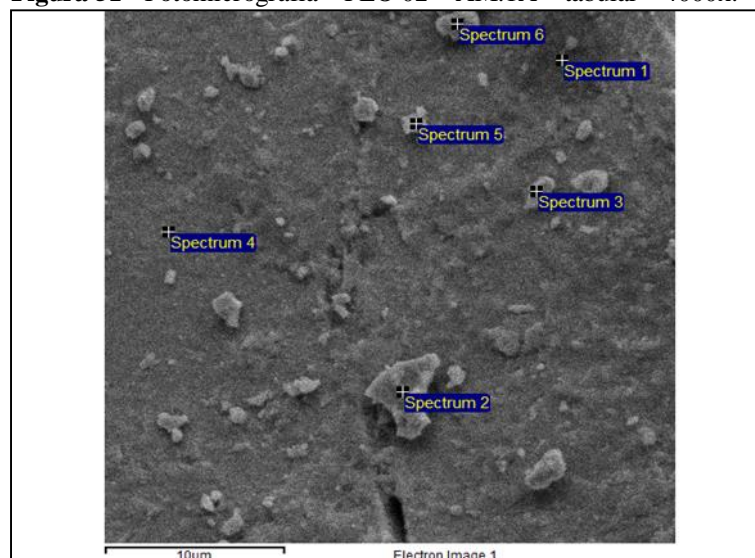
1. Magnetita: Fe (68,51%) O (30,01%) V (0,80%) Ti (0,32%)
2. Magnetita: Fe (70,32%) O (28,39%) V (0,94%)
3. Magnetita: Fe (66,74%) O (30,97%) Si (1,32%) Cu (0,39%)
4. Magnetita: Fe (61,87%) O (34,30%) Si (1,75%) Al (1,44%) V (0,64 %)
5. Magnetita: Fe (58,01%) O (39,84%) Ti (1,49%) Si (0,52%) V (0,08%)
6. Magnetita: Fe (60,45%) O (31,43%) Ti (1,65%) Si (1,73%) V (0,87%)

Tabela 33- Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1A – Poroso.

Spectrum	In stats.	C	O	Mg	Al	Si	Ti	V	Fe	Cu	Total
Spectrum 1	Yes		30.01	0.20	0.16		0.32	0.80	68.51		100.00
Spectrum 2	Yes		28.39	0.11	0.24			0.94	70.32		100.00
Spectrum 3	Yes		30.97		0.57	1.32			66.74	0.39	100.00
Spectrum 4	Yes		34.30		1.44	1.75		0.64	61.87		100.00
Spectrum 5	Yes		39.84	0.04		0.52	1.49	0.08	58.01		100.00
Spectrum 6	Yes	2.68	31.43	0.64	0.55	1.73	1.65	0.87	60.45		100.00
Max.		2.68	39.84	0.64	1.44	1.75	1.65	0.94	70.32	0.39	
Min.		2.68	28.39	0.04	0.16	0.52	0.32	0.08	58.01	0.39	

Fonte: O autor (2018).

Assim, a figura 51 reproduz a fotomicrografia da amostra FLO 02 – Fração 1 A – Tabular, ampliada 4000x pelo MEV, através da qual observa-se superfícies de alteração promovidas pela exsolução, principalmente na magnetita, nos espectros 1, 2, 3, 5 e 6, além de titanomagnetita no espectro 4. O titânio foi identificado em todos os espectros analisados, assim como o vanádio, com exceção do espectro 4.

Figura 51 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1A – tabular – 4000x.

Fonte: O autor (2018).

Os dados a seguir referem-se à interpretação dos espectros obtidos na varredura EDS, apresentada na tabela 34.

1. Magnetita: Fe (57,21%) O (37,03%) Ti (6,11%) Si (2,90%) V (0,50%)
2. Magnetita: Fe (62,19%) O (33,25%) Ti (2,34%) V (1,96%)

3. Magnetita: Fe (62,48%) O (33,36%) Ti (0,31%) V (2,79%)
4. Titanomagnetita: Fe (52,74%) O (27,93%) Ti (18,11%) Mg (1,21%)
5. Magnetita: Fe (66,25%) O (29,36%) Ti (0,76%) Si (2,08%) V (0,45%)
6. Magnetita: Fe (55,34%) O (37,22%) Ti (0,33%) Si (4,07%) V (1,68%)

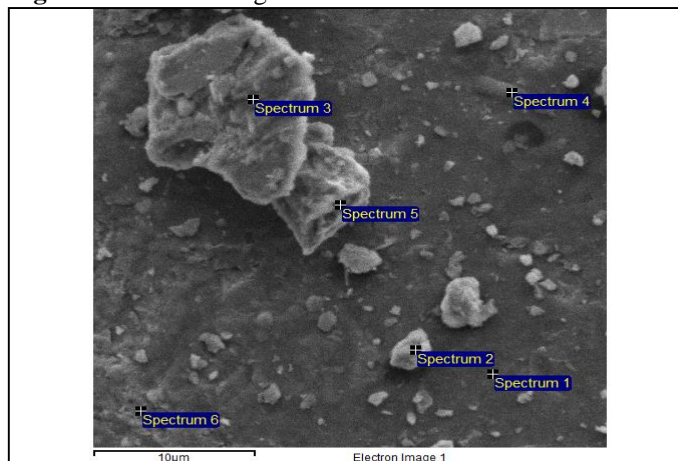
Tabela 34- Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1A - Tabular.

Spectrum	In stats.	O	Mg	Al	Si	Ti	V	Fe	Total
Spectrum 1	Yes	37.03	0.73	0.03	2.90	6.11	0.50	52.71	100.00
Spectrum 2	Yes	33.25	0.27			2.34	1.96	62.19	100.00
Spectrum 3	Yes	33.36	0.46	0.60		0.31	2.79	62.48	100.00
Spectrum 4	Yes	27.93	1.21			18.11		52.74	100.00
Spectrum 5	Yes	29.36	0.30	0.80	2.08	0.76	0.45	66.25	100.00
Spectrum 6	Yes	37.22	0.23	1.13	4.07	0.33	1.68	55.34	100.00
Max.		37.22	1.21	1.13	4.07	18.11	2.79	66.25	
Min.		27.93	0.23	0.03	2.08	0.31	0.45	52.71	

Fonte: O autor (2018).

A figura 52, por sua vez, reproduz a fotomicrografia da amostra FLO 02 – AM.1B, ampliada 4000x, através da alta definição no MEV, por meio da qual se observa a feição porosa dos grãos e as superfícies de alteração (exsolução), principalmente nos minerais magnetita identificados nos espectros 2 e 3, além de titanomagnetita em 5 e 6. Destaca-se, nesse caso, a concentração extremamente alta de vanádio (V) nos espectros 2, 3, 5 e 6. No que diz respeito à presença do titânio, estando o mesmo associada apenas à titanomagnetita.

Figura 52 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1B – 4000x.



Fonte: O autor (2018).

Os dados a seguir referem-se à interpretação dos espectros obtidos na varredura EDS, apresentada na tabela 35.

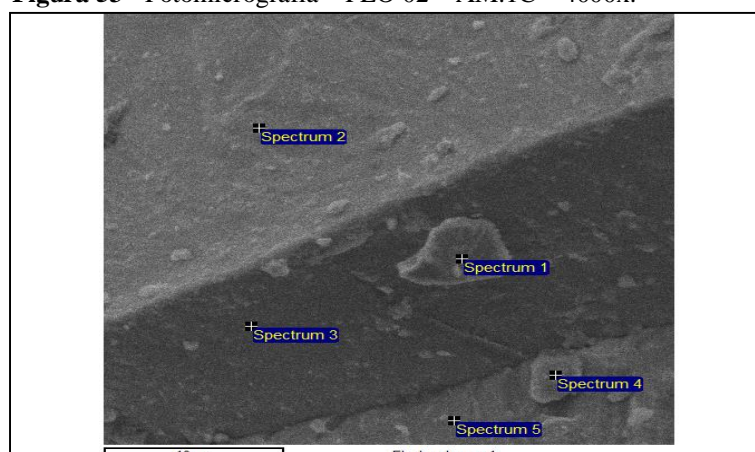
1. Olivina: Fe (33,32%) O (43,40%) Si (17,38%) Mg (2,67%)
2. Magnetita: Fe (67,40%) O (29,41%) Si (1,01%) V (1,72%)
3. Magnetita: Fe (52,12%) O (39,57%) Si (6,18%) V (0,73%)
4. Olivina: Fe (30,47%) O (44,94%) Si (14,33%) V (0,29%) Mg (6,76%)
5. Titanomagnetita: Fe (38,39%) O (40,60%) Ti (1,41%) V (7,71%) Si (8,65%)
6. Titanomagnetita: Fe (38,50%) O (40,56%) Ti (11,92%) V (1,45%) Si (5,40%)

Tabela 35- Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1B Concentrado Magnético

Spectrum	In stats.	O	Mg	Al	Si	Ti	V	Fe	Total
Spectrum 1	Yes	43.40	2.67	3.23	17.38			33.32	100.00
Spectrum 2	Yes	29.41	0.08	0.38	1.01		1.72	67.40	100.00
Spectrum 3	Yes	39.57	0.67	0.72	6.18		0.73	52.12	100.00
Spectrum 4	Yes	44.94	6.76	3.11	14.43		0.29	30.47	100.00
Spectrum 5	Yes	40.60	0.77	2.46	8.65	1.41	7.71	38.39	100.00
Spectrum 6	Yes	40.56	1.13	1.04	5.40	11.92	1.45	38.50	100.00
Max.		44.94	6.76	3.23	17.38	11.92	7.71	67.40	
Min.		29.41	0.08	0.38	1.01	1.41	0.29	30.47	

Fonte: O autor (2018).

Por conseguinte, a figura 53 reproduz a fotomicrografia da amostra FLO 02 – AM.1C, ampliada 4000x, através do MEV, destacando-se, aqui, a forma tabular da ilmenita identificada nos espectros 1,2 e 3. Observa-se a porosidade desenvolvida pelo processo de exsolução, na superfície de alguns grãos e nas pequenas lamelas de magnetita, aderidas à ilmenita, resistentes ao processo da separação magnética. O vanádio (0,71%) encontra-se associado à titanomagnetita no espectro 5.

Figura 53 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1C – 4000x.

Fonte: O autor (2018).

Os dados a seguir referem-se à interpretação dos espectros obtidos na varredura EDS, apresentada na tabela 36.

1. Ilmenita: Fe (33,89%) Ti (38,78%) O (27,33%)
2. Ilmenita: Fe (47,76%) Ti (17,96%) O (34,28%)
3. Ilmenita: Fe (28,67%) Ti (39,68%) O (31,65%)
4. Titanomagnetita: Fe (69,82%) Ti (1,05%) O (29,13%)
5. Titanomagnetita: Fe (69,82%) Ti (1,05%) O (29,13%) V (0,71%) Mg (1,96%)

Tabela 36- Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1C Concentrado Magnético

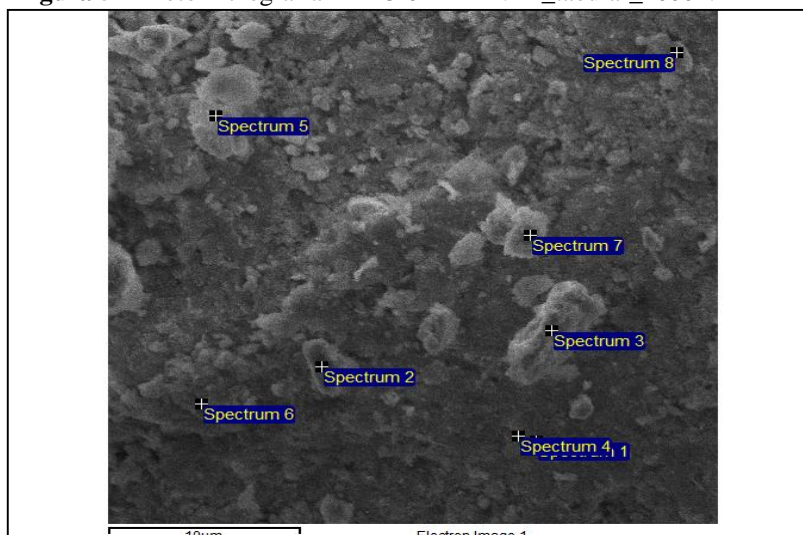
Spectrum	In stats.	O	Mg	Ti	V	Fe	Total
Spectrum 1	Yes	27.33		38.78		33.89	100.00
Spectrum 2	Yes	34.28		17.96		47.76	100.00
Spectrum 3	Yes	31.65		39.68		28.67	100.00
Spectrum 4	Yes	29.13	0	1.05		69.82	100.00
Spectrum 5	Yes	40.77	1.96	18.74	0.71	37.82	100.00
Max.		40.77	1.96	39.68	0.71	69.82	
Min.		27.33	1.96	1.05	0.71	28.67	

Fonte: O autor (2018).

Quanto à figura 54, é possível visualizar a reprodução da fotomicrografia da amostra FLO 02 – AM.1D_tabular, ampliada 4000x, através do MEV, na qual se observa as partículas com formas heterogêneas, algumas apresentando aspecto poroso. Grãos isolados de ilmenita, como identificado no espectro 2, ainda estão presentes na amostra, embora em baixa concentração, resultante do processo de separação magnética (fração não magnética). Além disso, há a presença de quartzo, nos espectros 1, 5 e 6; de fayalita (silicato de ferro) no espectro

3; de forsterita (silicato de magnésio) no espectro 4; e de silicatos de magnésio e alumínio nos espectros 7 e 8, considerados minerais acessórios ao minério ilmenítico.

Figura 54 - Fotomicrografia – FLO 02 – AM.1D_tabular_4000x.



Fonte: O autor (2018).

Por fim, os dados a seguir referem-se à interpretação dos espectros obtidos na varredura EDS, apresentado na tabela 37.

1. Quartzo: Si (40,29%) O (59,71%)
2. Ilmenita: Ti (13,85%) Fe (41,24%) O (40,19%) Si (4,72%)
3. Olivina (Fayalita): Fe (61,97%) O (33,32%) Si (4,70%)
4. Olivina (Forsterita): O (53,05%) Si (21,85%) Mg (14,08%) Al (11,01%)
5. Quartzo: Si (22,98%) O (77,02%)
6. Quartzo: Si (39,78%) O (60,22%)
7. Silicato de Al, Mg/Ti: O (65,15%) Si (17,57%) Al (8,95%) Mg (7,03%) Ti (1,30%)
8. Silicato de Al, Mg: O (56,28%) Si (27,66%) Al (13,08%) Mg (2,97%)

9. **Tabela 37**- Resultados analíticos EDS - FLO 02 – Am. 1D Concentrado Magnético.

Spectrum	In stats.	O	Mg	Al	Si	Ti	Fe	Total
Spectrum 1	Yes	59.71			40.29			100.00
Spectrum 2	Yes	40.19			4.72	13.85	41.24	100.00
Spectrum 3	Yes	33.32			4.70		61.97	100.00
Spectrum 4	Yes	53.05	14.08	11.01	21.85			100.00
Spectrum 5	Yes	77.02			22.98			100.00
Spectrum 6	Yes	60.22			39.78			100.00
Spectrum 7	Yes	65.15	7.03	8.95	17.57	1.30		100.00

Spectrum 8	Yes	56.28	2.97	13.08	27.66		100.00
Max.		77.02	14.08	13.08	40.29	13.85	61.97
Min.		33.32	2.97	8.95	4.70	1.30	41.24

10. Fonte: O autor (2018).

5 CONCLUSÕES

Os estudos desenvolvidos neste trabalho dissertativo, com objetivo de caracterizar a ilmenita como fonte de obtenção de dióxido de titânio (TiO_2), na Mina do Serrote da Pedra Preta (MSPP), em Floresta – Pernambuco, resultou em algumas conclusões.

Os ensaios analíticos físicos, químicos e mineralógicos, usados nas diferentes etapas, mostraram-se adequadas na caracterização do minério ilmenítico, identificando, além da ilmenita, outros minerais portadores de titânio, tais como: titanomagnetita, pirofanita, geikielita e ecandrewsita.

Na mineralogia, a ilmenita (FeTiO_3) não é mais considerada integrante do grupo da hematita, mas, de um único grupo que engloba os minerais de titânio, isto, em consonância com a nomenclatura internacional proposta por Fleicher's Glossary of Mineral Species, (BACK, 2014). Os minerais ecandrewsita (óxido de titânio, zinco, ferro e manganês), geikielita (óxido de titânio e magnésio) e a pirofanita (óxido de titânio e manganês) fazem parte deste novo grupo, tendo sido identificados em diferentes fases cristalinas dos pós caracterizados nesta dissertação de mestrado.

Além disso, os resultados apresentados permitiram constatar uma ampla variação nas concentrações de dióxido de titânio (TiO_2) e óxido de ferro (FeO), principais formuladores do mineral ilmenita, além da interface com os compostos ferromagnesianos, aluminossilicatos, manganíferos e até vanadatos, como o pentóxido de vanádio V_2O_5 , identificado em diferentes frações granulométricas analisadas dos materiais rochosos e nas pilhas de minério da jazida que oportunamente, poderão contribuir como referência científica e tecnológica em pesquisas congêneres no meio acadêmico e na indústria.

A presença do vanádio foi constatada em 24 (vinte e quatro) amostras, num total de 56 (cinquenta e seis) ensaios químicos (Fluorescência de raios X e MEV/EDS) apresentando valores variando entre 0,08% à 7,71% sendo a maioria considerada como concentrações anômalas dentro dos padrões geoquímicos. Os compostos de vanádio, assim como o titânio estão inclusos na categoria dos minerais portadores do futuro.

Considerando 21 (vinte e uma) análises químicas realizadas através da Difratomia de raios X (DRX), foi possível caracterizar a ilmenita em pelo menos 12 (doze) amostras. Em nenhum dos espectros das fases cristalinas identificadas registra-se a presença de rutilo, anatásio ou mesmo leucoxênio, minerais usualmente portadores de titânio, e, tradicionais fontes de suprimento deste metal, na indústria. Além do mais, o comportamento da transição de fase e o percentual de Fe e Ti, combinados com Al^{+3} (alumínio), Cr^{+3} (cromo), Mg^{+2} (magnésio),

Ca+2 (cálcio), Ba+2 (bário), Mn+2 (manganês), justificam a identificação de minerais da série da ilmenita, tais como a pirofanita, geikielita e ecandrewsita em FLO 01 e FLO 02.

Ilmenita (FeTiO_3) caracterizada nas frações granulométricas:

FLO 01 (- 200 mesh)

FLO 01 (- 150 mesh/ -200 mesh /-325 mesh)

FLO 02 (- 200 mesh/- 325 mesh)

FLO 03 (- 200 mesh)

FLO 04 (- 200 mesh)

FLO 02 (- 18 mesh) – Amostra cabeça

FLO 02 (- 18 mesh) – Fração magnética 1C

FLO 02 (- 18 mesh) – Fração magnética 1D

Pirofanita (Mn TiO_3), caracterizada nas frações granulométricas:

FLO 01 (- 150 mesh/- 200 mesh/- 325 mesh)

Ecandrewsita (Mn Zn TiO_3), caracterizada nas frações granulométricas:

FLO 01 (- 150 mesh /- 200 mesh/- 325 mesh)

FLO 02 (- 200 mesh)

Geikielita (Mg Mn TiO_3), caracterizada nas frações granulométricas:

FLO 01 (- 200 mesh/- 325 mesh)

FLO 02 (- 200 mesh/- 325 mesh)

Assim, através do MEV/EDS, foram identificados, nos grãos de ilmenita (FeTiO_3), inclusões de minerais como o quartzo (SiO_2) e a magnetita (Fe_3O_4), evidência que não constitui uma interferência na concentração do dióxido de titânio (TiO_2). O uso dessa ferramenta foi fundamental, no refino analítico, por contribuir de forma expressiva para determinação do vanádio (V_2O_5) em elevadas concentrações, e devido à sua associação intrínseca com a titanomagnetita $\text{Fe}^{2+}(\text{Fe}^{3+}, \text{Ti})_2 \text{O}_4$ em vários espectros analisados.

Neste trabalho de dissertação, além da extensa varredura química efetuada nos pós obtidos, torna-se importante registrar a baixa liberação dos minerais portadores de titânio, quando dispostos nos ensaios físicos de caracterização. Isso pode ser explicado a partir de uma importante propriedade mecânica dos materiais metálicos, a ductilidade, que se traduz no alongamento do material devido à sua deformação plástica. No caso, a ganga é menos dúctil do

que os minerais portadores de titânio e, portanto, responde melhor às operações de cominuição alcançando um alto espectro de liberação.

No ensaio granulométrico realizado na amostra cabeça FLO 01, o material de interesse começa sua liberação na fração granulométrica no intervalo - 35 mesh (0,50mm) + 60 mesh (0,25mm), correspondente à retenção de 24,3% da massa ensaiada (cap.4.2, tabela 11), cuja análise por Fluorescência de raios X (cap.4.2, tabela 14) apresenta concentrações de TiO_2 (29,17%). Por outro lado, a preocupação com a geração de materiais finos produzidos pelos efeitos da moagem são fatores críticos para o sucesso das operações de concentração mineral no processo produtivo.

Os ensaios por separação magnética via úmida (campo magnético de ~ 13000 Gauss), realizado pela INBRAS – SP, produziram a amostra FLO 02 – Fração Magnética 1C, -18 mesh (1,00 mm). Procedida a análise química pela SGS – GEOSOL neste material, utilizando a técnica por Fusão com Tetraborato de Lítio e Quantificação por FRX, obteve-se o melhor resultado dentre os demais procedimentos analíticos dessa pesquisa, resultando num elevado percentual de dióxido de titânio TiO_2 (44,70%) caracterizando de forma bastante representativa a presença do mineral ilmenita (Fe_2TiO_3). Nas frações magnéticas de baixa intensidade (1A) e nas de média intensidade (1B), os valores de pentóxido de vanádio (V_2O_5) oscilaram entre 0,68% e 1,92%,

Considerando a variação na tipologia e granulometria das rochas amostradas na frente de lavra e do material coletado nas pilhas de minério disponíveis para comercialização, na mina do Serrote da Pedra Preta, percebe-se que elas são evidentes, podendo se estabelecer uma análise comparativa da composição química, nos diferentes tipos de minério lavráveis e das pilhas, destacando, nesse processo, os efeitos positivos da moagem e a classificação granulométrica eficientes como proposta de melhoria na concentração do minério e, em consequência, um aumento dos teores de dióxido de titânio e do pentóxido de vanádio.

Portanto, nas formações titanomagnéticas que ocorrem na região de Floresta (PE), abordadas neste trabalho científico, culminou, também, na contribuição com seus resultados analíticos, para a determinação dos elevados teores do composto pentóxido de vanádio (V_2O_5), possibilitando, com o desenvolvimento de estudos mais específicos, transformar-se numa excelente oportunidade e viabilizar a sua exploração como produto principal ou mesmo subproduto da ilmenita em depósitos minerais com assinatura Fe-Ti-V.

REFERÊNCIAS

- ATKINS, P.; JONES, L. **Princípios de química**. Porto Alegre: Bookman, 2001.
- BACK, M.E. **Fleicher's Glossary of Mineral Species**. 11. ed. Tucson, EUA: The Mineralogical Record Inc, 2014.
- BALTAR, C.A.M. *et al.* **Titânio**: minerais de titânio. CETEM/MCTI, 2008.
- BALTAR, C.A.M.; CUNHA, A. S. F. Aproveitamento de finos de ilmenita por flotação com succinato. *In: XIX ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA*, 2004, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis: 2004, p. 51-58.
- BAUER, G. *et al.* **Vanadium and Vanadium Compounds**. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 2002.
- BLUME, R.; DRUMMOND, C. **Modeling and Optimization of Solar**: Control Glasses. Journal of the American Ceramic Society, 2004.
- BRAGA, N. A.; FERREIRA, N. G.; CAIRO, C. A. A. Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó. **Quím. Nova**, v. 30, São Paulo, n. 2, p. 450-457, 2007. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422007000200037&lng=en&nrm=iso>. Acesso em: 11 out. 2018.
- JUAREZ, F. S. (org). **Ministério de Minas e Energia – MME**. 4. ed. Titânio: Brasília, 2010.
- BRASIL. **CETEM/MCT**, p. 175-185, 2001.
- BRASIL. **Relatório Técnico 36**: Perfil do Titânio. Disponível em: <gov.br/documents/1138775/1256650/P16_RT36Perfil_do_Titxnio.p df/90cfddec-0e1b-44bf-a01d-9e781507baeb>. Acesso em 28 mar. 2018.
- DANA, H. **Manual de Mineralogia**. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1976.
- BRASIL. **DNPM**: Departamento Nacional da Produção Mineral N°800.170/1976, Alvará N°1336/1976 – INORCAL. Relatório Final de Pesquisa de Ilmenita, da Fazenda Exu – Floresta – Pernambuco.
- DOS SANTOS, E.J. *et al.* **Metalogênese das Porções Norte Central e Central da Província da Borborema**. , 2014.
- E. R. FORCE. **Geology of titanium-mineral deposits**: The Geological Society of America special paper, 1991.
- ELLIS, B.A. **Light Metals**. Titanium. Mining Annual Review, p. 47-48, 1987.
- FAN, X.; ROWSON, N. A. The effect of Pb (NO₃)₂ on ilmenite flotation. **Minerals Engineering**, v.13, n. 2, p.205-215, 2000.
- FAZENDA, J. *In: Tintas & Vernizes*: Ciência e Tecnologia, p. 340-345, 2009.
- FILHO, A.A.Q.; NETO, A.A.A. Sumário Mineral: Titânio. **Departamento Nacional de Produção Mineral – DNPM/MME**, v. 34, p. 116-117, 2014.

FROES, R. H. Titanium - products and application. **Journal of Metals**, p.12-14, 1987.

GARNAR, T. E.; STANAWAY, K. J. Titanium minerals. *Industrial Minerals and Rocks*. 6. ed. Littleton, Colorado: **Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc**, p. 1071-1089, 1994.

GONZÁLEZ-BARROS, M. R.; BARCELÓ, M. L. **Innovaciones y avances en el Sector de las Rocas y Minerales Industriales**. Ilustre Colegio Oficial de Geólogos de España, 78p, 1997.

Largo Resources Fecha Acordo Para Fornecimento de Pentóxido de Vanádio em Po. Disponível em: <<https://inthemine.com.br/site/largo-resources-fecha-acordo-para-fornecimento-de-pentoxido-de-vanasio-em-po/>>. Acesso em: 28 mai. 2018.

HABASHI, F. Two hundred years of vanadium. *In: Tanner, M.F et al., Vanadium, Geology, Processing and Applications, Proceedings of the International Symposium on Vanadium. Conference of Metallurgists*, Montreal, Canada, ago, p. 3-15, 2002.

LAGES, G. A. **OS COMPLEXOS MÁFICO-ULTRAMÁFICOS MINERALIZADOS (Fe-Ti±V±Cu±Cr) DE FLORESTA E BODOCÓ NA PORÇÃO OCIDENTAL DA PROVÍNCIA BORBOREMA E SUAS IMPLICAÇÕES GEODINÂMICAS PARA A EVOLUÇÃO DA PARTE OESTE DA ZONA TRANSVERSAL**. 2014. 177 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Geologia, Instituto de Geociências, Universidade de Brasília, Brasília, 2014.

LYND, L. E. Titanium. *In.: Mineral Facts and Problems*, Bureau of Mines, p. 1-21, 1985.

MAGYAR, M.J. **Minerals Yearbook: Vanadium**, Reston, VA, US Geological Survey. Disponível em: <<http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/vanadium/index.html>>. Acesso em: 09 set. 2002.

MAGYAR, M. J. **Vanadium: US Geological Survey Mineral Commodity Summaries**. 2005. Disponível em: <<http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/vanadium/>>. Acesso em:

MAIA, A. Titânio. **Sumário Mineral Brasileiro**, DNPM, p. 295-299, 2006.

MIRANDA, J.M. **Introdução ao Geomagnetismo**. Univ. Lisboa, 1990.

MOAWAD, H. *et al.* M. Electrical conductivity of silver vanadium tellurite glasses. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 85, p. 2655-2659, 2002.

MORTVEDT, J. J.; BEATON, J. D. Heavy metal and radionuclide contaminants in phosphate fertilizers. *In: Tiessen, H. SCOPE 54: Phosphorus in the global environment - transfers, cycles and management*. 1995.

MOSKALYK, R. R.; ALFANTAZI, A.M. Processing of vanadium: a review. **Miner. Eng.**, v.16, p. 793-805, 2003.

MOTTANA, A. *et al.* **Simon and Schuster's guide to rocks and minerals**, 1978.

PB MOORE, J. M. AM 59 280-90/Occurrence: MM 39 931. *In: _____*. **Mineral Structures**. University Of Chicago: 1974, p.27-28.

PERKINS, D. **Mineralogy**. 2. ed. New Jersey: Prentice-Hall, 2002.

PERRON, L.; Vanadium, Natural Resources Canada, Minerals & Resources Sector. **Canada Minerals Yearbook**, p. 59, 2001.

RACHAS, R. R. **Caracterização Mineralógica do Minério de Ouro da Rio Paracatu Mineração (RPM), visando a determinação de minerais portadores de titânio**. 2010. 115 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010. Cap. 3. Disponível em: <https://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/16974/16974_4.PDF>. Acesso em: 15 out. 2018.

REESE JR, R.G. Vanadium, domestic survey tables by A.A. Wario and world data by R.G. Coleman, p. 81.1 – 81.2, 2001.

RIBEIRO FILHO, F. A.; DE ALBUQUERQUE BROCCCHI, E.; MOURA, F. J. **Carbocloração Do Pentóxido De Vanádio**. Rio de Janeiro RJ: PUC, 2005.

RIBEIRO FILHO, F. A. *et al.* Carbocloração Do Pentóxido De Vanádio. *In: XXII ENTMME I VII MSHMT*, 2007. Ouro Preto MG. **Anais**. 1873, p.725 – 732, 2007.

RODBARI, R. J. *et al.* CARACTERIZAÇÃO DA ILMENITA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA. **Revista Colombiana de Materiales**, n. 7, p. 82-93, 2015.

SAMPAIO, J. A; LUZ, A. B. Separação Magnética e Eletrostática. *In: Tratamento de Minérios*. 3. ed. CETEM/MCT, 2002, p. 303-335.

SCHNELLRATH, J. *et al.* Cimento Holdercim. Usinas de Beneficiamento de Minérios do Brasil.

SCHNELLRATH, J. *et al.* Minerais Pesados. *In: Sampaio, J.A.; Luz, A.B.; Lins, F.A.F. Usinas de Beneficiamento de Minérios do Brasil*. CETEM, p. 187-197, 2001.

TURRER, H. D. G. *et al.* Comportamento e Efeito do Titânio Durante o Processamento de um Minério de Ferro. **Holos** [en linea] 2014. Disponível em: <>. Acesso em:

TYLER, S. A.; MARSDEN, R.W. The nature of leucoxene. **Sed. Petrology**, v.8, n. 2, p. 55-58, 1938.

VELHO, J.; GOMES, C.; ROMARIZ, C. **Minerais Industriais**. Universidade de Aveiros, 591p, 1998.

VITOLO, S.; SEGGIANI, M.; FILIPPI, S.; BROCCCHINI, C. Recovery of vanadium from heavy oil and Orimulsion fly ashes. **Hydrometallurgy**, v. 57(2), p. 141-149, 2000.

ZHONG, K.; CUI, L.. Influence of Fe²⁺ ions of ilmenite on its flotability. **International Journal of Mineral Processing**, v. 20, p. 253-265, 1987.