



Universidade de Brasília – Instituto de Geociências (IG)
Programa de Pós-Graduação em Geologia

**CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DO PROCESSO DE
BENEFICIAMENTO DO MINÉRIO DE NIÓBIO DA MINA BOA VISTA,
CATALÃO-GO, BRASIL**

GISELI SILVA RAMOS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 483.

Orientador: Prof. Dr. José Affonso Brod

Co-Orientador: Prof. Dr. Reiner Neumann

Brasília

2021

GISELI SILVA RAMOS

**CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DO PROCESSO DE
BENEFICIAMENTO DO MINÉRIO DE NIÓBIO DA MINA BOA VISTA,
CATALÃO-GO, BRASIL**

Dissertação de mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Geologia do Instituto de Geociências da Universidade Brasília, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Geologia

Orientador: Prof. Dr. José Affonso Brod

Co-Orientador: Prof. Dr. Reiner Neumann

Banca Examinadora

Prof. Dr. Claudinei Gouveia de Oliveira

Prof^a. Dr^a. Juliana Lívi Antoniassi

Brasília

2021

FICHA CATALOGRÁFICA

R483c Ramos, Giseli Silva
CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DO PROCESSO DE BENEFICIAMENTO
DO MINÉRIO DE NIÓBIO DA MINA BOA VISTA, CATALÃO-GO, BRASIL /
Giseli Silva Ramos; orientador José Affonso Brod; co
orientador Reiner Neumann. -- Brasília, 2021.
117 p.

Dissertação (Mestrado - Mestrado em Geologia) --
Universidade de Brasília, 2021.

1. Difração de raios X. 2. Nióbio . 3. Mineralogia de
processo. 4. Pirocloro. 5. Caracterização Tecnológica. I.
Brod, José Affonso, orient. II. Neumann, Reiner, co-orient.
III. Título.

*“Se quer ir rápido, vá sozinho.
Se quer ir longe, vá acompanhado.”*

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador José Affonso Brod por ter me aceitado como orientanda, pelos ensinamentos e por me guiar na busca do conhecimento científico para realização este trabalho. E ao meu co-orientador Reiner Neumann que me incentivou a ingressar no mundo da mineralogia de processo, por todo suporte nessa pesquisa e principalmente por ser um grande exemplo e inspiração profissional.

À toda minha família Custódio, em especial a minha mãe Terezinha e meu irmão Denilton, pelo apoio em todos os momentos da minha vida. E aos meus sobrinhos, Igor, Gabriel, Enzo, Luiza, Izabela e afilhados Maria Elisa e Rafael. Obrigada por acreditarem em mim e não medirem esforços para a concretização dos meus sonhos.

À empresa CMOC por possibilitar a realização deste estudo por meio do fornecimento das amostras e da execução das análises. Agradeço aos setores de Pesquisa e Desenvolvimento, Geologia, Laboratório Metalúrgico e Químico e em especial todos os meus colegas de trabalho do Laboratório de Mineralogia Aplicada, Mariana, Eduarda, Aline e Pablo pela fundamental participação no desenvolvimento desse projeto.

Agradeço a minha liderança direta e indireta, ao gerente Joselito, a minha atual coordenadora Alessandra e ao meu ex-coordenador Sérgio Eduardo, pelo incentivo, compreensão durante essa trajetória e confiança em meu trabalho.

Em especial, agradeço aos geólogos do Laboratório de Mineralogia Aplicada da CMOC, Victor Mota e Taís Proença e à engenheira Fernanda Menezes pela disponibilidade, incentivo e apoio fundamental para realização desse trabalho. E aos geólogos Juliana e Gabriel pelas contribuições e companheirismo.

Sou grata aos meus amigos (Figuinha, Carol, Taiane, Aline, Edilene e Marília), os quais mesmo com a distância sempre se fizeram presentes na minha vida e estarão sempre em meu coração. E ao meu companheiro Bruno Porto Prado Silva, pelo apoio pessoal.

Sobretudo, agradeço a minha filha Clara, pelo privilégio de ser sua mãe, por me tornar tão forte e por ser minha companhia todos os dias. Dedico este trabalho a você!

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

RESUMO

O Brasil é o maior produtor mundial de nióbio e os principais depósitos econômicos estão nos complexos plutônicos da Província Ígnea do Alto Paranaíba (APIP), como em Araxá, Minas Gerais e Catalão, Goiás. No Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão II a lavra é realizada em rocha fresca no depósito da Mina Boa Vista, constituído por diques de nelsonito e carbonatito encaixados em rochas pré-cambrianas da Faixa Brasília, intensamente fenitizadas. Os tipos de rochas predominantes são fenito 1, fenito 2, carbonatito 1, carbonatito 2, picrito, nelsonito 1 e nelsonito 2, as duas últimas constituindo os principais hospedeiros diretos da mineralização de nióbio. Esse conjunto de litotipos foi caracterizado por petrografia e microscopia eletrônica de varredura, evidenciando a grande diversidade mineralógica e petrográfica do Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão II.

Amostras referentes à pilha de homogeneização das usinas de beneficiamento mineral de nióbio foram submetidas à análise química, difração de raios X (combinada a refinamento estrutural pelo método de Rietveld) e testes de caracterização tecnológica padrão. No total, foram analisadas 79 amostras compostas, que são referentes aos anos de 2019 e 2020, com o objetivo de abranger uma ampla distribuição das características mineralógicas das pilhas que alimentam as usinas.

Em geral, a mineralogia das pilhas analisadas contém vinte e uma fases minerais e exibe uma assinatura média composta por calcita (23%), seguida pelo grupo da mica (22%), grupo do feldspato (15,3%) e dolomita/ankerita (11,3%). Outros minerais de destaque foram a magnetita, apatita, anfibólio, barita, quartzo, ilmenita, rutilo, anatásio e outros carbonatos acessórios (siderita, norsetita e estroncianita). O mineral de minério de nióbio, pirocloro, constitui em média 2,2% no teor das pilhas. Em complemento, constatou-se que a técnica de difração de raios X é simples, rápida, de baixo custo e adiciona importantes informações para o processo de concentração mineral.

Assim como foi caracterizado o material de entrada da usina também foi estudado em detalhe, por microsonda eletrônica (EPMA-WDS), o pirocloro no concentrado final de pirocloro. Sua composição química indica que o mineral pertence ao grupo do pirocloro, com predomínio de Ca e Na no sítio A. Esse dado apoiou a reconciliação química do elemento de interesse (Nb_2O_5) com os dados obtidos por difração de raios X.

Reconhecer a composição mineralógica é relevante pois fornece à equipe de produção uma ótima ferramenta de previsibilidade mineral, e dá a oportunidade de definir os melhores parâmetros de processo, em conjunto com outras variáveis de processo.

Atualmente ter a informação da composição mineralógica que irá alimentar as usinas é fundamental para o aproveitamento do minério de nióbio de forma eficiente, visto que proporciona à empresa reconhecer a variabilidade do material na entrada nas usinas, e suporta a definição coerente dos parâmetros que serão imprescindíveis na otimização do processo de concentração mineral.

Palavras-chave: pirocloro; nióbio; mineralogia de processo; difração de raios X; microscopia eletrônica de varredura; caracterização tecnológica.

ABSTRACT

Brazil is the largest niobium producer in the world, and its main ore deposits are located in alkaline-carbonatite complexes of the Alto Paranaíba Igneous Province (APIP), such as Araxá, in Minas Gerais state and Catalão, in Goiás state. In the Catalão II alkaline-carbonatite complex niobium is produced from a fresh-rock deposit (Boa Vista Mine), composed of Late-Cretaceous nelsonite and carbonatite dikes hosted in Precambrian metamorphic rocks of the Brasília Belt, which are extensively fenitized. The dominant rock types comprise fenite 1, fenite 2, carbonatite 1, carbonatite 2, phlogopitqa-picrite, nelsonite 1 and nelsonite 2, the latter two being the main hosts of the niobium mineralization. These rock types were characterized petrographically and by scanning electron microscopy, which revealed a great mineralogic and petrographic diversity of the complex.

Samples collected from the homogenization stockpiles in the ore-processing plants were analyzed for major and trace-element chemistry, x-ray diffraction (combined with structural refining by the Rietveld method) and standard technological characterization tests. A total of 79 composite samples, referring to the years of 2019 e 2020, were collected in order to obtain a wide distribution of the mineralogical characteristics of the ROM materials processed in the plants.

The average mineralogy of the analyzed stockpiles contains up to 21 different minerals, and are dominated by calcite (23%), followed by mica-group (22%), and feldspar-group minerals (15,3%) along with dolomite/ankerite (11,3%). Other important minerals include magnetite, apatite, amphibole, barite, quartz, ilmenite, rutile, anatase and accessory carbonates (siderite, norsethite and strontianite). The niobium ore-mineral, pyrochlore, comprises, on average, 2,2% in the stockpiles. The characterization carried out in this work show that x-ray diffraction is a simple, fast, low-cost technique, that provides important information for the ore processing stage.

The mineralogy of the ore feeding the processing plants, as well as the pyrochlore from the final concentrate were studied in detail by electron probe microanalysis (EPMA-WDS). The Nb-bearing mineral belongs to the pyrochlore group, with dominance of Ca and Na in the A site. The obtained data supported the reconciliation of the whole-rock chemistry with x-ray diffraction data.

The recognition and quantification of the mineralogical composition provides an excellent tool to support the production team with information on the predictability of ROM

and, therefore, allow a better definition of ore-processing parameters, together with other process variables.

To have previous information of the mineralogical composition that will be processed is fundamental for the efficient niobium production, since it allows the recognition of the variability of the ore and supports the definition of operating parameters, necessary for optimizing results.

Keywords: pyrochlore; niobium, ore processing mineralogy, x-ray diffraction, scanning electron microscopy, technological characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de variações composicionais da série bebedourítica (Brod et al., 2004).....	4
Figura 2 - Classificação química da série carbonatítica segundo Woolley e Kempe (1989).....	5
Figura 3 – Diagrama de classificação da série foscorítica segundo Yegorov (1993).....	6
Figura 4 - Mapa mundial de distribuição das ocorrências carbonatíticas e sua relação com as rochas do Proterozóico e Arqueano. Fonte: Woolley e Kjarsgaard (2008).....	7
Figura 5 - Mapa das províncias alcalinas das margens da Bacia do Paraná. Círculos vazados representam rochas do Eocretáceo, círculos preenchidos representam rochas do Neocretáceo. Em vermelho, a Província Ígnea do Alto Paranaíba, mostrando os complexos alcalino-carbonatíticos plutônicos e numerosas intrusões de kimberlitos e kamafugitos. Fonte: Gibson et al. (1995).....	9
Figura 6 - Mapa Geológico do Complexo Catalão II. A área com estruturas concêntricas na porção norte representa uma intrusão exposta, que contém o depósito de fosfato Coqueiros. As áreas dominadas por diques na porção sul são os depósitos de nióbio do Morro do Padre, Mina Boa Vista e o Alvo Marcos. Fonte: Palmieri (2011).	11
Figura 7 - Fotografia panorâmica da cava da Mina Boa Vista – Catalão. Imagem área feita por drone, em dezembro de 2019.....	12
Figura 8 - Mapa geológico da parte sul do Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão II, Mina Boa Vista, atualizado em março de 2021. As unidades geológicas dominantes são: carbonatitos, os quais afloram principalmente na região sul da mina e são divididos como carbonatito 1, rico em cálcio e carbonatito 2, rico em magnésio; rochas fenitizadas, individualizada como fenito 1 (unidade geológica com maior presença nas áreas noroeste e sul) e fenito 2 (presente preferencialmente na área leste). Além da presença de sistema de diques e veios de picrito-flogopita e das rochas mineralizadas, a patita- nelsonito (N1) e pseudonelsonito (N2), distribuídos no depósito da Mina Boa Vista.....	12
Figura 9 - Estrutura ideal de um cristal de pirocloro vista ao longo do eixo perpendicular à face (110). Sítio A em vermelho, sítio Y em laranja e BO6 representado pelo octaedro verde (Henderson et al., 2007).	19
Figura 10 - Fluxograma apresentando as etapas do processo de tratamento do minério de rocha fresca da Mina Boa Vista, Usina BVFR, reprodução parcial de Pereira (2017).....	21
Figura 11 - Ponto de amostragem na Pilha de homogeneização (C310).....	23
Figura 12 - Procedimentos adotados na preparação de amostras de minério da Mina Boa Vista para alimentação da usina de beneficiamento BVFR.....	25
Figura 13 - Fluxograma caracterização padrão de minério rocha fresca da Mina Boa Vista.....	31
Figura 14 - Principais unidades geológicas presentes na Mina Boa Vista. Rochas fenitizadas: a) fenito 1, rocha verde com textura bandada; b) fenito 2, rocha de coloração preta com pequenos veios de carbonatito. Carbonatitos: c) carbonatito 1, cálcio carbonatito, rocha branca e maciça; d) carbonatito 2, rocha avermelhada e porosa; e) picrito, rocha escura com textura porfirítica. Rochas mineralizadas: f) a patita nelsonito; g) magnetita nelsonito.....	33
Figura 15 – Principais rochas encaixantes, fenitizadas da Mina Boa Vista. a) Fenito 1, rocha verde, leucocrática, com bandamento b) Fenito 2, rocha escura, maciço, cortado por pequenos veios de carbonatitos.....	34

- Figura 16** – Mapa mineral (MEV/EDS) integrado a imagem de elétrons retroespalhados (BSE) de lâminas delgadas polidas das principais rochas encaixantes do depósito da Mina Boa Vista. a) Fenito 1, rico em feldspato, com intercalação de bandas de feldspatos, flogopita/biotita/muscovita, quartzo e anfibólio. b) Fenito 2: composto por massa de feldspato, cortado por pequeno veio de carbonatos ocasionando intensa biotitização/flogopitização 35
- Figura 17** – Composição modal das lâminas delgadas polidas, do fenito 1 [ortoclásio (>60%), plagioclásio (4%), filossilicatos (23%), anfibólio (4%), quartzo (3%), ankerita (2%) e siderita (2%)] e fenito 2 [ortoclásio (42%), plagioclásio (1%), biotita e flogopita (38%), calcita (12%), ankerita (3%), ilmenita (2%) e apatita (1%)]..... 36
- Figura 18** – Rochas intrusivas do depósito da Mina Boa Vista a) Picrito/ flogopita-picrito, rocha escura, com fenocristais de olivina e flogopita/biotita em uma massa fina das mesmas fases minerais b) Carbonatito 1, rocha branca, maciço, com presença de magnetita com textura pé de galinha. c) Carbonatito 2, rocha de coloração marrom avermelhada, porosa 37
- Figura 19** - Mapa mineral (MEV/EDS) integrado a imagem de elétrons retroespalhados (BSE) de lâminas delgadas polidas das principais rochas intrusivas do depósito da Mina Boa Vista. a) Picrito, com fenocristais de silicato de Fe-Mg (olivina) e de flogopita/biotita em uma matriz de silicato de Fe-Mg, flogopita/biotita, tetraferri-flogopita, apatita, calcita, óxido de ferro, rutilo e barita; b) Carbonatito 1: composto predominantemente por calcita, barita e norsetita, além da presença de sulfeto; c) Carbonatito 2: rocha constituída por cristais de ankerita, com alterações de dolomita nas bordas e pequenas áreas com presença de quartzo, estroncianita e pirocloro. 38
- Figura 20** - Composição modal das lâminas delgadas polidas, do picrito: basicamente de silicato de Fe-Mg - olivina (43%), flogopita/biotita (29%), tetraferri-flogopita (9%), apatita (8%), óxido de ferro (8%), calcita (3%), rutilo (2%) e barita(1%); o carbonatito 1: a calcita (59%) é o principal mineral, seguido pelos carbonatos: norsetita (14%), ankerita/dolomita (11%), além da presença de sulfetos (8%), óxido de ferro (4%), estroncianita (2%) e tetraferri-flogopita (2%); carbonatito 2: composto quase em sua totalidade por ankerita/dolomita (76%), além de ser preenchido nos seus interstícios por carbonatos de terras raras (7%) e barita (7%) e pequenos veios de quartzo (5%) com estroncianita (4%) e de pirocloro (1%)..... 39
- Figura 21** – Rochas mineralizadas da mineralização primária de nióbio em Catalão II. a) Pseudonelsonito (N2) constituída principalmente por cristais de magnetita, tetraferri-flogopita, ilmenita, siderita e pequenos cristais de pirocloro e sulfeto. b) Apatita nelsonito (N1), rocha de granulometria média, composto principalmente por cristais de apatita, ilmenita, magnetita e pirocloro. 40
- Figura 22** - Mapa mineral (MEV/EDS) integrado a imagem de elétrons retroespalhados (BSE) rochas mineralizadas da mineralização de nióbio. a) Magnetita nelsonito: presença de bolsões de magnetita, ilmenita euédrica e tetraferri-flogopita e a presença de siderita como carbonato predominante e cristais de pirocloro subedrais disseminados principalmente entre a magnetita e siderita. b) Apatita nelsonito: composta predominantemente por apatita, com presença de pequenos cristais de tetraferri-flogopita, ao lado de uma região concentrada de magnetita. Os cristais de pirocloro são subedrais disseminados na lâmina 41
- Figura 23** - Composição modal das lâminas delgadas polidas, a) Pseudonelsonito (N2) é constituído por alta presença de ilmenita (37%), magnetita (24%) e siderita (24%), tetraferri-flogopita (7%), pirocloro (4%),

ankerita (2%) e dolomita (1%) b) Apatita-nelsonita (N1) é formado principalmente por apatita (55%), magnetita (32%), pirocloro (7%), tetraferrihogopita (3%) e siderita (1%)	42
Figura 24 - Representação gráfica por boxplot (diagrama de caixa) da composição química das pilhas de alimentação das usinas de nióbio nos anos de 2019 e 2020.	44
Figura 25 – Difratograma característico das amostras da alimentação das usinas de nióbio nos anos de 2019 e 2020 com a identificação das principais fases cristalinas presente nas amostras e background subtraído. .	45
Figura 26 - Quantificação mineral por difração de raios x das amostras de alimentação das usinas em 2019.....	46
Figura 27 - Quantificação mineral por difração de raios x das amostras de alimentação das usinas em 2020.....	47
Figura 28 - Representação gráfica por boxplot (diagrama de caixa) da variabilidade no conteúdo das principais espécies minerais presentes nas pilhas de alimentação das usinas de nióbio nos anos de 2019 e 2020.	48
Figura 29 - Imagens de elétrons retroespalhados de grãos de minerais do grupo do pirocloro. A) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 06 B) detalhe do retângulo vermelho da imagem anterior destacando os grãos límpidos, com suave variabilidade na tonalidade de cinza. C) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 21 D) detalhe dos cristais de pirocloro, alterado, com diferentes tonalidades de cinza, área mais claras, ricas em ETR e regiões mais escuras E) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 25 F) pormenor do retângulo vermelho com destaque para a diferença composicional entre as regiões claras e escuras G) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 36 H) área ampliada demonstra cristais de pirocloro.	51
Figura 30 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 06/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 84 aquisições de EPMA-WDS.	52
Figura 31 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 21/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 87 aquisições de EPMA-WDS.	53
Figura 32 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 25/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 82 aquisições de EPMA-WDS.	54
Figura 33 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 36/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 82 aquisições de EPMA-WDS.	54
Figura 34 - a) Histograma dos valores de recuperação global dos testes de caracterização tecnológica. b) Gráfico temporal da variabilidade de recuperação global ao longo das pilhas.	55
Figura 35 - Boxplot das perdas de Nb ₂ O ₅ em todas as etapas de caracterização tecnológica	56
Figura 36 - a) Histograma dos valores de SiO ₂ no concentrado final de nióbio. b) Gráfico temporal da variabilidade nos teores de SiO ₂ no concentrado final ao longo das pilhas.	57
Figura 37 – Dados mineralógicos e químicos das amostras da alimentação dos ensaios de caracterização das pilhas 45 e 47 a) Composição mineralógica por difração de raios X; b) Resultado químico por fluorescência de raios X.	57
Figura 38 - Composição modal por meio de mineralogia quantitativa automatizada (MEV/EDS) das principais etapas do processo de concentração de nióbio das pilhas 45 e 47 de 2020. a) Mineralogia do concentrado da	

flotação carbonato; b) Mineralogia do concentrado da flotação de silicato; c) Mineralogia do concentrado da flotação de pirocloro; d) Mineralogia do rejeito da flotação de pirocloro.....	58
Figura 39 - Mapa mineral (MEV/EDS) integrado a imagem de elétrons retroespalhados (BSE) da composição modal da pilha 45 e 47. a) Concentrado da flotação de carbonato; b) concentrado da flotação de sílica c) concentrado da flotação de pirocloro; d) rejeito da flotação de pirocloro.....	59
Figura 40 - Remoção mássica nos concentrados das flotações realizados nos testes de caracterização tecnológica padrão realizado nas pilhas 45 e 47, de 2020.) Remoção mássica do concentrado da flotação de carbonatos; b) Remoção mássica do concentrado da flotação de silicatos; c) Remoção mássica do concentrado da flotação de pirocloro; d) Remoção mássica do rejeito da flotação de pirocloro.....	60
Figura 41 – a) Resultado dos dados dos elementos químicos por fluorescência de raios X b) Valores de recuperação global/metalúrgica no concentrado final da flotação de pirocloro das pilhas 45 e 47 do ano de 2020.....	61
Figura 42 - Variabilidade dos principais minerais presentes nas pilhas de homogeneização ao longo dos anos de 2019 e 2020.....	66
Figura 43 - Quantificação mineralógica agrupada da alimentação das pilhas de 2019.....	67
Figura 44 - Quantificação mineralógica agrupada da alimentação das pilhas de 2020.....	68
Figura 45 - Boxplot com a variabilidade dos domínios que alimentaram as usinas de nióbio durante os anos de 2019 e 2020.....	69
Figura 46 - Reconciliação dos resultados obtidos pelas técnicas de fluorescência versus a técnica de difração de raios X para os principais óxidos presente nas amostras (Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , MgO , Nb_2O_5 , SiO_2 e TiO) .	74
Figura 47 - Diagramas binários (Na vs Ca; Ca + Na vs Ba) para os grãos de pirocloro estudados neste trabalho do depósito da Mina Boa Vista – parte sul de Catalão II (Pilhas 06, 21, 25 e 36) para o pirocloro dos magnetitos e ferrocarbonatitos da parte norte de Catalão II, de Guarino et al. (2017).	76
Figura 48 - Diagrama binário (Ca + Na vs Th + U a) para os grãos de pirocloro estudados neste trabalho do depósito da Mina Boa Vista – parte sul de Catalão II (Pilhas 06, 21, 25 e 36) e e para o pirocloro dos magnetitos e ferrocarbonatitos da parte norte de Catalão II, de Guarino et al. (2017).	77
Figura 49 - Diagrama binário (Ti vs Nb) para os grãos de pirocloro estudados neste trabalho do depósito da Mina Boa Vista – parte sul de Catalão II (Pilhas 06, 21, 25 e 36) e para os pirocloros dos magnetitos e ferrocarbonatitos da parte norte de Catalão II (Guarino et al., 2017).	77
Figura 50 - Componentes que influenciam o comportamento do sistema de flotação são: Componentes de Equipamento: design de célula, agitação, fluxo de ar, configuração de banco de células e controle de banco de células; Componentes Química: coleccionadores, espumantes, ativadores, depressores, pH; Componentes de Operação: taxa de alimentação, mineralogia, tamanho da partícula, densidade de polpa e temperatura. Fonte: Klimpel e Hansen (1988).	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Distribuição dos íons nas posições A e B na fórmula geral do grupo pirocloro $A_2-mB_2X_6-wY_1-n.pH_2O$ (Andrade, 2007).....	19
Tabela 2 - Classificação dos principais membros do grupo do pirocloro (Atencio et al., 2010; Silva 2020).	20
Tabela 3 – Amostras analisadas e as técnicas analíticas utilizadas.....	24
Tabela 4 - Distribuição temporal das pilhas durante os anos de 2019 e 2020 e a identificação das análises mineralógicas realizadas em cada uma delas – DRX, EPMA, MEV.....	26
Tabela 5 - Fases utilizadas para refinamento no DIFFRAC.TOPAS.....	28
Tabela 6 - Composição química e fórmula estrutural com a ocupação atômica de grãos de minerais do grupo do pirocloro das pilhas 06, 21, 25 e 36 (base Σ do sítio B=2).	50
Tabela 7 - Principais minerais identificados na alimentação das pilhas com a técnica de difração de raios X e a sua associação com a possível rocha de origem.....	70
Tabela 8 – Composição química dos minerais, óxidos usados para a conciliação (% massa).....	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

APIP	Alto Paranaíba Igneous Province
BSE	Back Scattered Electrons
BVFR	Boa Vista Fresh Rock – Usina de beneficiamento
CETEM	Centro de Tecnologia Mineral
COD	Crystallographic Open Database
CMOC	Subsidiária da China Molybdenum (CMOC)
CNMNC	The Commission on New Minerals, Nomenclature and Classification, IMA
CRTI	Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação
DRX	Difração de raios X
RTV	Difração de raios X associada ao método de Rietveld
EDS	Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy
EMPA	Electron Microprobe Analyzer
ETR	Elementos Terras Raras (lantânídeos mais Y e Sc)
FRX	Fluorescência de raios X
GOF	Goodness-of-fit
ICDD	International Centre for Diffraction Data
ICSD	International Crystal Structure Database
IMA	International Mineralogical Association
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
PAN-ICSD	PANalytical Inorganic Crystal Structure Database
PCA	Análise de componentes principais
PF	Perda ao fogo
Rexp	R expected
RTMS	Real Time Multiple Strip
Rwp	R-weighted pattern
SE	Secondary Electron
SEM	Scanning Electron Microscopy
TIMA	TESCAN Integrated Mineral Analyzer
WDS	Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	IX
LISTA DE TABELAS.....	XIII
1. APRESENTAÇÃO.....	1
1.1 INTRODUÇÃO.....	1
1.2 OBJETIVOS.....	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	2
2.1 CONTEXTO GEOLÓGICO.....	2
2.1.1 Complexos alcalino-carbonatíticos.....	2
2.1.2 Geração dos magmas carbonatíticos.....	3
2.1.3 Principais séries petrogenéticas em complexos alcalino-carbonatíticos.....	3
2.1.4 Ocorrências carbonatíticas.....	6
2.1.5 Metassomatismo alcalino.....	8
2.1.6 Província Ígnea Alto Paranaíba (APIP).....	8
2.1.7 Complexo alcalino-carbonatítico de Catalão II.....	10
2.1.8 Depósito da Mina Boa Vista.....	11
2.2 REFERENCIAL TEÓRICO.....	13
2.2.1 Fluorescência de raios X.....	13
2.2.2 Difração de raios x.....	13
2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura.....	15
2.2.4 Sistema de análise de imagem automatizada.....	17
2.2.5 Microsonda Eletrônica.....	18
2.2.6 Supergrupo do Pirocloro.....	19
2.3 BENEFICIAMENTO MINERAL DE MINERAIS DE NIÓBIO.....	20
3. MATERIAS E MÉTODOS.....	22
3.1 AMOSTRAGEM.....	22
3.2 PROCEDIMENTOS ADOTADOS.....	25
3.3 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X.....	26
3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	27
3.4.1 Identificação e quantificação mineral.....	27
3.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	28
3.6 MICROSSONDA ELETRÔNICA.....	29
3.6.1 Cálculo de ocupação atômica.....	30
3.7 CARACTERIZAÇÃO METALÚRGICA PADRÃO.....	31

4.	RESULTADOS	32
4.1	CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DOS PRINCIPAIS TIPOS DE ROCHA DO DEPÓSITO DA MINA BOA VISTA.....	32
4.1.1	<i>Rochas encaixantes fenitizadas – Grupo Araxá.....</i>	34
4.1.2	<i>Rochas intrusivas.....</i>	37
4.1.3	<i>Rochas mineralizadas em nióbio.....</i>	40
4.2	CARACTERIZAÇÃO MINERAL DA ALIMENTAÇÃO DAS PILHAS.....	43
4.2.1	<i>Fluorescência de Raios X.....</i>	43
4.2.2	<i>Identificação das espécies minerais.....</i>	44
4.2.3	<i>Quantificação das espécies minerais.....</i>	45
4.3	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PIROCLORO - MINA BOA VISTA.....	49
4.3.1	<i>Pilha 06.....</i>	52
4.3.2	<i>Pilha 21.....</i>	53
4.3.3	<i>Pilha 25.....</i>	53
4.3.4	<i>Pilha 36.....</i>	54
4.4	ENSAIOS DE BANCADA OU CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA.....	55
4.4.1	<i>Desempenho metalúrgico.....</i>	55
4.4.2	<i>Estudo de Caso.....</i>	57
5.	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	63
5.1	COMPARAÇÃO COM A LITERATURA DA CARACTERIZAÇÃO DOS PRINCIPAIS TIPOS DE ROCHA PRESENTE NA ÁREA SUL DE CATALÃO II.....	63
5.2	CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DA ALIMENTAÇÃO DAS USINAS E SUA VARIABILIDADE.....	65
5.3	ASSOCIAÇÃO ENTRE OS TIPOS DE ROCHA LAVRADA E A MINERALOGIA NA ALIMENTAÇÃO DAS USINAS.....	70
5.4	CORRELAÇÃO DOS DADOS OBTIDOS POR FRX <i>VERSUS</i> DRX (RIETVELD).....	73
5.5	MINERALOGIA E PROCESSO DE BENEFICIAMENTO.....	74
5.6	COMPARAÇÃO QUÍMICA DO PIROCLORO DE CATALÃO II.....	75
5.7	AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO METALÚRGICO DOS TESTES DE BANCADA.....	78
6.	CONCLUSÃO	81
7-	BIBLIOGRAFIA.....	83

1. APRESENTAÇÃO

1.1 INTRODUÇÃO

Empresas de mineração em todo o mundo buscam maximizar a lucratividade. O custo crescente de insumos, os controles mais rigorosos sobre a qualidade dos produtos minerais, a variabilidade de tipos de minério e o aumento da preocupação com os impactos ambientais tornam cada vez mais necessário o uso de dados mineralógicos no beneficiamento mineral.

O Brasil é responsável por cerca de 98% das reservas mundiais e continua sendo o maior produtor mundial de nióbio, com 88% da produção global, seguido pelo Canadá com 10%. (*United States Geological Survey, USGS, 2020*). Os complexos plutônicos da Província Ígnea do Alto Paranaíba (APIP) são fundamentais nos cenários econômicos brasileiro e mundial, pois a produção de nióbio brasileira vem quase toda de depósitos nos complexos de Araxá, Minas Gerais e Catalão I e Catalão II, Goiás.

Os complexos carbonatíticos da APIP são constituídos de rochas de três séries petrogenéticas distintas: bebedourítica, foscorítica e carbonatítica (Brod et al., 2004), e a evolução desses três tipos de magma por processos diversos como cristalização fracionada, imiscibilidade de líquidos e desgaseificação (Brod, 1999; Barbosa, 2009; Grasso, 2010; Gomide, 2011) exerce importantes controles sobre a distribuição das mineralizações (Ribeiro, et al., 2014; Cordeiro et al., 2011; Grasso, 2010).

Os depósitos de nióbio de Catalão II (Depósito Morro do Padre e Mina Boa Vista) diferem daqueles de Araxá e Catalão I por estarem localizados em uma porção externa à intrusão alcalina principal (Palmieri, 2011). Nesses casos, a mineralização de nióbio é constituída por diques de nelsonito e carbonatito em rochas encaixantes pré-cambrianas da Faixa Brasília, intensamente fenitizadas. Embora a lavra tenha sido concentrada inicialmente em depósitos residuais do manto de intemperismo, em Catalão II a lavra progrediu para o interior da rocha fresca.

A produção de nióbio em rocha fresca da Mina Boa Vista teve início em 2014 e, desde então, diferentes projetos para a otimização da lavra e beneficiamento estão sendo desenvolvidos. No entanto, a alta variabilidade deste tipo de jazida implica na necessidade de um conhecimento robusto das características mineralógicas, a fim de reduzir riscos, maximizar o valor do depósito mineral e otimizar o desempenho metalúrgico.

1.2 OBJETIVOS

Esse trabalho tem como finalidade conhecer e aplicar diferentes técnicas analíticas para determinar as características mineralógicas do minério de nióbio em rocha fresca, visto que, apesar do rigoroso controle químico no processo de beneficiamento, há grande variabilidade da qualidade e recuperação do minério.

Dessa forma, o objetivo primário proposto é investigar a mineralogia da alimentação das usinas de concentração mineral de nióbio, por meio de técnicas de fluorescência de raios X e difração de raios X (identificação e quantificação mineral), como apoio à geometalurgia.

Em complemento, para cumprir e garantir a qualidade do objetivo principal, os objetivos secundários desse trabalho são: caracterização mineral dos principais tipos de rochas da Mina Boa Vista, através da técnica de microscopia eletrônica de varredura; caracterização química do pirocloro, com o uso da técnica de microsonda eletrônica e avaliação do desempenho metalúrgico dos testes de caracterização tecnológica, para embasar as tomadas de decisões da geologia, planejamento e do processo de beneficiamento mineral.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CONTEXTO GEOLÓGICO

2.1.1 Complexos alcalino-carbonatíticos

Em todo o mundo, 76% dos carbonatitos estão associados a rochas silicáticas alcalinas-carbonáticas nos complexos alcalino-carbonatíticos (Woolley e Kjarsgaard, 2008). Tais complexos têm muitas vezes uma evolução diversificada, com muitas oportunidades para formação de mineralizações. Portanto, são de grande interesse econômico e alvos de exploração por empresas de mineração em todo o mundo. Dentre as ocorrências relevantes, estão mineralizações de ETR, P, Nb, Fe, Ti, Ba, F, Zr, vermiculita, U, carbonatos, Th, Sr, Cu e Ta (Ribeiro et al., 2014).

2.1.2 Geração dos magmas carbonatíticos

A gênese dos complexos alcalino-carbonatíticos pode envolver múltiplos estágios intrusivos e abranger vários processos de diferenciação magmática, como cristalização fracionada, imiscibilidade de líquidos e desgaseificação (Ribeiro et al., 2014; Oliveira, 2015).

De acordo com Ribeiro et al. (2014), a formação, a geometria, a composição e o teor de mineralizações primárias em complexos carbonatíticos são controlados por fatores como composição dos carbonatitos e rochas associadas, estágio de evolução magmática e modo de instalação (cristalização fracionada, imiscibilidade de líquidos e desgaseificação).

O magma carbonatítico forma corpos relativamente pequenos na crosta, em estruturas de derrames, plugs, *cone sheets*, diques e, raramente, sills (Barker, 1989). Em geral, os complexos plutônicos estão concentrados em sistemas de falhas, formam pequenas intrusões ovaladas ou circulares, com diâmetro entre 1,5 a 5 km, podendo atingir mais de 10 km, e tendem a formar grupos ou províncias (Grasso, 2010).

A evolução desses complexos, a partir de magmas primitivos alcalinos, sódicos ou potássicos, geralmente apresenta múltiplos estágios de intrusão. Cada tipo de magma pode gerar diferentes produtos durante a sua evolução, definindo diferentes séries petrogenéticas (Grasso, 2010).

2.1.3 Principais séries petrogenéticas em complexos alcalino-carbonatíticos

Complexos alcalino-carbonatíticos são caracteristicamente compostos por três séries petrogenéticas: silicática, foscorítica e carbonatítica (Brod et al., 2004).

- Série silicática

Devido à grande diversidade de rochas silicáticas encontradas em complexos alcalino-carbonatíticos, vários produtos podem ser originados a partir dessa associação (Mitchell, 2005a; Woolley e Kjarsgaard, 2008). Para simplificar, a classificação dessa série pode ser realizada através da afinidade geoquímica do magma primitivo (afinidade sódica ou potássica). Séries de afiliação sódica (magmas parentais nefeliníticos): são mais comuns, representadas em condições plutônicas por jacupiranguitos, melteigitos, ijolitos e urtitos. Série de afiliação potássica (magmas parentais kamafugitos, kimberlitos, lamproítos) são menos comumente

reconhecidas, representadas em complexos plutônicos, por bebedouritos e suas variações modais (Brod et al., 2004).



Figura 1- Diagrama de variações composicionais da série bebedourítica (Brod et al., 2004).

No caso dos complexos alcalino-carbonatíticos da APIP o magma parental é kamafugítico (Brod et al., 2000), e as rochas plutônicas silicáticas pertencem à série bebedourítica, caracterizada por variações modais de olivina, clinopiroxênio, flogopita, apatita, perovskita, titanita, melanita e magnetita (Barbosa, 2009). Cromita e feldspato potássico podem ser importantes nos membros menos e mais evoluídos, respectivamente (Barbosa et al., 2012). As variações composicionais de bebedouritos podem ser ilustradas em termos de silicatos, fosfatos e óxidos, como na figura 1 (Brod et al., 2004).

- Série carbonatítica

De acordo com Le Maitre (2002) carbonatitos são classificados com base na fase mineral dominante e independente do caráter plutônico ou vulcânico da rocha. Todavia, quando não é possível identificar o carbonato prevalente, deve-se utilizar o diagrama de classificação química proposto por Woolley e Kempe (1989), conforme a figura 2.

As rochas com $\text{SiO}_2 > 20\%$ não podem ser classificadas segundo esse diagrama, e são denominadas de silicocarbonatitos (Le Maitre, 2002). O termo natrocarbonatito deve ser utilizado especificamente para os carbonatitos ricos em carbonatos de Na, K (Woolley e Kempe, 1989).

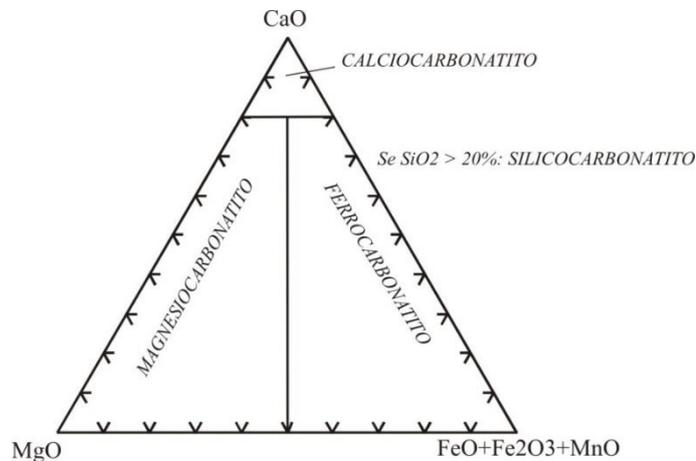


Figura 2- Classificação química da série carbonatítica segundo Woolley e Kempe (1989).

- Série foscorítica

As rochas da série foscorítica são compostas por apatita, magnetita e olivina, cristalizadas a partir de magmas ricos em fosfato e óxidos, e são associadas a complexos alcalino-carbonatíticos. De acordo com Krasnova et al. (2004) os foscoritos são rochas ultramáficas plutônicas, compostas por apatita, magnetita e ao menos um dos seguintes silicatos magnesianos: forsterita, diopsídio ou flogopita. Outros constituintes que podem ter proporções modais importantes são: calcita, dolomita, tetraferroflogopita e richterita. Os minerais acessórios mais comuns são baddeleyita, minerais do grupo do pirocloro, silicatos de Ca, Ti e Zr e sulfetos.

Foscoritos normalmente formam *stockworks*, diques anelares, lentes e diques retilíneos de espessura variada, bem como veios e xenólitos em meio aos carbonatitos (Oliveira, 2015). De modo similar aos carbonatitos, a intrusão de magma foscorítico também provoca intenso metassomatismo nas rochas encaixantes (Yegorov, 1993; Zaitsev e Bell, 1995; Krasnova et al., 2004).

O primeiro sistema de classificação de rochas da série foscorítica foi proposto por Yegorov (1993) e ainda é amplamente utilizado (Figura 3). O diagrama se baseia no conteúdo modal de três minerais principais: apatita, magnetita e olivina.



Figura 3 – Diagrama de classificação da série foscorítica segundo Yegorov (1993).

2.1.4 Ocorrências carbonatíticas

Carbonatitos encontram-se em ambientes geológicos restritos, preferencialmente extensionais, como áreas estáveis intraplaca e margens divergentes de placas (Bailey, 1974), podem também ser encontrados, esporadicamente, em ambientes orogênicos e, raramente, em bacias oceânicas (Bailey, 1974; Burke et al., 2003; Woolley e Kjarsgaard, 2008).

Woolley e Kjarsgaard (2008) catalogaram 527 ocorrências carbonatíticas conhecidas em todo o mundo, as principais ocorrências estão ilustradas na figura 4.

De acordo com Gomes (2018), os complexos alcalino-carbonatíticos mais notáveis da plataforma sudeste brasileira geralmente apresentam estruturas intrusivas/subintrusivas, subcirculares ou ovais e são encontrados principalmente como plugues, diques, enxames de diques e veios, formando sistemas ocasionalmente complexos (*stockworks*), onde eventos distintos podem ser reconhecidos de uma rede de múltiplas intrusões.

Os complexos carbonatíticos brasileiros geralmente estão associados a províncias ígneas, como as de Ponta Grossa (Jacupiranga, Juquiá, Ipanema, Mato Preto, Barra do Itapirapuã; Gomes et al., 1990), do Alto Paranaíba (Araxá, Catalão I e II, Salitre, Serra Negra e Tapira; Brod, 1999; Brod et al., 2004) e de Goiás (Caiapó, Morro do Engenho, Santo Antônio da Barra, Santa Fé e Água Branca; Gomes et al., 2018).

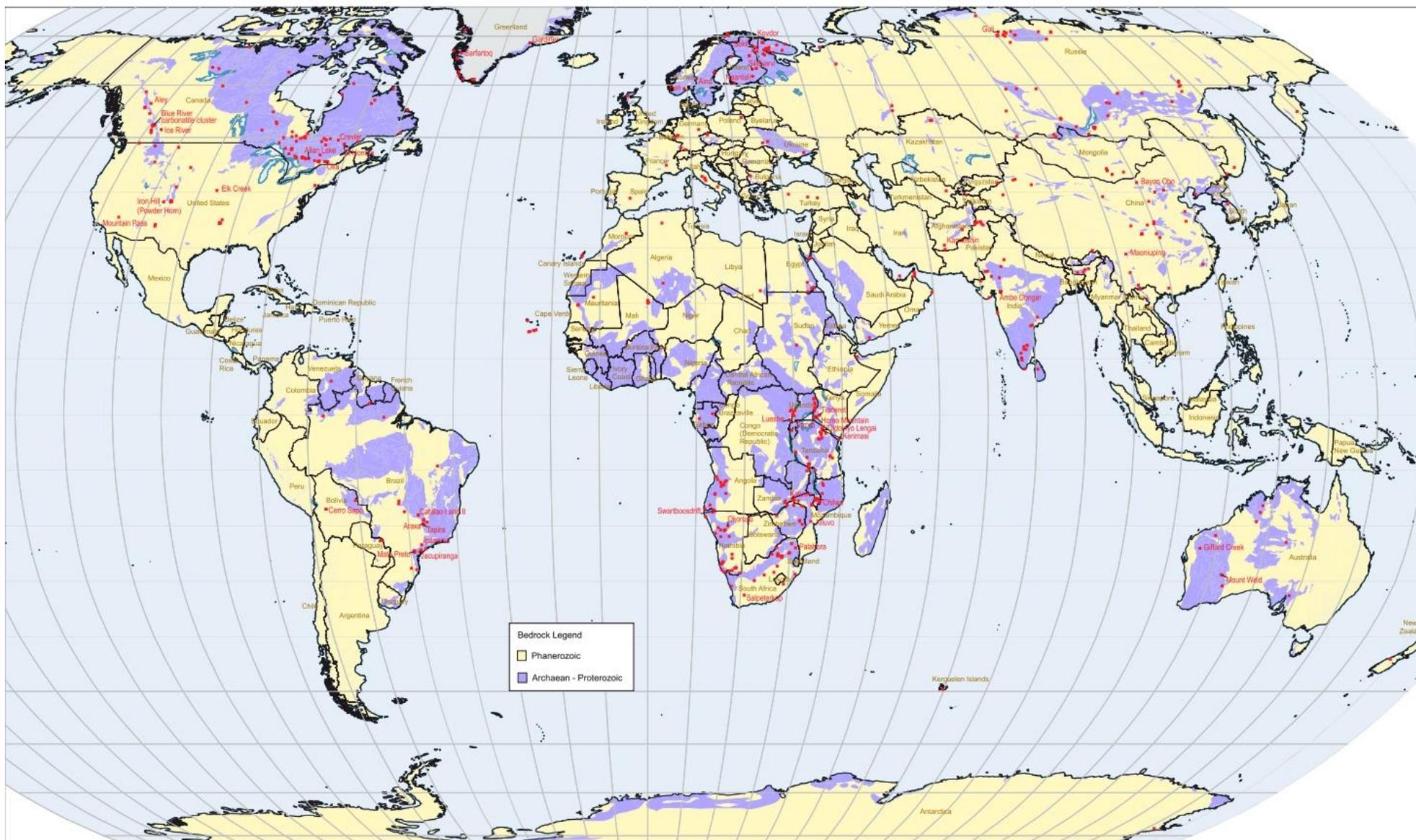


Figura 4 - Mapa mundial de distribuição das ocorrências carbonatíticas e sua relação com as rochas do Proterozóico e Arqueano. Fonte: Woolley e Kjarsgaard (2008).

A instalação de rochas alcalinas associadas aos complexos carbonatíticos brasileiros é controlada pela tectônica regional e as feições mais proeminentes consistem de fraturas paralelas profundas de tendência NW claramente relacionadas a estruturas em arco (Almeida, 1971).

2.1.5 Metassomatismo alcalino

Segundo Simandl e Paradis (2018), nos complexos alcalino-carbonatíticos, a maioria dos carbonatitos intrusivos é cercada por rochas metassomatizadas devido à intrusão. O resfriamento e a cristalização de magmas carbonatíticos e alcalinos expõem fluidos ricos em álcalis que metassomatizam as rochas circunvizinhas, formando fenitos (Elliott et al., 2018).

O termo fenitização foi originalmente utilizado por Brögger (1921) para descrever a remoção de sílica do protólito no complexo alcalino de Fen, no sul da Noruega. Bardina e Popov (1994) acrescentaram que durante o processo de alteração também ocorre a adição de álcalis ($\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$), independente do conteúdo de sílica. Assim sendo, o processo de alteração (fenitização) é geralmente visto como resultado da interação de fluido rico em álcalis expelido durante o resfriamento e cristalização de magma carbonatítico ou alcalino (Morogan, 1994; Le Bas, 2008).

Existem diferentes classificações para fenitos, uma delas utilizada por Le Bas (2008) é a classificação de acordo com o metal alcalino dominante, podendo assim ser classificados como ricos em sódio ou potássio. Os fenitos ricos em sódio são caracterizados pela presença de feldspato alcalino com anfibólio ou piroxênio sódico e fenitos ricos em potássio contêm feldspato potássico ou microclínio ou em alguns casos concentrações de flogopita com baixo Al ou biotita (Le Bas, 2008).

2.1.6 Província Ígnea Alto Paranaíba (APIP)

As rochas alcalinas do Cretáceo Superior que ocorrem no sul de Goiás e no oeste de Minas Gerais foram agrupadas sob a designação de Província Ígnea do Alto Paranaíba (APIP) por Gibson et al. (1995).

A gênese da província tem sido relacionada com o impacto da pluma de Trindade sob a litosfera brasileira, a qual causou a fusão de porções ricas em potássio de manto litosférico

subcontinental (Gibson et al., 1995; Thompson et al., 1998; Brod et al., 2004). A província ocupa uma área alongada na direção NW entre o Cráton do São Francisco e a borda nordeste da Bacia do Paraná (Ribeiro, 2008).

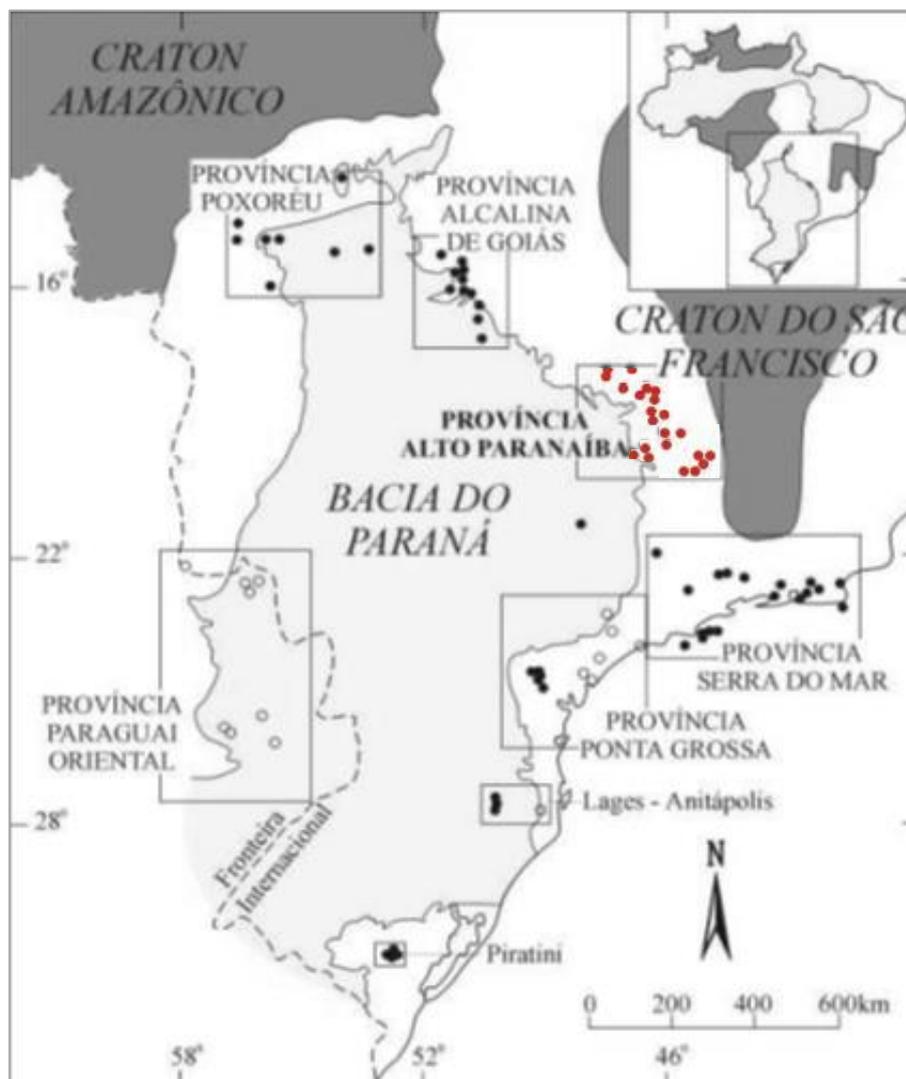


Figura 5 - Mapa das províncias alcalinas das margens da Bacia do Paraná. Círculos vazados representam rochas do Eocretáceo, círculos preenchidos representam rochas do Neocretáceo. Em vermelho, a Província Ígnea do Alto Paranaíba, mostrando os complexos alcalino-carbonatíticos plutônicos e numerosas intrusões de kimberlitos e kamafugitos. Fonte: Gibson et al. (1995).

Os complexos alcalino-carbonatítico-foscoríticos da APIP (Figura 5) foram formados por magmas ultrapotássicos de afinidade kamafugítica (Brod et al., 2000; 2004), encaixados em rochas metassedimentares da Faixa Brasília (Proterozóico). São cogenéticos com os numerosos diatremas e *plugs* kamafugíticos que ocorrem na província, bem como com as lavas e piroclásticas kamafugíticas do Grupo Mata da Corda (Leonardos et al., 1991; Sgarbi e Gaspar, 2002; Sgarbi et al., 2004; Araújo et al., 2001). As intrusões dos complexos alcalinos originaram estruturas dômicas nas rochas encaixantes.

Os complexos de Catalão II (83.4 ± 0.9 Ma, Rb-Sr, Machado Junior, 1992) e Catalão I (85 ± 6.9 Ma, K-Ar, Sonoki e Garda, 1988) integram a Província do Alto Paranaíba e contêm depósitos minerais importantes, incluindo fosfato (Carvalho e Bressan, 1997; Palmieri et al., 2006), elementos terras raras, (Ribeiro et al., 2005) titânio, vermiculita, barita e nióbio (Carvalho e Bressan, 1997; Cordeiro et al., 2011; Palmieri, 2011).

2.1.7 Complexo alcalino-carbonatítico de Catalão II

Catalão é uma importante cidade do Alto Vale do Rio Paranaíba no sudeste do Estado de Goiás, de tradição agropecuária, mas que, a partir de meados de década de 70 incorporou a atividade mineira em sua economia (Machado Junior, 1992).

O complexo de Catalão II intrude rochas metassedimentares pré-cambrianas do Grupo Araxá, formando um pequeno alto topográfico irregular, alongado na direção NE-SW. Segundo Palmieri (2011) os depósitos de nióbio de Catalão II diferem daqueles de Araxá e Catalão I por estarem localizados em uma porção externa à intrusão alcalina.

A intrusão multifásica do corpo induziu brechação e fenitização das rochas do Grupo Araxá (Brod et al., 2004). Idades U-Pb in situ em perovskita para flogopita picritos de Catalão II sugerem idades entre 82 ± 3 Ma, 83 ± 4 Ma e 90 ± 4 Ma (Guarino et al., 2013).

As porções norte e sul do complexo de Catalão II mostram diferenças significativas. Segundo Machado Junior (1992) há presença de dois dipolos bem individualizados, um na porção norte e outra na porção sul do complexo. Segundo Palmieri (2011) a porção norte consiste em uma sequência acamadada de piroxenitos/bebedouritos, foscoritos e carbonatitos, representativos de uma câmara magmática rasa e possui um importante depósito de fosfato (Depósito Coqueiros). Por outro lado, a porção sul do complexo, é dominada pelas encaixantes pré-cambrianas, com ocorrências restritas de enxames de diques de carbonatito e nelsonito, e nela estão concentrados os depósitos e alvos de nióbio, cuja mineralização primária é controlada pelos nelsonitos (Morro do Padre, Mina Boa Vista e o Alvo Marcos) (Figura 6).

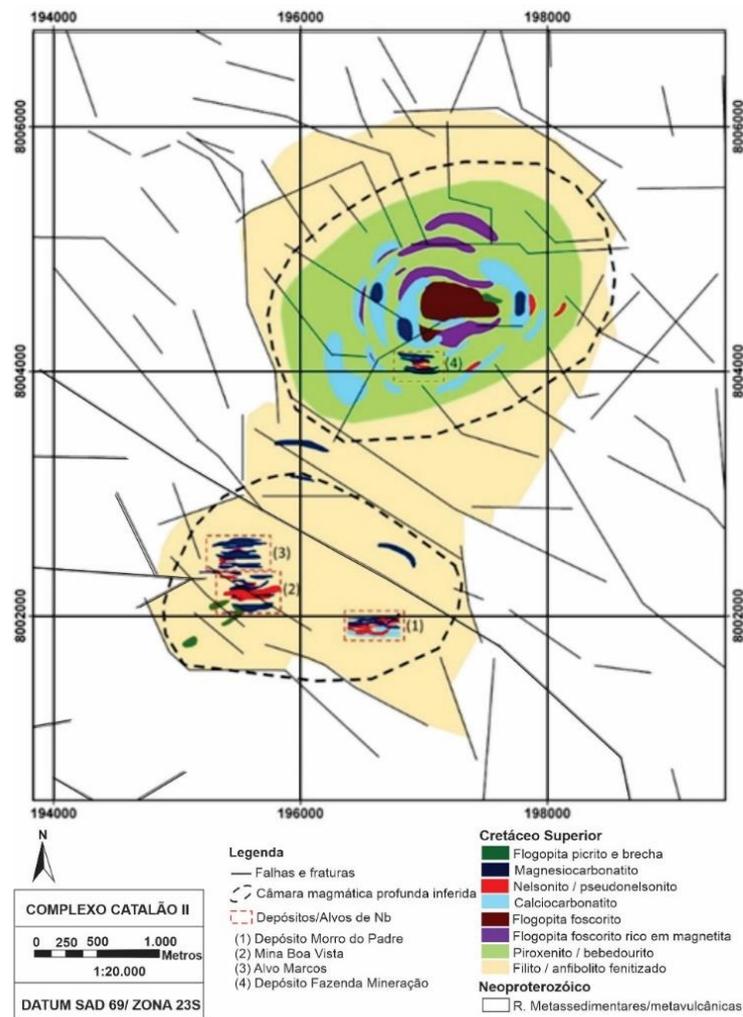


Figura 6 - Mapa Geológico do Complexo Catalão II. A área com estruturas concêntricas na porção norte representa uma intrusão exposta, que contém o depósito de fosfato Coqueiros. As áreas dominadas por diques na porção sul são os depósitos de nióbio do Morro do Padre, Mina Boa Vista e o Alvo Marcos. Fonte: Palmieri (2011).

2.18 Depósito da Mina Boa Vista

A Mina Boa Vista localiza-se na porção sudoeste do Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão II, com diâmetro de cerca de 920 m e 200 m de profundidade. Atualmente o depósito é lavrado pela empresa CMOC Brasil, subsidiária da China Molybdenum (CMOC), para a produção de liga Fe-Nb.



Figura 7 - Fotografia panorâmica da cava da Mina Boa Vista – Catalão. Imagem área feita por drone, em dezembro de 2019.

A atividade mineira iniciou-se em 2000, com a lavra do depósito supergênico. O perfil intemperizado do depósito foi exaurido em 2014 e a partir de então a empresa Anglo American deu início ao Projeto Boa Vista Fresh Rock (BVFR), o qual permitiu a lavra e beneficiamento do depósito primário em rocha fresca da Mina Boa Vista (Figura 7).

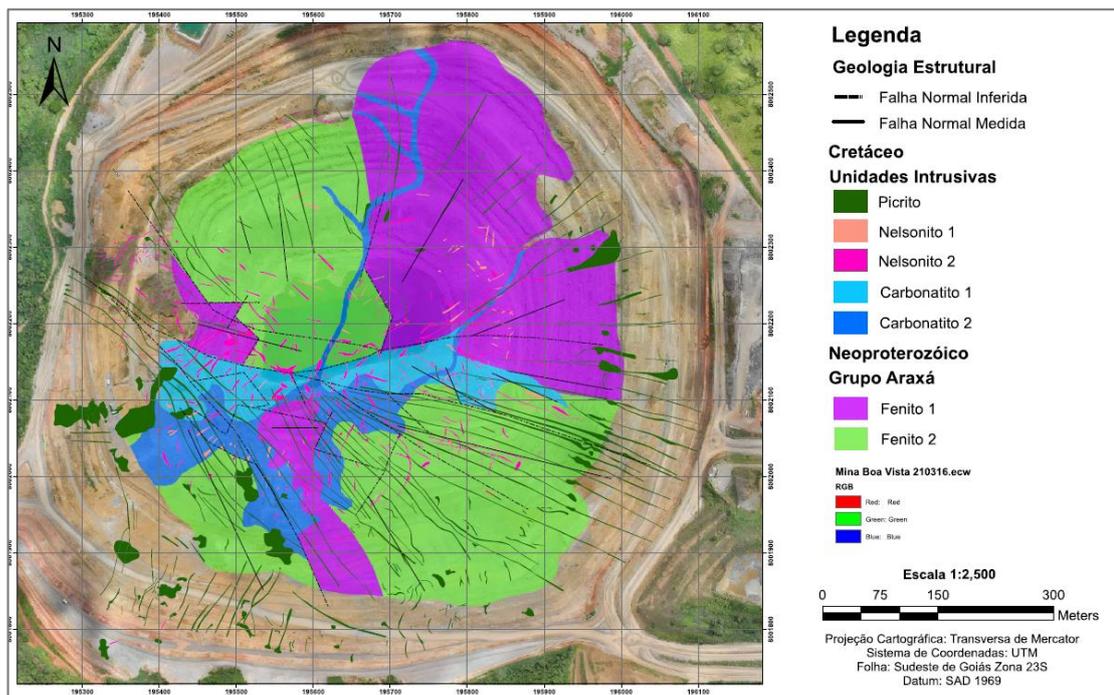


Figura 8 - Mapa geológico da parte sul do Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão II, Mina Boa Vista, atualizado em março de 2021. As unidades geológicas dominantes são: carbonatitos, os quais afloram principalmente na região sul da mina e são divididos como carbonatito 1, rico em cálcio e carbonatito 2, rico em magnésio; rochas fenitizadas, individualizada como fenito 1 (unidade geológica com maior presença nas áreas noroeste e sul) e fenito 2 (presente preferencialmente na área leste). Além da presença de sistema de diques e veios de picrito-flogopita e das rochas mineralizadas, apatita- nelsonito (N1) e pseudonelsonito (N2), distribuídos no depósito da Mina Boa Vista.

O depósito da Mina Boa Vista é composto de enxames de diques de rochas alcalinas, (nelsonito, carbonatito, flogopita picrito), injetados em filitos, quartzitos, anfibolitos e metarriolitos pertencentes ao Grupo Araxá, que foram fenitizados em decorrência da intrusão (Palmieri, 2011). O mapa geológico na figura 8 mostra a espacialização das rochas no depósito da Mina Boa Vista.

2.2 REFERENCIAL TEÓRICO

A caracterização mineralógica engloba a identificação e quantificação de fases minerais, tanto de minério quanto de ganga. As principais ferramentas empregadas foram: fluorescência de raios X, difração de raios X (combinada a refinamento estrutural pelo método de Rietveld), microscopia eletrônica de varredura e microsonda eletrônica.

2.2.1 Fluorescência de raios X

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

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

2.2.2 Difração de raios x

Os raios X são radiações eletromagnéticas com comprimentos de onda que se estendem de 0.1 a 100 Å, podendo ser polarizados, refletidos e difratados. Os feixes de raios X são produzidos pelo bombardeio do ânodo por elétrons do cátodo, acelerados por alta voltagem. O

feixe monocromático de raios X incidente na amostra é difratado em cada plano cristalino, provocando uma interferência construtiva, detectada pelo contador de radiação e traduzida em termos de sinal eletrônico para um registrador gráfico (Zussman, 1977).

Segundo Cullity (1978), o feixe difratado sem mudança do comprimento de onda resultante da dispersão dos raios X pelos elétrons dos átomos do cristal, só é reproduzido se for satisfeita a equação de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

Onde λ é o comprimento de onda da fonte de raios X e que é difratado no retículo, d é a distância entre os planos do retículo cristalino (distância interplanar), n é um número inteiro correspondente à ordem de difração e θ é o ângulo oblíquo ou ângulo de Bragg que é o complemento do ângulo de incidência (i) da óptica geométrica. Cada substância tem um padrão de difração único e próprio (Cullity, 1978).

O parâmetro “ d ” é a distância interplanar da estrutura cristalina e pode ser representado pelos índices de Miller (hkl) de cada plano que difrata, no ângulo de medição (2θ) que satisfaz a Lei de Bragg. Os ângulos oriundos da difração de raios x são relacionados com as dimensões das células unitárias e as orientações interatômicas dos planos “ hkl ” de um material cristalino (Reynolds, 1989). Dessa forma, cada mineral possui um padrão único de difração de raios x que é dependente da estrutura cristalina, e em menor grau da composição química do mineral.

Minerais podem ser facilmente identificados pela técnica difração de raios X. Essa técnica envolve a montagem do pó do material, com granulometria próxima a 10 μm , em um porta-amostra. A amostra montada é colocada no equipamento de difração, no caminho do feixe de raios X, de modo que os raios X difratem em diferentes minerais, aleatoriamente orientados. O difratograma é o resultado gráfico da difração de raios X, o qual mostra a intensidade de raios X que chega ao detector (contagem por segundo) versus ângulo da posição do goniômetro, no qual cada pico representa um plano cristalino de um determinado material. Atualmente existem softwares comerciais capazes de realizarem uma identificação mineralógica por meio de uma comparação das posições e intensidades do padrão obtido com bancos de dados cristalográficos.

- Quantificação de fases (Método Rietveld)

A técnica de difração de raios x também possibilita a quantificação de fases, a qual só é possível após a identificação das fases presentes. Os principais problemas em análise quantitativa causados pela amostra são: estatística de partículas, extinção primária e secundária, microabsorção, orientação preferencial, sobreposição de picos e detecção de fases amorfas e traços, as quais foram minimizados ou eliminados na análise quantitativa pelo método de Rietveld (Bish e Howard, 1988).

Rietveld (1969) publicou um trabalho sobre um método de refinamento de estrutura que empregava diretamente as intensidades de um perfil de difração de nêutrons, através de um procedimento de refinamento de mínimos quadrados que permitia, com um código simples, a introdução de restrições lineares ou quadráticas entre os parâmetros. Dessa maneira, como esse método utiliza todas as intensidades das linhas difratadas de todos os componentes da amostra, o problema de sobreposição de picos foi minimizado (Jenkins e Snyder, 1996).

Algumas grandezas podem ser utilizadas como indicadores de qualidade do refinamento, sendo controladas pelo monitoramento dos fatores de confiança (R 's). Os fatores estatisticamente mais significativos são o R_{wp} (fator de peso padrão) e R_{exp} (fator esperado), sendo que a proporção R_{wp}/R_{exp} , conhecida como grau de ajuste ou *Goodness of Fit* (GOF). O GOF está relacionado à qualidade do ajuste entre o difratograma calculado e o observado; deve ser equivalente a 1,0 em um refinamento perfeito, sendo que na prática valores em torno de 5,0 caracterizam refinamentos otimizados (Gobbo, 2003, 2009; Bish e Post, 1989).

É muito importante ter em conta que esses fatores de qualidade são numéricos e podem não refletir de fato a qualidade de um bom ajuste. Dessa forma, faz-se sempre necessário utilizar o critério da boa concordância visual entre os ajustes realizados, observando-se a curva de diferença entre o difratograma calculado e analisado (McCusker et al., 1999).

2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura

O microscópio eletrônico de varredura surgiu comercialmente em 1965 e se tornou um método clássico na caracterização tecnológica de minérios, uma vez que possui inúmeras aplicações. O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) baseia-se no fenômeno de interação entre um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a

superfície da amostra e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente (Dedavid et al., 2007).

O sinal de imagem resulta da interação um feixe de elétrons, sob alto vácuo, acelerado por alta voltagem, incidindo na amostra. A incidência do feixe de elétrons no mineral promove a emissão de elétrons secundários, retroespalhados, Auger e absorvidos, assim como o de raios X característico e de catodoluminescência (Reed, 1996). Caso os materiais não sejam eletricamente condutores, a amostra tem que ser previamente recoberta com um filme fino de C, Al, Au ou outro metal para análise (Neumann et al., 2002).

Dentre os sinais emitidos, os mais utilizados para obtenção da imagem são os de elétrons secundários (SE) e os elétrons retroespalhados (BSE). A intensidade do sinal dos elétrons retroespalhados (BSE) é diretamente proporcional ao número atômico médio das fases presentes, permitindo distinguir fases de composição distinta. Os elétrons secundários (SE) são utilizados tipicamente para observar a morfologia das amostras e são formados mais próximos à superfície quando comparados com BSE, sendo também menos sensíveis ao número atômico médio do material.

Outro recurso geralmente disponível em microscopia eletrônica de varredura é o sistema de *EDS (Energy Dispersive Spectrometry)*, o qual permite, a partir do espectro de energia de raios X característicos emitidos devido à interação entre o feixe de elétrons e a matéria sólida, determinar a composição elementar, qualitativa e semi-quantitativa das amostras. O feixe eletrônico interage com a região de incidência da amostra até uma profundidade que pode variar de 1 μm a 6 μm , dependendo da natureza da amostra e da intensidade da energia do feixe. Esta região é conhecida por volume de interação, no qual são gerados os sinais, que são detectados e utilizados para a formação da imagem e análise.

A profundidade máxima de detecção, a resolução espacial, depende da energia com que estas partículas ou raios atingem o detector, ou são capturadas pelo mesmo (Dedavid et al., 2007). Por exemplo: elétrons retroespalhados possuem maior energia do que os elétrons secundários, assim, o detector de elétrons retroespalhados irá operar na faixa de energia maior e o de elétrons secundários na faixa menor.

Cada elemento químico presente no volume de amostra analisado gera um conjunto de picos característicos, sendo possível a determinação qualitativa e quantitativa de todos os elementos nele constituintes (Goldstein et al., 2003). Os sistemas EDS têm menor resolução espectral, são geralmente pré-calibrados nos equipamentos de microscopia eletrônica e geram

resultados semi-quantitativos. Os sistemas WDS (*Wavelength Dispersive Spectrometry*) têm maior capacidade de resolver interferências espectrais, mas geralmente requerem calibração externa com padrões de composição conhecida e fornecem resultados quantitativos.

2.2.4 Sistema de análise de imagem automatizada

Ferramentas de mineralogia quantitativa automatizadas tiveram grande evolução nos últimos anos, possibilitando a geração de dados estatísticos substancialmente mais robustos (Sutherland e Gottlieb, 1991). Os sistemas de mineralogia automatizada geram informação mineralógica através da integração de microscopia eletrônica, química mineral e da análise de imagem.

Nesses sistemas, a ênfase é colocada em alta produtividade e na rapidez dos resultados. Medições manuais dos recursos não seriam rápidas o suficiente, abrindo então as portas para a automação (Lotter et al., 2011). Dessa forma, na década de 1990, o avanço da integração computacional aos microscópios eletrônicos, somado à aquisição e análise digital de imagens acarretou o desenvolvimento dos sistemas de análise de imagem automatizadas/microscopia digital.

O primeiro dos sistemas automatizados de microscopia eletrônica de varredura comercialmente disponível foi o QEM * SEM (QEMSCAN®) o qual foi criado pela CSIRO na Austrália (Gottlieb et al., 2000), seguido pelo Mineral Liberation Analyzer (MLA®) desenvolvido por JKMRC (Gu, 2003). Atualmente há vários analisadores mineralógicos automatizados, como o TIMA®, Mineralogic® e INCA Mineral®, em uso por empresas de mineração diversas. Estes sistemas geralmente utilizam múltiplos detectores para acelerar o mapeamento químico ou mineral da amostra.

A identificação dos minerais se dá por meio da coleta de espectros de EDS obtidos em cada ponto de uma malha pré-definida (fixa ou derivada dos domínios homogêneos em imagens de elétrons retroespalhados), as quais são comparadas com espectros EDS de um banco dados de espectros de fases definidas através da sua composição química.

Outras informações geradas por esses sistemas automatizados, além de composição modal, são: liberação, associação, tamanho de grãos e curvas de recuperações potenciais. Esses parâmetros têm grande importância no âmbito do tratamento de minérios.

2.2.5 Microsonda Eletrônica

A microsonda eletrônica (ME) é uma técnica de observação a nível eletrônico, não destrutiva e *in situ*. Assim como no caso do MEV, o método combina os princípios da fluorescência de raios X, da detecção e formação de imagens eletrônicas (BSE, SE), e da espectrometria por dispersão de energia (EDS) ou comprimento de onda (WDS). Entretanto, os sistemas de microsonda eletrônica são mais comumente configurados para privilegiar a quantificação da composição química do material observado, enfatizando a espectrometria de dispersão em comprimento de onda (WDS), tipicamente utilizando múltiplos detectores deste tipo, com apoio de um detector de EDS para verificação rápida e qualitativa da composição e para programar pontos para análise quantitativa posterior.

Segundo Bertollini et al. (2018), a microsonda eletrônica é constituída por um sistema eletro-ótico (formação do feixe eletrônico), sistema ótico (visualização da amostra) e sistema ótico de raios X (conjunto de detecção e análise dos elementos). Compõem ainda o equipamento os sistemas de vácuo, leitura e registro. Ao contrário de alguns sistemas de MEV, a análise do material por microsonda eletrônica requer seções polidas ou lâminas delgadas polidas, tornando-se indispensável o recobrimento com C ou, mais raramente, Al, Au ou outro material condutor.

A microsonda eletrônica é amplamente usada como instrumento para identificação e caracterização química dos minerais, fornecendo uma estreita correlação entre a composição e a morfologia. Em complemento, permite a determinação de fases coexistentes, lamelas, inclusões, alterações e zoneamentos e tem sido utilizada com êxito em análises modais e até mesmo em análises químicas de rochas (Bertollini et al., 2018).

2.2.6 Supergrupo do Pirocloro

Segundo Andrade (2007) minerais do supergrupo do pirocloro ocorrem tipicamente como acessórios em carbonatitos, pegmatitos graníticos e nefelina sienitos e apresentam grande interesse econômico por ser fonte de nióbio e tântalo (Lottermoser e England, 1988). A fórmula geral desse supergrupo é $A_2B_2X_6Y_1$ (Figura 9).

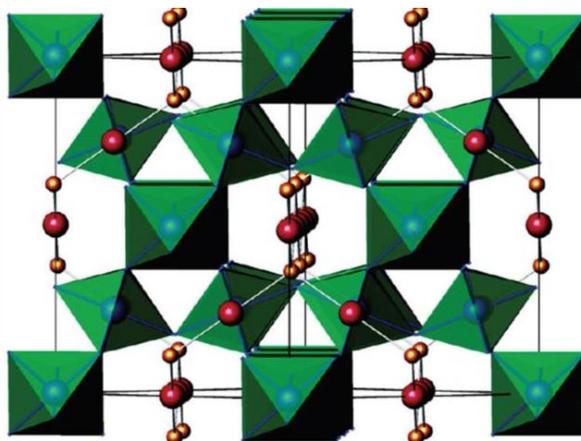


Figura 9 - Estrutura ideal de um cristal de pirocloro vista ao longo do eixo perpendicular à face (110). Sítio A em vermelho, sítio Y em laranja e BO₆ representado pelo octaedro verde (Henderson et al., 2007).

De acordo com Atencio et al. 2010 o sítio A admite a presença de Na⁺, Ca²⁺, Mn²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Fe²⁺, Pb²⁺, Sn²⁺, Sb³⁺, Bi³⁺, Y³⁺, Ce³⁺ (outros ETR), Sc³⁺, U⁴⁺, Th⁴⁺, H₂O, ou ainda pode não estar ocupado (vacância □). O sítio B é principalmente ocupado por Ta⁵⁺, Nb⁵⁺, Ti⁴⁺, Sb⁵⁺, W⁴⁺ e por vezes por V⁵⁺, Sn⁴⁺, Zr⁴⁺, Hf⁴⁺, Fe³⁺, Mg²⁺, Al³⁺ e Si⁴⁺ (Ercit et al. 1993, 1994; Nasraoui e Waerenborgh, 2001).

Já o sítio X é normalmente ocupado por O²⁻, mas pode ser também por (OH)⁻ e F⁻, e o sítio Y é comumente preenchido por um ânion monovalente ((OH)⁻, F⁻), mas também pode não ser ocupado (vacância), ou então, ser preenchido por H₂O ou por um cátion monovalente grande (K⁺, Cs⁺ e Rb⁺) (Atencio et al., 2010).

Os símbolos m, w e n, da fórmula geral, representam parâmetros de ocupação incompleta dos sítios A, X e Y respectivamente (Atencio et al., 2010). Na tabela 1 é possível verificar a distribuição dos íons nas posições A, B, X e Y na fórmula geral do grupo pirocloro.

Tabela 1 - Distribuição dos íons nas posições A e B na fórmula geral do grupo pirocloro A₂-mB₂X₆-wY₁-n.pH₂O (Andrade, 2007)

Posição A	Ba ²⁺ , Bi ³⁺ , Ca ²⁺ , Ce ³⁺ , Cs ⁺ , Fe ²⁺ , K ⁺ , La ³⁺ , Mn ²⁺ , Na ⁺ , Pb ²⁺ , Sb ³⁺ , Sn ²⁺ , Sr ²⁺ , Th ⁴⁺ , U ⁴⁺ , REE ³⁺ , Y ³⁺ e H ₂ O.
Posição B	Al ³⁺ , As ³⁺ , Fe ³⁺ , Nb ⁵⁺ , Sb ⁵⁺ , Si ⁴⁺ , Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺ , Ta ⁵⁺ , Ti ⁴⁺ , W ⁶⁺ e Zr ⁴⁺ .
Posição X	O ²⁻ , OH ⁻ e F ⁻ .
Posição Y	O ²⁻ , OH ⁻ , F ⁻ , H ₂ O, K ⁺ e Cs ⁺ .

Segundo Atencio et al. (2010), a partir da predominância do cátion no sítio B é possível separar os minerais em um dos diferentes grupos: do pirocloro (Nb); da microlita (Ta); betafita (Ti); romeita (Sb); e da elsmoreita (W).

Para minerais do grupo do pirocloro, o nióbio é o elemento predominante na ocupação do sítio B e o oxigênio na ocupação do sítio X (Atencio et al., 2010). Os demais sítios podem apresentar diferentes ocupações ou vacância dando origem aos nomes dos membros do grupo do pirocloro. A tabela 2 apresenta os minerais já reconhecidos pela *The Commission on New Minerals, Nomenclature and Classification* (CNMNC) da *International Mineralogical Association* (IMA), sendo a predominância nos sítios Y e A que determinam o primeiro e segundo prefixos no nome do membro do grupo pirocloro, segundo Silva (2020).

As lacunas são possibilidades de nomenclatura ainda não descritas oficialmente.

Tabela 2 - Classificação dos principais membros do grupo do pirocloro (Atencio et al., 2010; Silva 2020).

Dominante no sítio A	Dominante do sítio Y				
	OH	F	O	H ₂ O	□
Na	Hidroxinatropirocloro	Fluornatropirocloro	Oxinatropirocloro	*	*
Ca	Hidroxicalciopirocloro	Fluorcalciopirocloro	Oxicalciopirocloro	*	*
Sn ²⁺	*	*	*	*	*
Sr	*	Fluorstronciopirocloro	*	*	*
Pb ²⁺	Hidroxiplumbopirocloro	*	Oxiplumbopirocloro	*	Kenoplumbopirocloro
Sb ³⁺	*	*	*	*	*
Y	*	*	Oxiitrioplobopirocloro (*	*
U ⁴⁺	*	*	*	*	*
H ₂ O	*	*	*	Hidropirocloro	*
□	Hidroxikenopirocloro	Fluorkenopirocloro	*	Hidrokenopirocloro	*

* membros ainda não descritos

2.3 BENEFICIAMENTO MINERAL DE MINERAIS DE NIÓBIO

Com a exaustão do minério residual no perfil de solo prevista para 2014, em 2011 foi desenvolvido um projeto chamado BVFR (*Boa Vista Fresh Rock*) para produção de nióbio através da extração e beneficiamento de minério contido em rocha fresca (Silva et al., 2017).

Atualmente, a extração de minério de nióbio ocorre na mina a céu aberto Boa Vista. Após a lavra do minério é realizada a britagem e o escalpe (separação magnética) do minério nas usinas de britagem, na Unidade Nióbio Mina Boa Vista (Catalão). Em seguida, o material magnético segue para a Unidade Nióbio Planta (Ouvidor) onde estão localizadas as plantas de beneficiamento mineral. Existem três plantas de concentração de pirocloro, a primeira e mais antiga é a Usina BV, representa cerca de 30% da produção da concentração de pirocloro, ao mesmo tempo que a Usina BVFR, entrou em funcionamento no ano de 2014 e representa 55% da produção de concentrado de pirocloro. O restante do concentrado de pirocloro (15%) tem procedência da Usina Tailings, onde os rejeitos das usinas de fosfato são reprocessados como minério de nióbio.

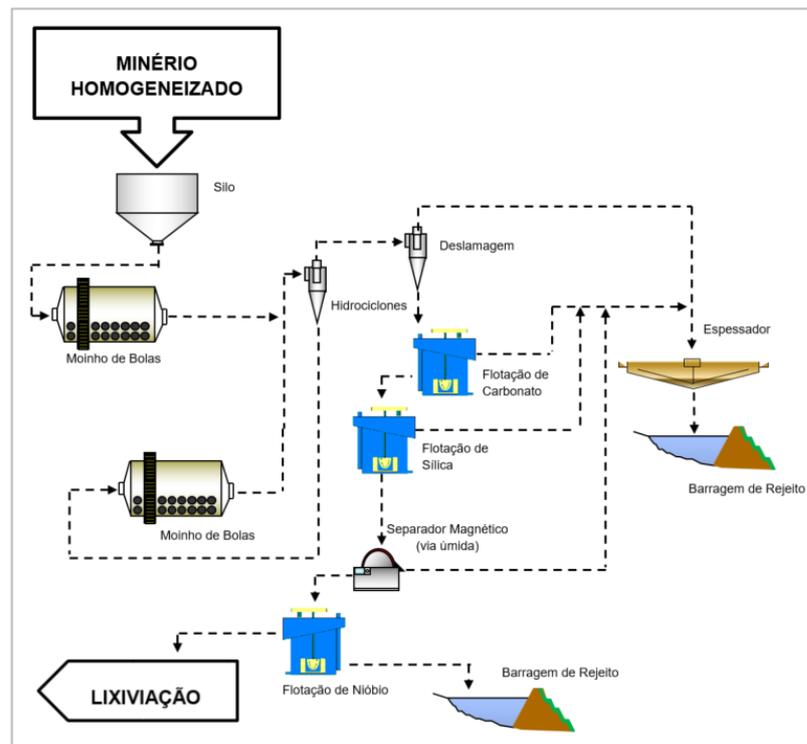


Figura 10 - Fluxograma apresentando as etapas do processo de tratamento do minério de rocha fresca da Mina Boa Vista, Usina BVFR, reprodução parcial de Pereira (2017).

Na Unidade Nióbio Planta (Ouvidor), o material é homogeneizado para a formação da pilha que irá alimentar as unidades de concentração mineral (Usina BV e BVFR). A planta de concentração BVFR inicia-se com a cominuição através de dois moinhos de bolas que reduzem o tamanho das partículas para uma faixa entre 15 e 20% da massa retida em 0,1 mm (150 mesh) tal como na antiga planta de beneficiamento Boa Vista (BV), com a diferença de que na planta de concentração Boa Vista são três moinhos: um de barras e dois de bolas (Silva et al., 2017).

O restante do processo são as etapas de deslamagem e três estágios de flotação, sendo duas flotações inversas para remoção de carbonatos e silicatos e uma flotação direta para concentração do mineral de interesse pirocloro (Figura 10). A técnica de flotação é, portanto, de extrema importância para o tratamento mineral do nióbio.

3. MATERIAS E MÉTODOS

As ferramentas aplicadas para a elaboração desta dissertação obedeceram ao seguinte roteiro de trabalho: amostragem, procedimentos de preparo de amostras, aquisição dos dados analíticos e interpretação dos dados.

A metodologia utilizada na aquisição dos dados empregou diferentes técnicas analíticas, específicas e coerentes como o objetivo de cada etapa. Análises de fluorescência de raios X foram realizadas em todas as amostras selecionadas e análises de microscopia eletrônica de varredura (mineralogia quantitativa automatizada) foram utilizadas na caracterização dos diferentes tipos de rocha e no estudo de caso (de dois testes de caracterização metalúrgica padrão). Já a técnica de difração de raios X, utilizando o método quantitativo de Rietveld, foi empregada na caracterização mineral das amostras provenientes da alimentação das usinas durante os anos de 2019 e 2020. Análises de química mineral pontual para a caracterização do mineral recuperado ao fim do processo, concentrado final da Usina BVFR, foram realizadas por microsonda eletrônica (EPMA).

3.1 AMOSTRAGEM

A mina lavrada para minério de nióbio em rocha fresca é o depósito da Mina Boa Vista. Deste modo, a fim de entender e associar a mineralogia da alimentação das usinas, fez-se necessário a coleta de amostras de frente de lavra, dos principais domínios geológicos presente na formação das pilhas de minério. No total, foram escolhidas, coletadas e caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura sete tipos de rochas predominantes na Mina Boa Vista: fenito 1, fenito 2, carbonatito 1, carbonatito 2, picrito e as rochas de interesse: nelsonito 1 e nelsonito 2 (ver mapa geológico da figura 8).

Na Mina Boa Vista a lavra é executada a céu aberto como resultado do desmonte por explosivo, em seguida o material é submetido às etapas de britagem e escalpe (separação magnética). O produto é transportado por via rodoviária até o pátio de homogeneização para a formação das pilhas de minério. É exatamente nesse ponto, na formação das pilhas de minério que alimentaram as usinas, onde foi realizada a amostragem de 79 pilhas para a caracterização química (fluorescência de raios X) e mineralógica (difração de raios X) das pilhas durante os anos de 2019 e 2020.

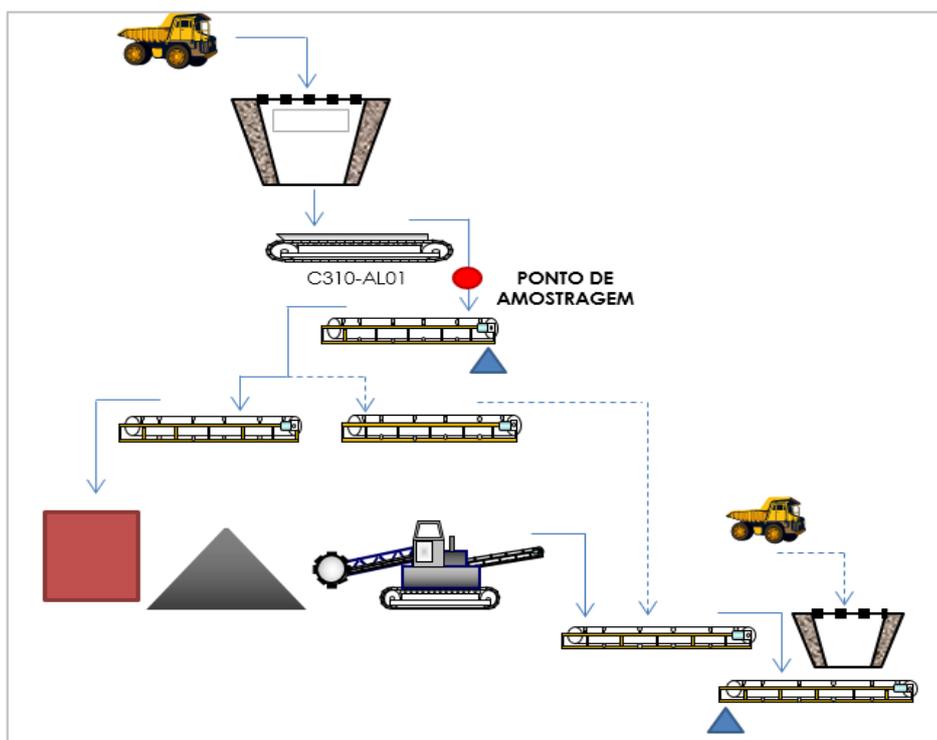


Figura 11 - Ponto de amostragem na Pilha de homogeneização (C310).

Em média, cada pilha é formada com cerca de 40.000 toneladas base seca (tbs) de minério britado, sendo suficiente para alimentar as duas usinas de concentração de nióbio, usinas BV e BVFR, por aproximadamente uma semana. Amostras com aproximadamente 660 kg, compostas por incrementos de cerca de 2 kg retirados a intervalos de 30 min, foram coletadas na pilha de homogeneização, na correia C310 (Figura 11).

Assim como foi caracterizado o material de entrada da usina, este trabalho também propôs a caracterização química dos grãos de pirocloro, por microsonda eletrônica. Os grãos de pirocloro foram amostrados no concentrado final da flotação de pirocloro, em 4 pilhas no ano de 2019 (Pilhas 6,21,25 e 36), na usina BVFR (Figura 10). Em complemento, também se coletou e analisou as principais etapas (concentrado da flotação de carbonato, concentrado da flotação de silicatos, concentrado e rejeito da flotação de nióbio/pirocloro) de concentração

mineral de dois testes de caracterização tecnológicos da Usina BVFR (ensaios de bancada) para fins de comparação.

A tabela 3 expõe, em resumo, quais foram as amostras analisadas nesse trabalho, as técnicas analíticas utilizadas para caracterização mineral e o número de amostra em cada etapa desse trabalho.

Tabela 3 – Amostras analisadas e as técnicas analíticas utilizadas.

Amostras	Nº de amostras	Técnica de caracterização mineral
Principais tipos de rochas da Mina Boa Vista	7 tipos de rochas	Microscopia eletrônica de varredura
Pilhas de homogeneização	79 pilhas	Difração de raios X
Concentrado de pirocloro da Usina BVFR	4 pilhas	Microsonda eletrônica
Principais etapas dos testes de bancada	2 pilhas	Microscopia eletrônica de varredura

3.2 PROCEDIMENTOS ADOTADOS

Depois da amostragem da pilha no pátio de homogeneização, as alíquotas são preparadas no laboratório de preparação física no setor de Geologia, onde são homogeneizadas e fracionadas, e cerca de 20 kg de cada pilha são fornecidos para o laboratório metalúrgico.

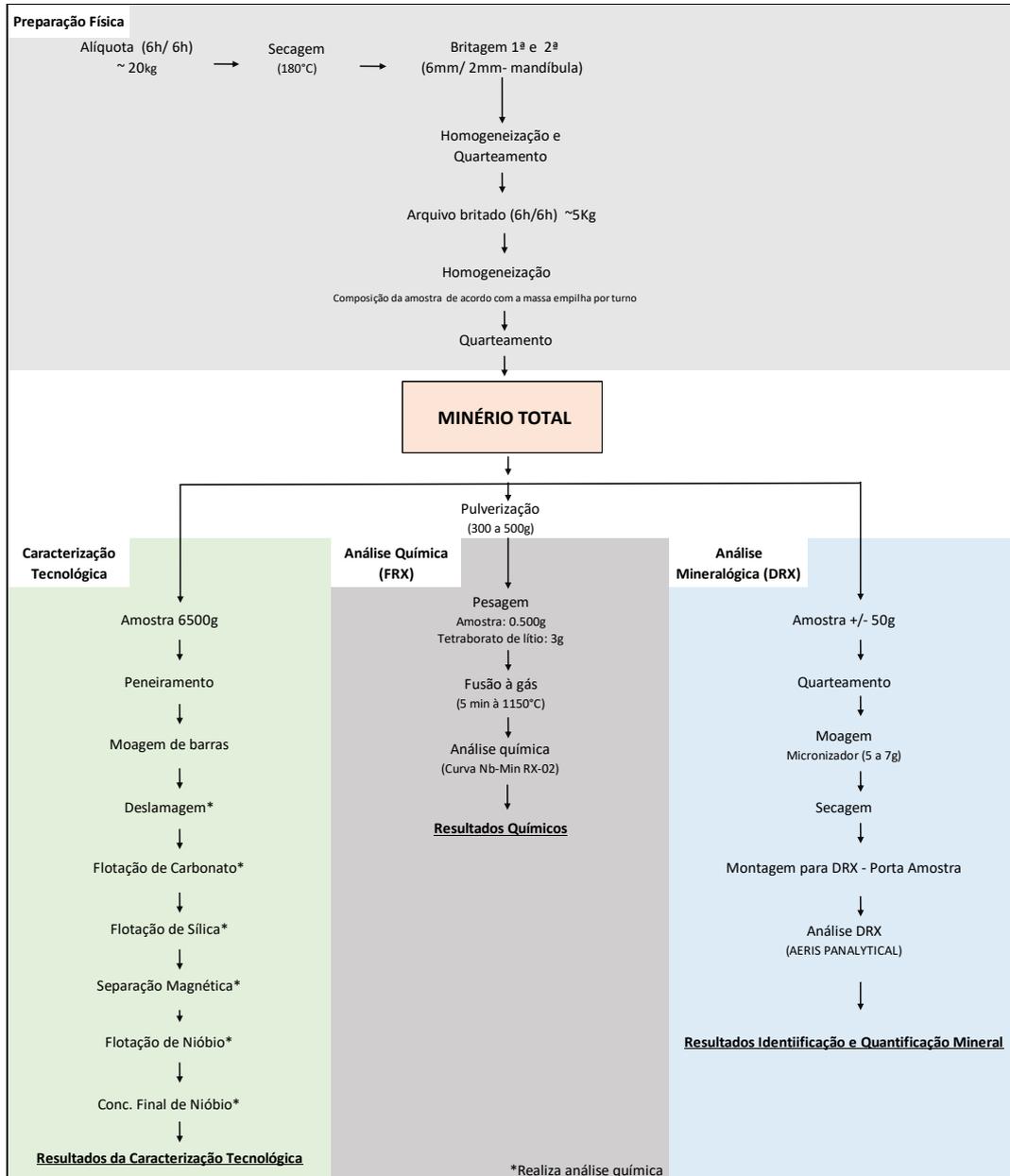


Figura 12 - Procedimentos adotados na preparação de amostras de minério da Mina Boa Vista para alimentação da usina de beneficiamento BVFR

No laboratório metalúrgico, a amostra é novamente homogeneizada e fracionada, sendo que 300 gramas são enviados para análise química, 50 gramas para a mineralogia e 13 kg para caracterização tecnológica, conforme figura 12. A massa restante dessa amostra é arquivada, caso haja necessidade de repetir os testes.

A tabela 4 apresenta a distribuição temporal das pilhas durante os anos de 2019 e 2020 e particulariza qual foi o procedimento adotado na análise mineralógica realizada em cada uma das pilhas, a fim de atender o objetivo proposto nesse trabalho. Desta maneira, as análises realizadas foram: identificação e quantificação por difração de raios X (DRX), análise de microsonda do pirocloro no concentrado final (EPMA) e composição modal por microscopia eletrônica de varredura das etapas de concentração (MEV). Para todas as pilhas foram realizadas análise química por fluorescência de raios X (FRX) e ensaios de bancada, procedimentos rotineiros para controle de qualidade das operações das usinas de concentrado de pirocloro.

Tabela 4 - Distribuição temporal das pilhas durante os anos de 2019 e 2020 e a identificação das análises mineralógicas realizadas em cada uma delas – DRX, EPMA, MEV. Todas as pilhas possuem análise por FRX.

2019					2020					
MÊS	PILHAS				MÊS	PILHAS				
Janeiro	1	2	3	4	Janeiro	1	2	3	4	
Fevereiro	5	6	7	8	Fevereiro	5	6	7	8	
Março	9	10	11	12	13	Março	9	10	11	12
Abril	14	15	16	17	Abril	13	14	15	16	17
Maio	18	19	20	21	Maio	18	19	20	21	
Junho	22	23	24	25	26	Junho	22	23	24	25
Julho	27	28	29	30	Julho	26	27	28	29	
Agosto	31	32	33	34	Agosto	30	31	32	33	34
Setembro	35	36	37	38	Setembro	35	36	37		
Outubro	39	40	41		Outubro	39	40	41		
Novembro	42	43	44	45	Novembro	42	43	44	45	
Dezembro	46	47	48	49	Dezembro	46	47	48	49	50

■ DRX	■ EPMA	■ DRX + MEV	■ DRX + EPMA	■ NA
-------	--------	-------------	--------------	------

3.3 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Para fins de classificação e comparação com os resultados de mineralogia quantitativa, foram realizadas análises químicas dos elementos maiores em todas as amostras.

As análises químicas de amostra total foram efetuadas nas dependências do Laboratório Químico da CMOC.

Na preparação das amostras da alimentação das pilhas para análise por fluorescência de raios X, é utilizado cerca de 0,50 grama da amostra, 3,0 gramas de tetraborato de lítio em

dosador automático e essa mistura é transferida para um cadinho de platina e ouro, no qual é homogeneizada. Posteriormente, são adicionadas 3 gotas de solução de brometo de lítio e levado para à fusão, à temperatura de aproximadamente 1100 °C por aproximadamente 7 minutos.

As pastilhas são identificadas com códigos de barras do sistema MyLims e colocadas para leitura no equipamento de raios-x WDXRF Axios FAST PANalytical, modelo DY0614. O equipamento foi operado com ânodo de raios X de ródio (Rh). A interpretação de dados é feita pelo *software* Super Q Manager e os resultados são fornecidos em porcentagem (%) de óxidos maiores e disponibilizados no *software* de gestão laboratorial MyLims.

3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Inicialmente uma alíquota de aproximadamente 10 g de cada amostra foi separada em um quarteador rotativo Quantachrome. Uma das frações, destinada à quantificação de fases por DRX/método de Rietveld, foi moída em moinho McCrone por 12 minutos, em 15 ml de água. Após moagem, as suspensões foram descarregadas em placa de Petri para secagem em estufa a 60°C. Depois de seca, a amostra foi retomada com auxílio da espátula, desagregada por suave moagem manual num gral de ágata, montada no suporte do tipo *backload* (para redução de orientação preferencial) de aço, e analisada no difratômetro de raios X.

As análises por DRX, pelo método do pó, foram executadas no Laboratório de Mineralogia Aplicada da CMOC, em um equipamento AERIS Minerals, difratômetro de raios X de bancada da PANalytical, nas seguintes condições de operação: radiação Co K α (40kV/15 mA), com passo de 0,005° 2 θ , tempo de contagem de 20 segundos por passo, coletados de 5 a 90° 2 θ . O tempo total de aquisição do espectro foi de aproximadamente 22 minutos.

3.4.1 Identificação e quantificação mineral

A interpretação qualitativa de identificação mineral foi efetuada com o auxílio de banco de dados PDF4+ (ICDD, 2019) no software Bruker Diffrac.EVA. A partir das fases encontradas na etapa anterior, foram realizadas análises quantitativas com base nos dados de difração de raios X. A quantificação foi calculada pelo método de refinamento de espectro multifásico total (método de Rietveld) usando parâmetros fundamentais (Cheary e Coelho, 1992) e com auxílio do software Bruker AXS Diffrac.Topas, v.6. As informações de estruturas cristalinas das fases refinadas encontram-se na tabela 5, e são oriundas ou do banco de dados da Bruker AXS, do

banco de dados relacional PDF4+ (ICDD), ICSD (*International Crystal Structure Database*), COD (Crystallographic Open Database) ou processadas conforme as referências.

Tabela 5- Fases utilizadas para refinamento no DIFFRAC.TOPAS

Mineral	Descrição	Origem
<i>Actinolita</i>	Actinolite	COD
<i>Anatásio</i>	Anatase	Bruker Structure Database
<i>Ankerita</i>	Ankerite Fe 0.55	Bruker Structure Database
<i>Barita</i>	Barite	Bruker Structure Database
<i>Biotita</i>	Biotite 1M Mica	Bruker Structure Database
<i>Calcita</i>	Calcite	Bruker Structure Database
<i>Dolomita</i>	Dolomite	Bruker Structure Database
<i>Fluorapatita</i>	Fluorapite 66573	ICSD
<i>Ilmenita</i>	Ilmenite	Bruker Structure Database
<i>Magnetita</i>	Magnetite_nostoichiometric	Neumann & Medeiros (2015)
<i>Microclínio</i>	MicroInt1	Bruker Structure Database
<i>Norsetita</i>	Norsethite 9009935	COD
<i>Orthoclásio</i>	Orthoclase	Bruker Structure Database
<i>Flogopita</i>	Phlogopite	Bruker Structure Database
<i>Pirochoro I (BV)</i>	Pyrochlore	*Dissertação
<i>Pirochoro II (Oka)</i>	Pyrochlore_1541539	COD
<i>Quartzo</i>	Quartz	Bruker Structure Database
<i>Rutilo</i>	Rutile	Bruker Structure Database
<i>Siderita</i>	Siderite	Bruker Structure Database
<i>Estroncianita</i>	Strontianite 9008198	COD
<i>Tetraferriphlogopita</i>	Tetraferriphogopite 1M 010832241	ICSD

3.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As seções polidas destinadas a análises de mineralogia quantitativa automatizada (MQA) foram preparadas pelo método de embutimento transversal-vertical (Kwitko-Ribeiro 2011; Pooler e Dold 2017; Roisi e Aasly 2018), no qual as alíquotas devidamente divididas e homogeneizadas foram embutidas em porta amostra de 30 mm de diâmetro com resina epóxi e cortadas verticalmente em duas metades. Após o corte, as metades são rotadas 90° e embutidas novamente expondo sua seção vertical. Tal método foi selecionado para reduzir o viés dos dados mineralógicos em questão de segregação de partículas por sua densidade durante o embutimento em resina epóxi.

Após o processo de embutimento, as seções polidas foram desbastadas em uma politriz automática e usando-se diamante em matriz metálica de 70 até 6 µm, e depois polidas com suspensão de diamante de 3 e 1 µm, para evitar a formação de relevo entre os minerais que

compõem a amostra. Entre todas as etapas de polimento, as secções polidas foram lavadas em banho ultrassônico. Por fim as seções polidas foram recobertas com carbono condutor.

As análises foram efetuadas em um microscópio eletrônico de varredura TESCAN VEGA integrado a um sistema de análise de mineralogia quantitativa automatizada Tescan Integrated Mineral Analyzer (TIMA) com um sistema de microanálise química por dispersão de energia (EDS) EDAX acoplado, no Laboratório de Mineralogia Aplicada da CMOC. Este sistema conta com quatro espectrômetros de energia dispersiva EDAX Element tecnologia SDD (*silicon drift detector*) e com resolução espectral melhor que 129 eV para Mn K α a 10 Kcps. O MEV foi operado em alto vácuo, tensão de aceleração de elétrons de 25 kV e ~4.70 nA corrente da sonda de elétrons.

A aquisição de imagens foi realizada em modo de mapeamento de alta resolução e análise modal das fases presentes. Todas as análises foram realizadas a uma distância de trabalho de 15 mm e com um passo de 4 μ m, que equivale ao tamanho de pixel em toda área superficial das seções polidas.

3.6 MICROSSONDA ELETRÔNICA

Para análise na microsonda eletrônica, foram selecionadas quatro amostras do concentrado final de pirocloro da usina BVFR. As pilhas foram selecionadas ao longo do ano de 2019, sendo analisado o concentrado final das pilhas denominadas 06, 21, 25 e 36. As análises foram realizadas em diferentes grãos, considerando morfologia e cor dos cristais no Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (CRTI).

A espectrometria por dispersão de comprimento de onda (WDS) foi realizada em uma microsonda eletrônica JEOL JXA-8230, com cinco detectores WDS com os cristais LDE1, LDE2, TAP, PET/L-H e LIF-L/H. Também foi utilizado para controle um espectrômetro por dispersão de energia (EDS) JEOL acoplado ao microscópio. As análises foram executadas sob uma condição de corrente de 15 kV e 20 nA com abertura de feixe de 2 μ m. O tempo de análise variou de 20 a 60 segundos por elemento de acordo com a abundância esperada de cada elemento no mineral. Os elementos, cristais utilizados e suas respectivas linhas de energia analisadas estão detalhados no anexo X “Parâmetros de Aquisição”.

3.6.1 Cálculo de ocupação atômica

Segundo Klein e Dutrow (2012) a maioria dos minerais é formado por compostos constituídos de dois ou mais elementos, e as suas fórmulas químicas indicam as proporções atômicas dos elementos presentes. Dessa forma, com o resultado em porcentagem de massa dos elementos (expressos como cátions ou seus respectivos óxidos, quando aplicável), obtido nas análises por microsonda eletrônica, é calculado o número átomos e alocado nos sítios de cada mineral.

Neste trabalho, foi utilizada a metodologia para determinação do número de cátions por unidade de fórmula estrutural descrito em Klein e Dutrow (2012), e seguidas as instruções de classificação e nomenclatura sugeridas por Atencio et al. (2010) com relação aos minerais do supergrupo do pirocloro.

Os resultados obtidos foram normalizados para uma ocupação de 2 átomos no sítio B da fórmula geral dos minerais do supergrupo do pirocloro (Atencio et al., 2010).

A determinação de H₂O, (OH⁻) e vacância na estrutura dos minerais do supergrupo do pirocloro é uma tarefa de alta complexidade, no entanto, de grande importância para a determinação de ocupação dos sítios que dão nomes aos minerais, mais especificamente os sítios Y e A.

O conteúdo de água estrutural presente na análise (H₂O e OH⁻) foi interpretado como decorrente da diferença entre o total analítico obtido por análises químicas por microsonda eletrônica e os 100% representativos de um fechamento total em porcentagem de massa de óxidos. Esse valor foi recalculado para átomos de H obtendo-se um valor total para esse elemento. Levando em consideração a possibilidade de presença de H₂O e (OH⁻) foram respeitadas análises com total analítico de até 80%, baseado nas considerações expostas por Toledo et al. (2004), sendo descartadas aquelas com total analítico inferior.

3.7 CARACTERIZAÇÃO METALÚRGICA PADRÃO

As amostras da alimentação das usinas (minério total) são caracterizadas primeiramente no laboratório metalúrgico da CMOC. Para os testes de caracterização padrão do minério rocha fresca provindos da Mina Boa Vista é realizado o fluxo apresentado abaixo (Figura 13):

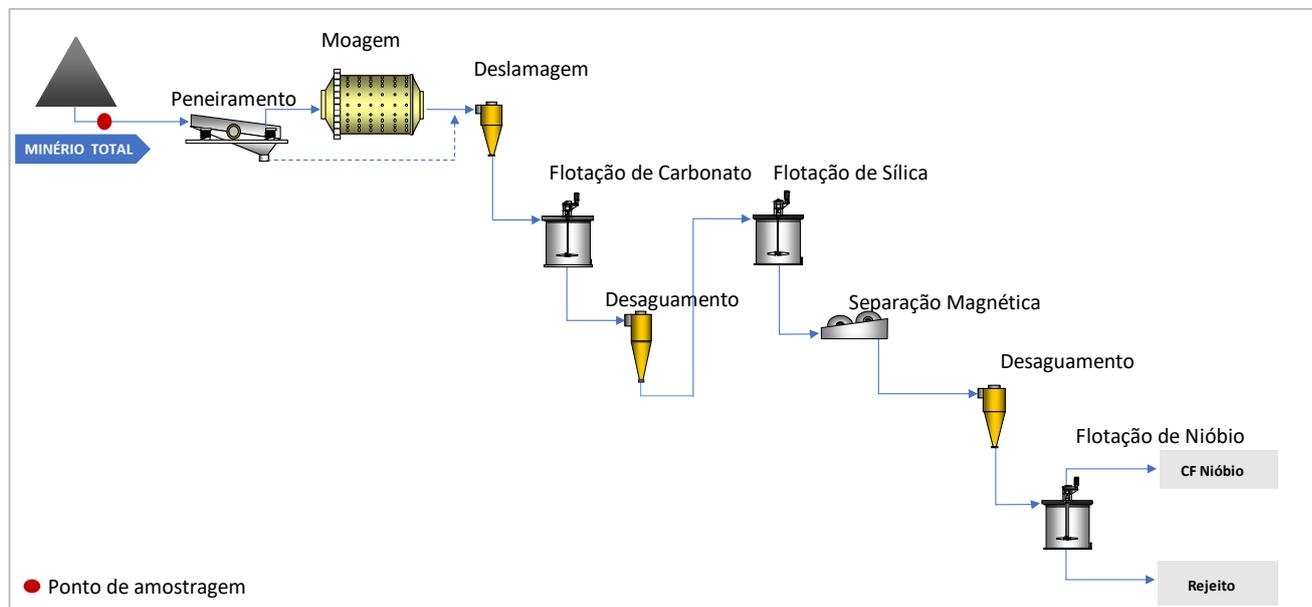


Figura 13 - Fluxograma caracterização padrão de minério rocha fresca da Mina Boa Vista.

Em todas as amostras de minério total, da alimentação do processo de beneficiamento, foram identificados os minerais de minério e de ganga, além de ter determinado suas respectivas percentagens modais pela técnica de difração de raios X. Em complemento, para melhor avaliar o processo de concentração mineral do laboratório metalúrgico, foram selecionadas duas pilhas dos testes de bancada da Usina BVFR, com valores diferentes de recuperação metalúrgica e caracterizadas mineralogicamente, por meio de análises de mineralogia quantitativa automatizada, as principais etapas do processo de beneficiamento mineral (amostra das flotações de carbonato, silicato e nióbio).

4. RESULTADOS

Nesta seção são apresentados os dados obtidos por meio do sistema metodológico proposto neste trabalho de caracterização mineralógica para fins de conhecimento do material alimentado nas usinas durante o período de operação 2019 e 2020. Os resultados foram adquiridos durante as seguintes etapas:

- caracterização dos principais tipos de rocha presente na atual mina lavrada (Mina Boa Vista) e que compõe o minério das pilhas;
- caracterização do material de entrada (alimentação) das usinas de concentração de nióbio durante o período proposto;
- investigação em detalhe da química mineral do pirocloro no concentrado final de nióbio;
- avaliação do desempenho dos testes de caracterização tecnológica.

4.1 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DOS PRINCIPAIS TIPOS DE ROCHA DO DEPÓSITO DA MINA BOA VISTA

O complexo alcalino carbonatítico de Catalão II possui vários depósitos com potencial para mineração de nióbio e fosfato, contudo, vale ressaltar que neste trabalho os dados coletados e analisados são referentes à área sul, especificamente no depósito da Boa Vista, atual mina lavrada e beneficiada para nióbio.

As rochas do depósito da Mina Boa Vista apresentam variações quanto à cor, à textura, à granulação e à composição mineralógica. Assim sendo, derivam os diferentes aspectos das rochas, reconhecíveis mesmo macroscopicamente, conforme é possível observar na figura 14. Salienta-se que os nomes dos tipos de rocha adotado nesse trabalho são os utilizados pela empresa em seu mapeamento litológico.

Visando conhecer as variações texturais e a composição modal das principais rochas presente no depósito da Mina Boa Vista e que compõe o minério de entrada das usinas, foram feitas descrições macroscópicas e preparação de lâminas delgadas das principais unidades geológicas, seguida de análises de microscopia eletrônica de varredura automatizadas. Os dados mineralógicos obtidos decorrem dos estudos conduzidos em amostras coletadas na frente de lavra do depósito em rocha fresca da Mina Boa Vista.

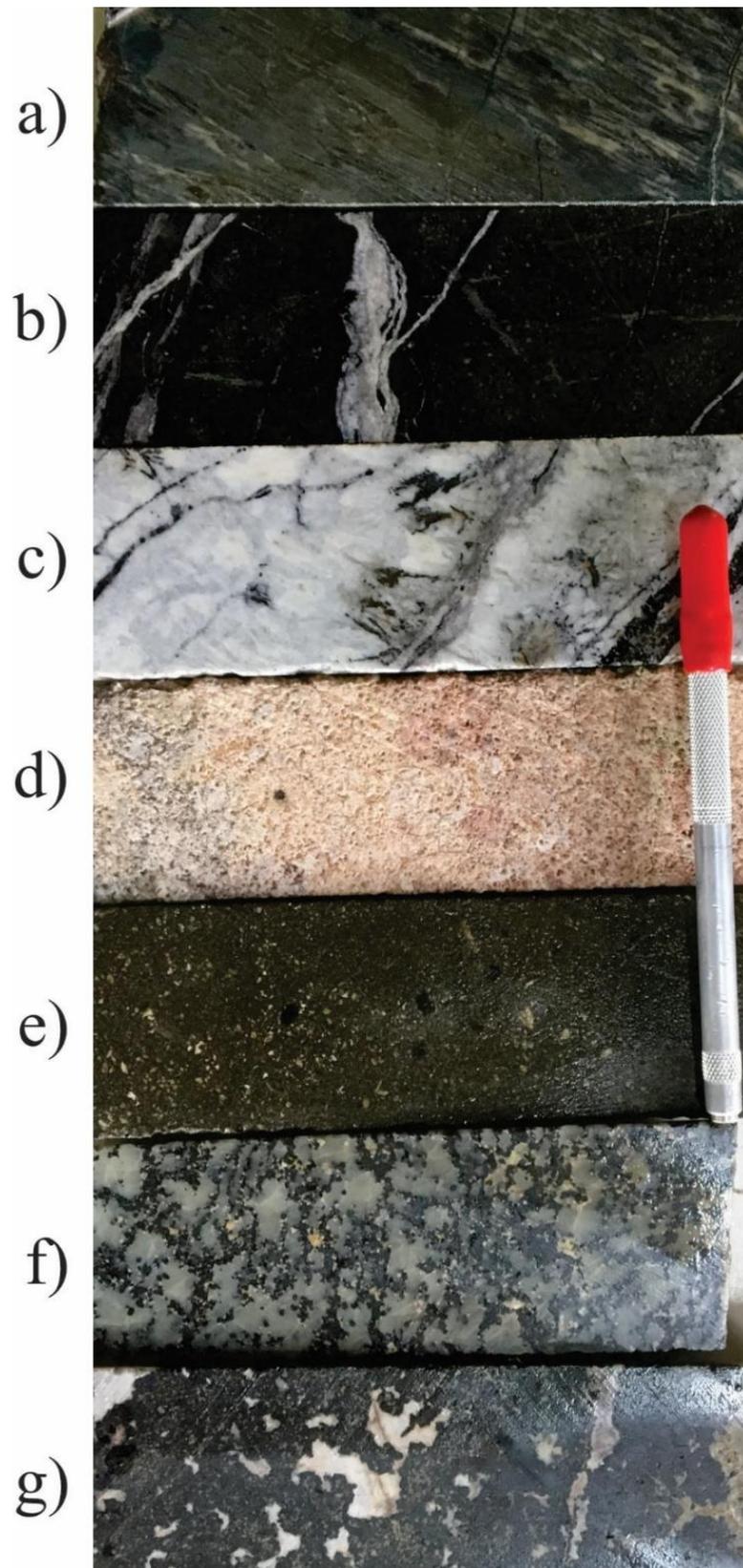


Figura 14- Principais unidades geológicas presentes na Mina Boa Vista. Rochas fenitizadas: a) fenito 1, rocha verde com textura bandada; b) fenito 2, rocha de coloração preta com pequenos veios de carbonatito. Carbonatitos: c) carbonatito 1, cálcio carbonatito, rocha branca e maciça; d) carbonatito 2, rocha avermelhada e porosa; e) picrito, rocha escura com textura porfirítica. Rochas mineralizadas: f) apatita nelsonito; g) magnetita nelsonito.

4.1.1 Rochas encaixantes fenitizadas – Grupo Araxá

A existência de processo de fenitização junto às encaixantes é uma das feições mais importantes na parte sul do Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão II (Mina Boa Vista). Neste trabalho as rochas encaixantes fenitizadas foram divididas em dois grupos: fenito 1 e fenito 2, pois há uma variação modal e textural na caracterização dessas rochas.

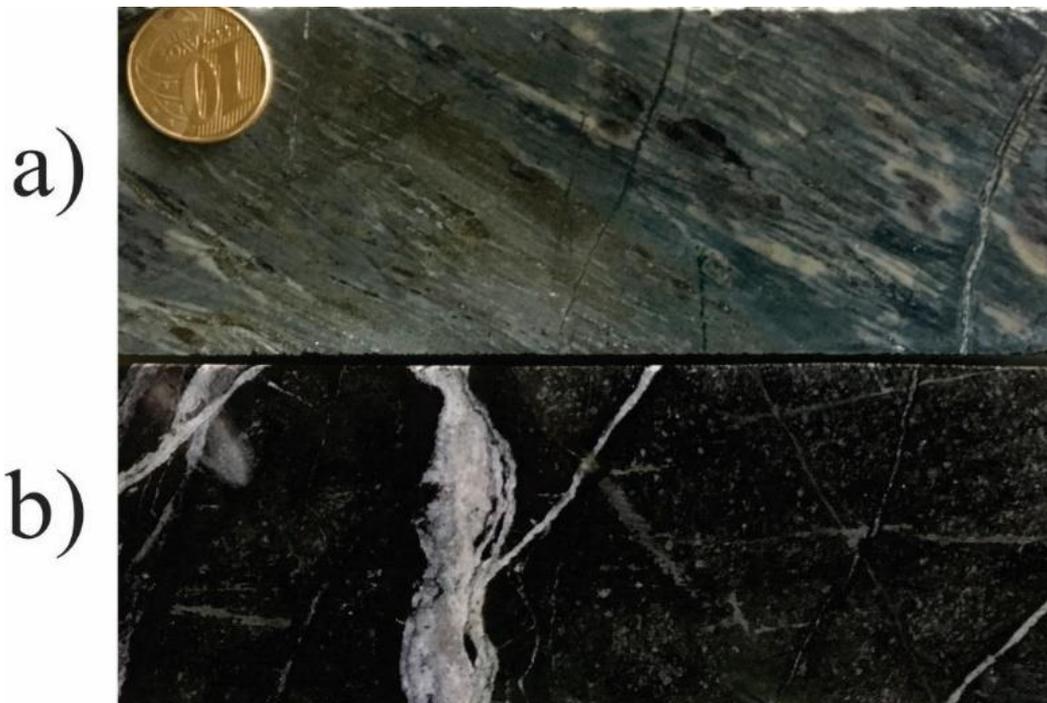


Figura 15 – Principais rochas encaixantes, fenitizadas da Mina Boa Vista. a) Fenito 1, rocha verde, leucocrática, com bandamento b) Fenito 2, rocha escura, maciço, cortado por pequenos veios de carbonatitos.

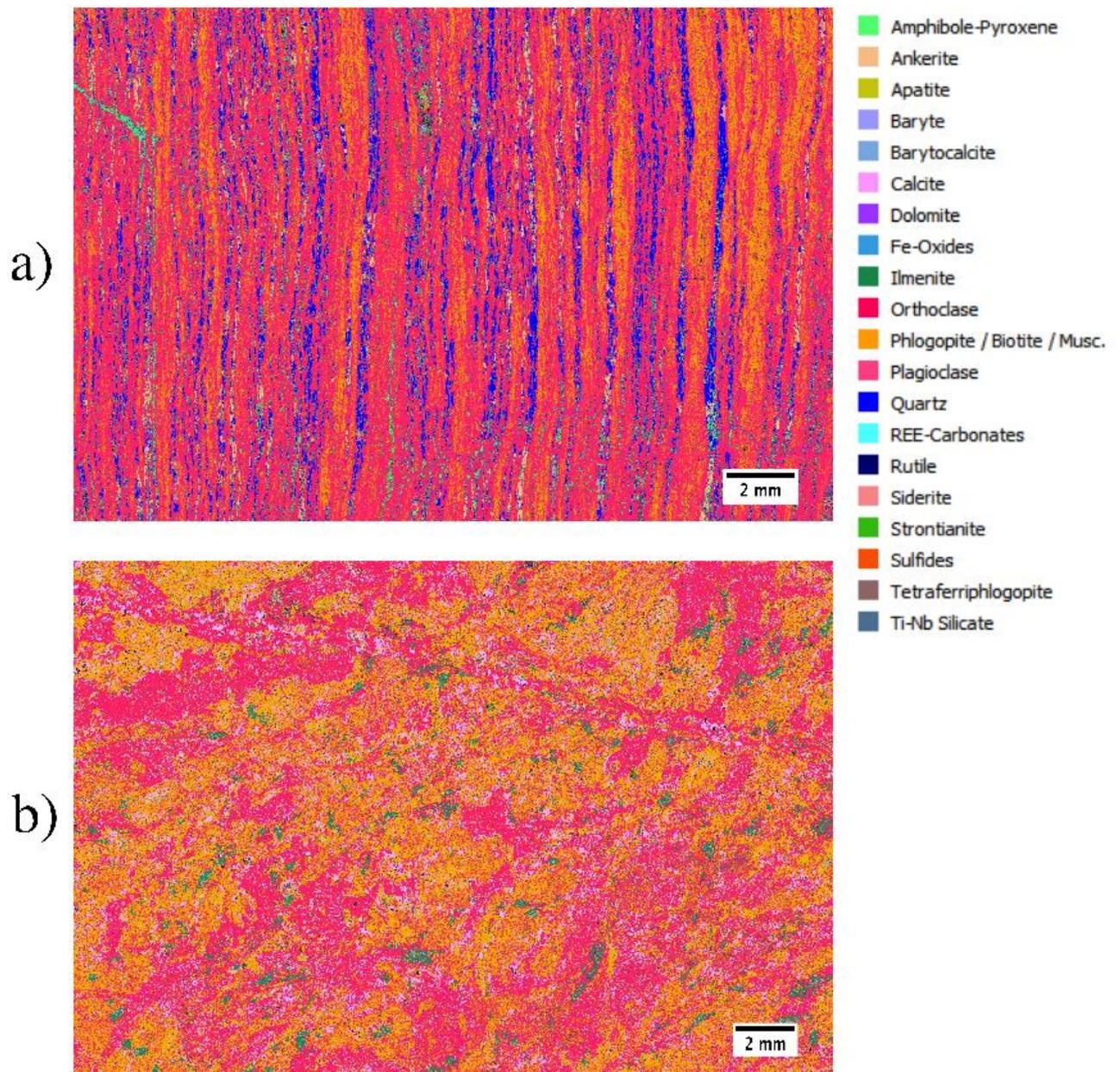


Figura 16 – Mapa mineral (MEV/EDS) integrado a imagem de elétrons retroespalhados (BSE) de lâminas delgadas polidas das principais rochas encaixantes do depósito da Mina Boa Vista. a) Fenito 1, rico em feldspato, com intercalação de bandas de feldspatos, flogopita/biotita/muscovita, quartzo e anfibólio. b) Fenito 2: composto por massa de feldspato, cortado por pequeno veio de carbonatos ocasionando intensa biotitização/flogopitização

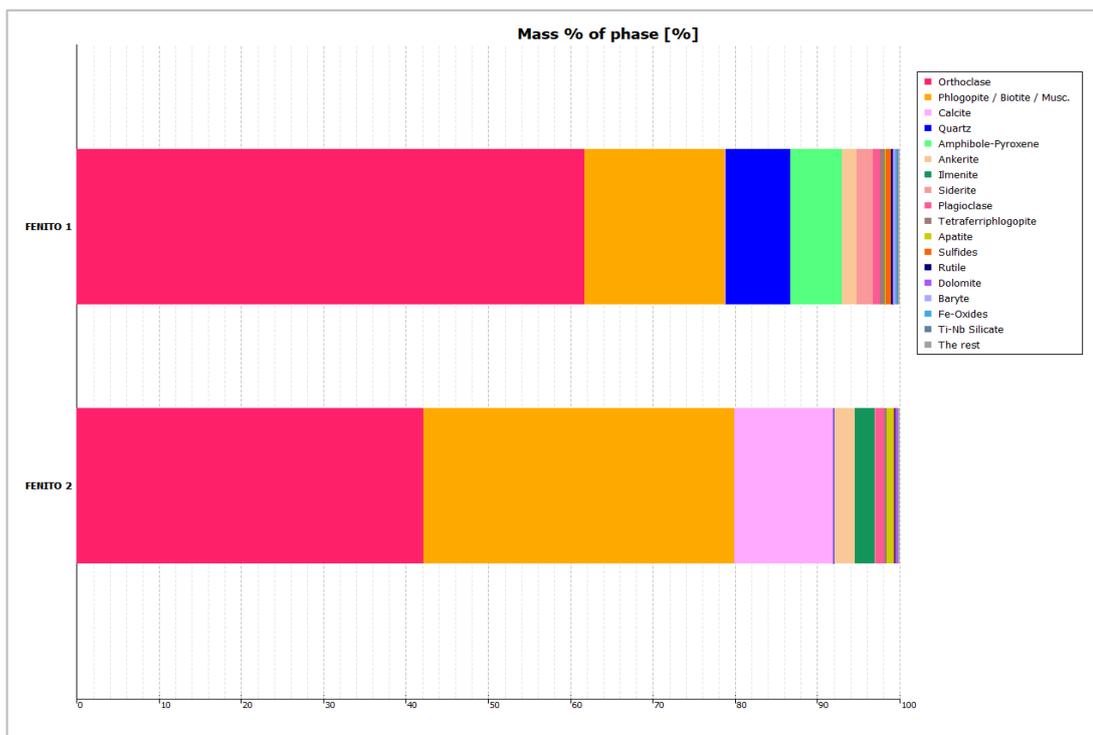


Figura 17 – Composição modal das lâminas delgadas polidas, do fenito 1 [ortoclásio (>60%), plagioclásio (4%), filossilicatos (23%), anfibólio (4%), quartzo (3%), ankerita (2%) e siderita (2%)] e fenito 2 [ortoclásio (42%), plagioclásio (1%), biotita e flogopita (38%), calcita (12%), ankerita (3%), ilmenita (2%) e apatita (1%)].

O fenito 1 é uma rocha de coloração verde clara, leucocrática, sendo possível reconhecer bandamento composicional, definido por camadas claras e escuras em escala centimétrica a milimétrica (Figura 15a). Em complemento, a partir da análise por microscópio eletrônico de varredura das lâminas delgadas, é evidente esse bandamento, com intercalação de bandas de feldspato potássico, micas (flogopita/biotita/muscovita), quartzo e anfibólio (Figura 16a). O fenito 1 compõe-se essencialmente por feldspato, ortoclásio (>60%) e plagioclásio (4%), caracterizado por cristais com tamanhos milimétricos, seguido por filossilicatos - flogopita, biotita e muscovita (23%), além de anfibólio (4%), quartzo (3%) e a presença de ankerita (2%) e siderita (2%) (Figura 17a).

O fenito 2 é uma rocha escura, maciça, de granulação fina, com textura holocristalina subfanerítica e inequigranular. Comumente apresenta uma rede de veios finos de carbonatito cortando aleatoriamente a rocha (Figura 15b). Nas análises das seções delgadas, por microscópio eletrônico de varredura, observa-se uma massa de feldspato e pequenos veios milimétricos de carbonatos que se infiltram na rocha. Ao longo desses veios se processaram modificações mineralógicas e texturais, sucedidas possivelmente pela ação de uma fase fluida reativa que resultou em trocas de componentes químicos da rocha original, causando intensa biotitização/flogopitização (Figura 16b). Embora proporcionalmente menor que o fenito 1, a

composição mineralógica do fenito 2 também apresenta feldspato como principal mineral constituinte, ortoclásio (42%) e plagioclásio (1%), seguido pela elevada proporção de filossilicatos, principalmente biotita e flogopita (38%) e de calcita (12%). Outros minerais identificados nessa rocha foram ankerita (3%), ilmenita (2%) e apatita (1%) (Figura 17b).

4.1.2 Rochas intrusivas

Assim como ocorre em Tapira (Brod, 1999; Brod et al., 2000), Salitre (Barbosa, 2009), Serra Negra (Grasso, 2010) e Catalão I (Ribeiro, 2008; Cordeiro et al., 2010) as rochas intrusivas do complexo de Catalão II são compostas por rochas de distintas séries petrogenéticas. As principais rochas intrusivas presente na parte sul do Complexo pertencem a três séries petrogenéticas principais: silicática (flogopita picritos), carbonatítica e foscorítica.

Neste trabalho, individualizou as rochas intrusivas consideradas estéreis das rochas que são mineralizadas em nióbio. As rochas intrusivas consideradas estéreis para nióbio são flogopita-picrito e os carbonatitos, que serão descritas a seguir.

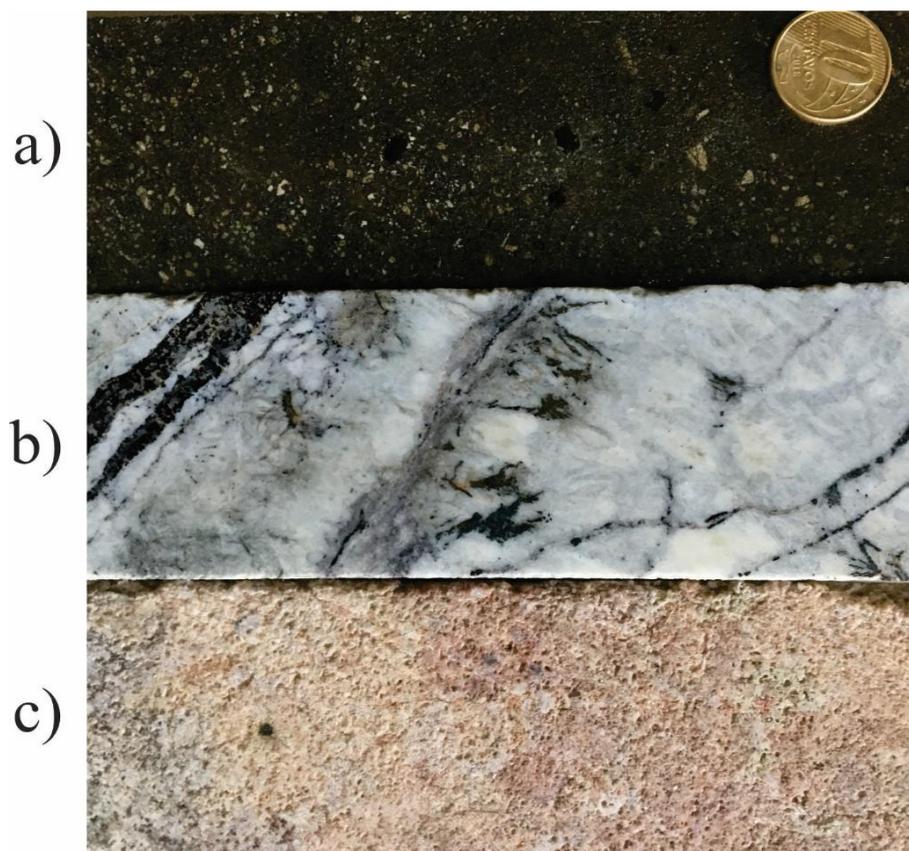


Figura 18 – Rochas intrusivas do depósito da Mina Boa Vista a) Picrito/ flogopita-picrito, rocha escura, com fenocristais de olivina e flogopita/biotita em uma massa fina das mesmas fases minerais b) Carbonatito 1, rocha branca, maciço, com presença de magnetita com textura pé de galinha. c) Carbonatito 2, rocha de coloração marrom avermelhada, porosa.

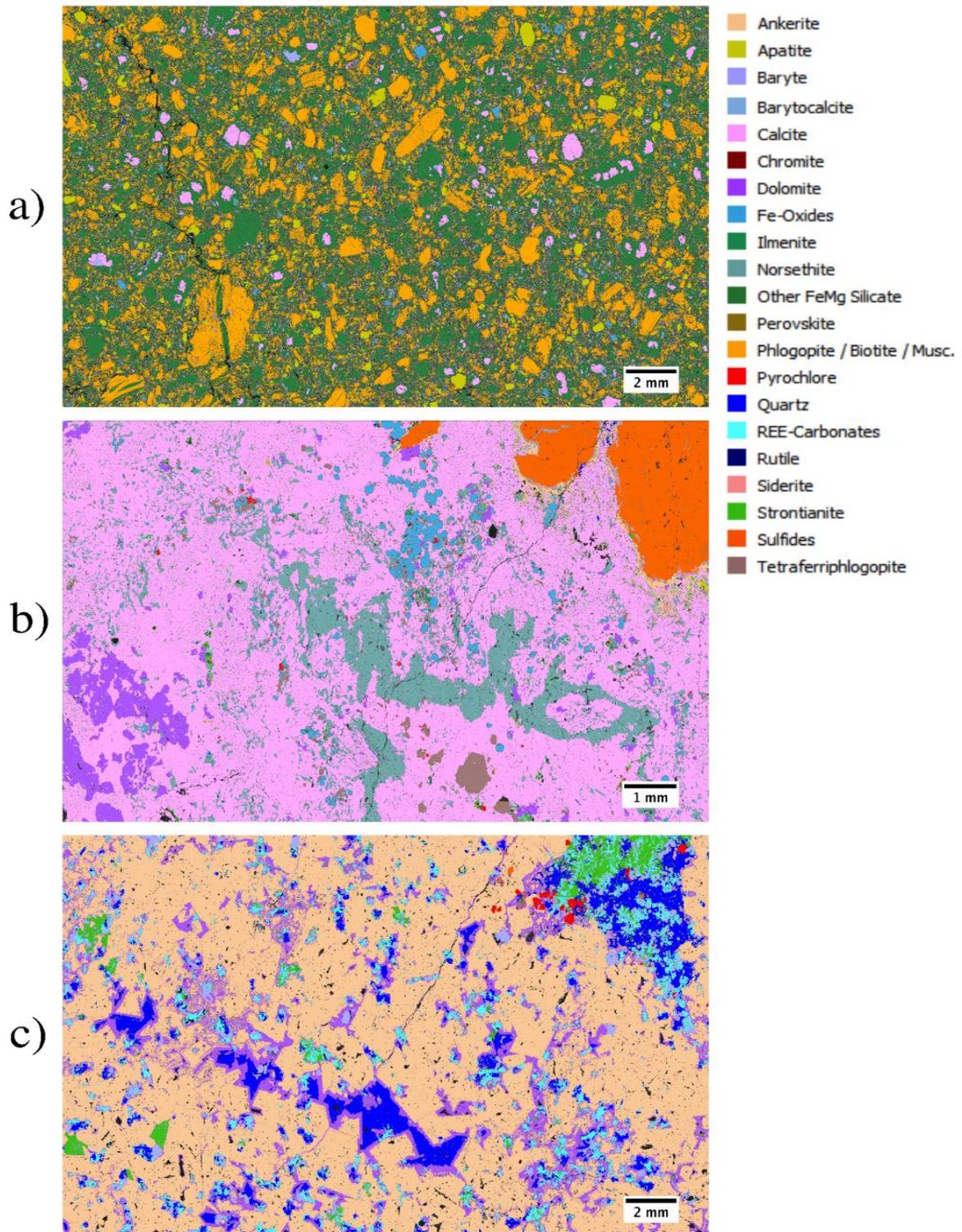


Figura 19 - Mapa mineral (MEV/EDS) integrado a imagem de elétrons retroespalhados (BSE) de lâminas delgadas polidas das principais rochas intrusivas do depósito da Mina Boa Vista. a) Picrito, com fenocristais de silicato de Fe-Mg (olivina) e de flogopita/biotita em uma matriz de silicato de Fe-Mg, flogopita/biotita, tetraferriphlogopita, apatita, calcita, óxido de ferro, rutilo e barita; b) Carbonatito 1: composto predominantemente por calcita, barita e norsetita, além da presença de sulfeto; c) Carbonatito 2: rocha constituída por cristais de ankerita, com alterações de dolomita nas bordas e pequenas áreas com presença de quartzo, estroncianita e pirocloro.

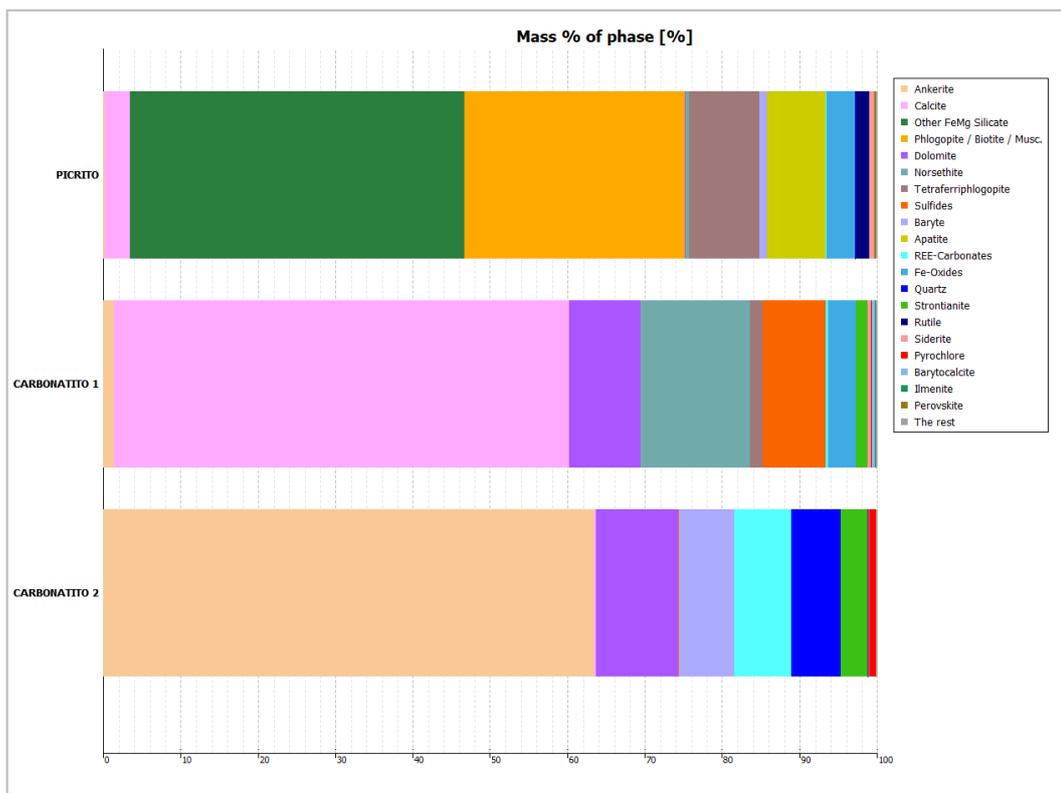


Figura 20 - Composição modal das lâminas delgadas polidas, do picrito: basicamente de silicato de Fe-Mg - olivina (43%), flogopita/biotita (29%), tetraferriphlogopita (9%), apatita (8%), óxido de ferro (8%), calcita (3%), rutilo (2%) e barita(1%) ; o carbonatito 1: a calcita (59%) é o principal mineral, seguido pelos carbonatos: norsetita (14%), ankerita/dolomita (11%), além da presença de sulfetos (8%), óxido de ferro (4%), estroncianita (2%) e tetraferriphlogopita (2%); carbonatito 2: composto quase em sua totalidade por ankerita/dolomita (76%), além de ser preenchido nos seus interstícios por carbonatos de terras raras (7%) e barita (7%) e pequenos veios de quartzo (5%) com estroncianita (4%) e de pirocloro (1%).

O flogopita-picrito aflora na forma de diques, que intrudem todas as rochas do depósito (Figura 13). Macroscopicamente é possível observar que essas rochas apresentam textura porfirítica com fenocristais de olivina e flogopita/biotita numa matriz de granulação fina, cinza escura (Figura 18a) das mesmas fases.

Em complemento, na lâmina delgada analisada por microscopia eletrônica de varredura exhibe claramente a textura porfirítica, observada também macroscopicamente. Na figura 19a é notável os fenocristais tanto de olivina, quanto de flogopita/biotita, além de fenocristais de apatita e calcita dentro de uma fina matriz de silicatos ferro-magnesianos, flogopita/biotita, tetraferriphlogopita, apatita, calcita, óxido de ferro, rutilo e barita.

A composição mineralógica dessa rocha é basicamente de silicatos de Fe-Mg - olivina (43%), flogopita/biotita (29%), tetraferriphlogopita (9%), apatita (8%), óxido de ferro (8%), calcita (3%), rutilo (2%) e barita (1%) (Figura 20).

Ao menos dois tipos de carbonatitos são encontrados nos depósitos de Catalão II. Macroscopicamente, o carbonatito 1 é uma rocha clara, com textura granular média a grossa,

textura hipidiomórfica e com pequena presença de sulfetos e magnetita (Figura 18b), já o carbonatito 2 é caracterizado pela sua cor avermelhada, de granulação média e porosa (Figura 18c). Adicionalmente, através da análise por microscópico eletrônico de varredura das lâminas delgadas também é possível constatar a diferença entre os dois carbonatitos, sobretudo com relação ao carbonato dominante, ora com predominância de calcita e ora com dolomita/ankerita (Figura 19 b e c).

Com relação à composição mineralógica, o carbonatito I tem a calcita (59%) como principal mineral, seguido pelos carbonatos norsetita (14%), ankerita (1.5%), dolomita (9%) e presença de sulfetos (8%), óxido de ferro (4%), estroncianita (2%) e tetraferrihogopita (2%) (Figura 20). Já o carbonatito II é composto em quase sua totalidade por ankerita (64%) com feições de alteração para dolomita (11%), além de ser preenchido nos seus interstícios por carbonatos de terras raras (7%) e barita (7%). Nessa rocha também observamos presença de pequenos veios de quartzo (5%), estroncianita (4%) e de pirocloro (1%) (Figura 20).

4.1.3 Rochas mineralizadas em nióbio

As rochas mineralizadas em pirocloro no depósito da Mina Boa Vista são os nelsonitos. Há, ao menos, ocorrência de duas gerações de nelsonito (apatita nelsonito e magnetita nelsonito) a depender da sua composição mineralógica.



Figura 21 – Rochas mineralizadas da mineralização primária de nióbio em Catalão II. a) Pseudonelsonito (N2) constituída principalmente por cristais de magnetita, tetraferrihogopita, ilmenita, siderita e pequenos cristais de pirocloro e sulfeto. b) Apatita nelsonito (N1), rocha de granulometria média, composto principalmente por cristais de apatita, ilmenita, magnetita e pirocloro.

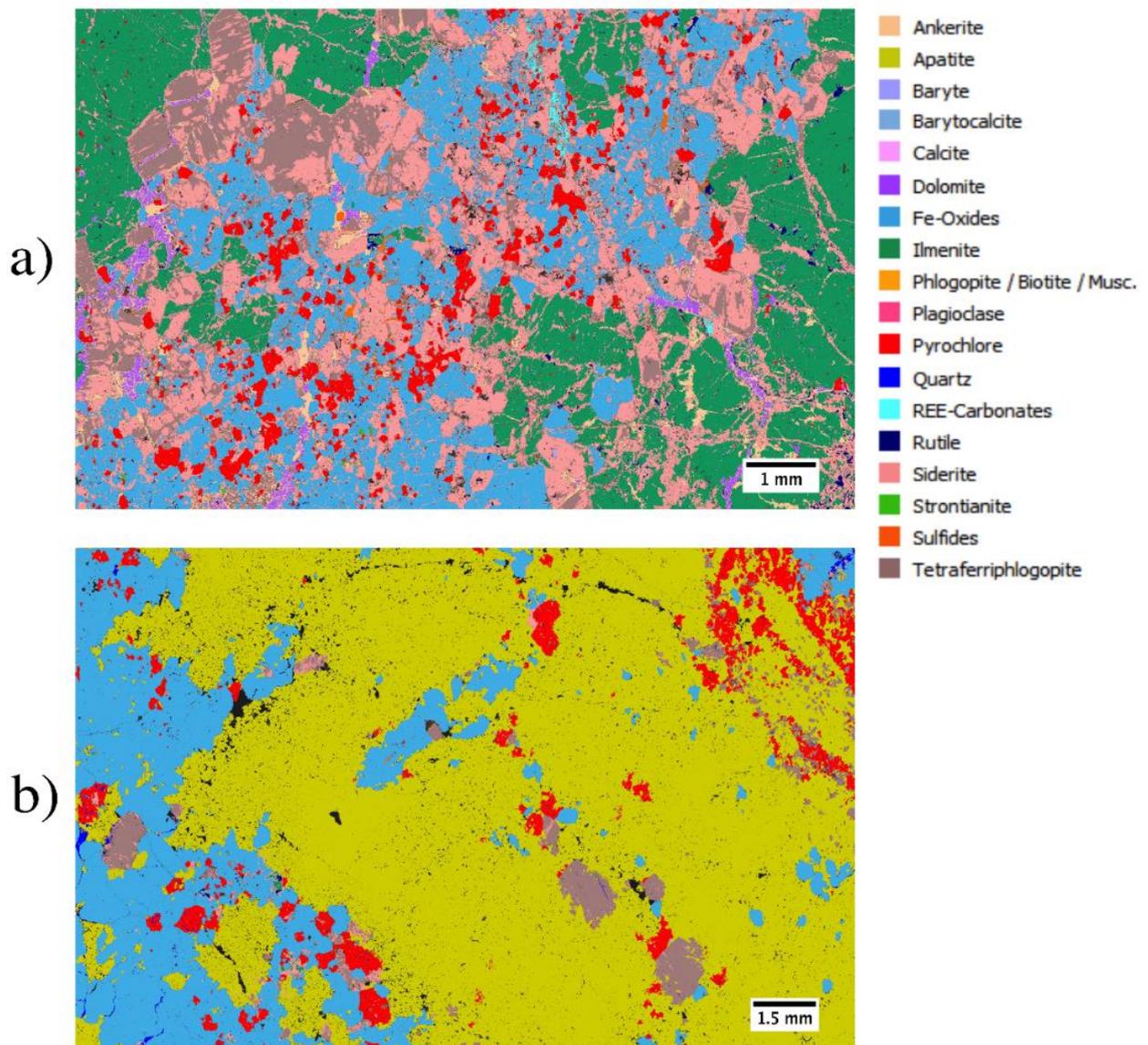


Figura 22 - Mapa mineral (MEV/EDS) integrado a imagem de elétrons retroespalhados (BSE) rochas mineralizadas da mineralização de nióbio. a) Magnetita nelsonito: presença de bolsões de magnetita, ilmenita euédrica e tetraferriphlogopita e a presença de siderita como carbonato predominante e cristais de pirocloro subdrais disseminados principalmente entre a magnetita e siderita. b) Apatita nelsonito: composta predominância por apatita, com presença de pequenos cristais de tetraferriphlogopita, ao lado de uma região concentrada de magnetita. Os cristais de pirocloro são subdrais disseminados na lâmina.

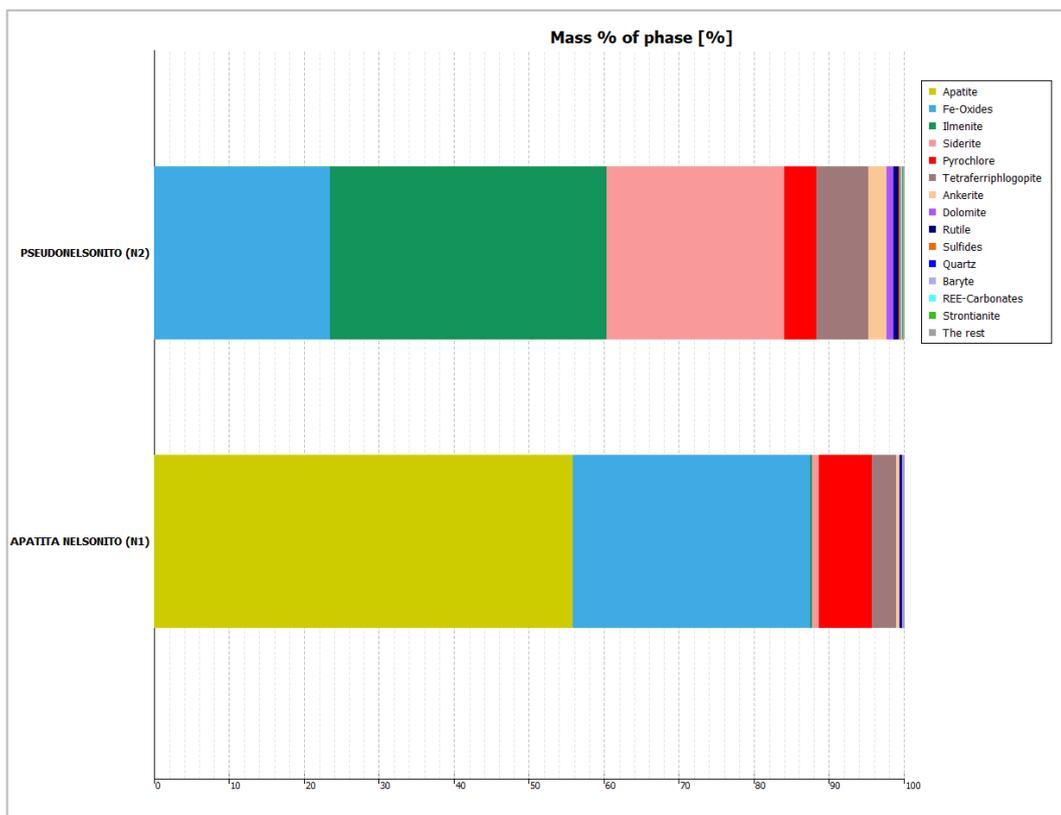


Figura 23 - Composição modal das lâminas delgadas polidas, a) Pseudonelsonito (N2) é constituído por alta presença de ilmenita (37%), magnetita (24%) e siderita (24%), tetraferriphlogopita (7%), pirocloro (4%), ankerita (2%) e dolomita (1%) b) Apatita-nelsonito (N1) é formado principalmente por apatita (55%), magnetita (32%), pirocloro (7%), tetraferriphlogopita (3%) e siderita (1%) .

Macroscopicamente é possível observar que a rocha magnetita-nelsonito (N2) possui textura fanerítica, granulação média a grossa às vezes pegmatóide a depender da área da mina, hipidiomorfica. Essa rocha é constituída por tetraferriphlogopita, magnetita, ilmenita e pirocloro, além de minerais secundários como calcita, dolomita, barita e sulfetos (Figura 21a). O apatita-nelsonito N1 é uma rocha fanerítica, de granulação média, inequigranular, composto predominantemente por apatita, magnetita e pirocloro (Figura 21b).

Ao microscópio eletrônico de varredura, essas rochas são heterogêneas e apresentam variações mineralógicas e texturais distintas. A primeira, corresponde ao pseudonelsonito, com presença de bolsões de magnetita, ilmenita euédrica e tetraferriphlogopita, com granulação média a grossa (Figura 22a). Nessa rocha também é possível observar a presença de siderita como carbonato predominante, a qual está disseminada e intersticial junto a tetraferriphlogopita, e outros carbonatos presentes são ankerita e dolomita. O mineral de minério é o pirocloro que está conexo às regiões de predomínio de magnetita. A segunda rocha refere-se ao apatita-nelsonito (N1), o qual exhibe uma massa densa de apatita com presença de pequenos cristais de

tetraferrihogopita, ao lado de uma região concentrada de magnetita. Os cristais de pirocloro são subedrais, de granulometria média a fina e estão disseminados na lâmina (Figura 22b).

O pseudonelsonito N2 é constituído por alta presença de ilmenita (37%), magnetita (24%) e siderita (24%), além de tetraferrihogopita (7%). Outros minerais presentes e não menos importantes são pirocloro (4%), além de ankerita (2%) e dolomita (1%) (Figura 23a). Já o apatita-nelsonito (N1) é formado principalmente por apatita (55%), magnetita (32%) e por pirocloro (7%), além de tetraferrihogopita (3%) e siderita (1%) (Figura 23b).

4.2 CARACTERIZAÇÃO MINERAL DA ALIMENTAÇÃO DAS PILHAS

As amostras estudadas são referentes à pilha de homogeneização das usinas de beneficiamento mineral de nióbio (minério total), as quais foram submetidos à análise química, difração de raios X, testes de caracterização tecnológica padrão e em casos específicos à análise por microscopia eletrônica de varredura. No total, foram analisadas 79 amostras compostas, que são referentes aos anos de 2019 e 2020, com o objetivo de abranger uma ampla distribuição das características mineralógicas das pilhas que alimentaram as usinas.

4.2.1 Fluorescência de Raios X

Para todas as pilhas de minério aqui caracterizadas foi realizada a análise por fluorescência de raios X. O espectrômetro de fluorescência de raios X do laboratório químico da CMOC analisa os seguintes elementos, convertidos a óxidos (com exceção do S), para a caracterização padrão: SiO₂, TiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, MnO₂, MgO, BaO, SrO, CaO, Na₂O, P₂O₅, Nb₂O₅, Ta₂O₅, PbO, S, ThO₂, U₃O₈.

A alimentação das usinas de nióbio, nos anos de 2019 e 2020, tem como predomínio dois óxidos: de sílica (Si), de cálcio (Ca). Em média, o teor de SiO₂ foi de 21%, variando de 17% a 28%, enquanto os valores de CaO apresentaram média de 20%, com máximo de 23% e mínimo de 16% (Figura 24).

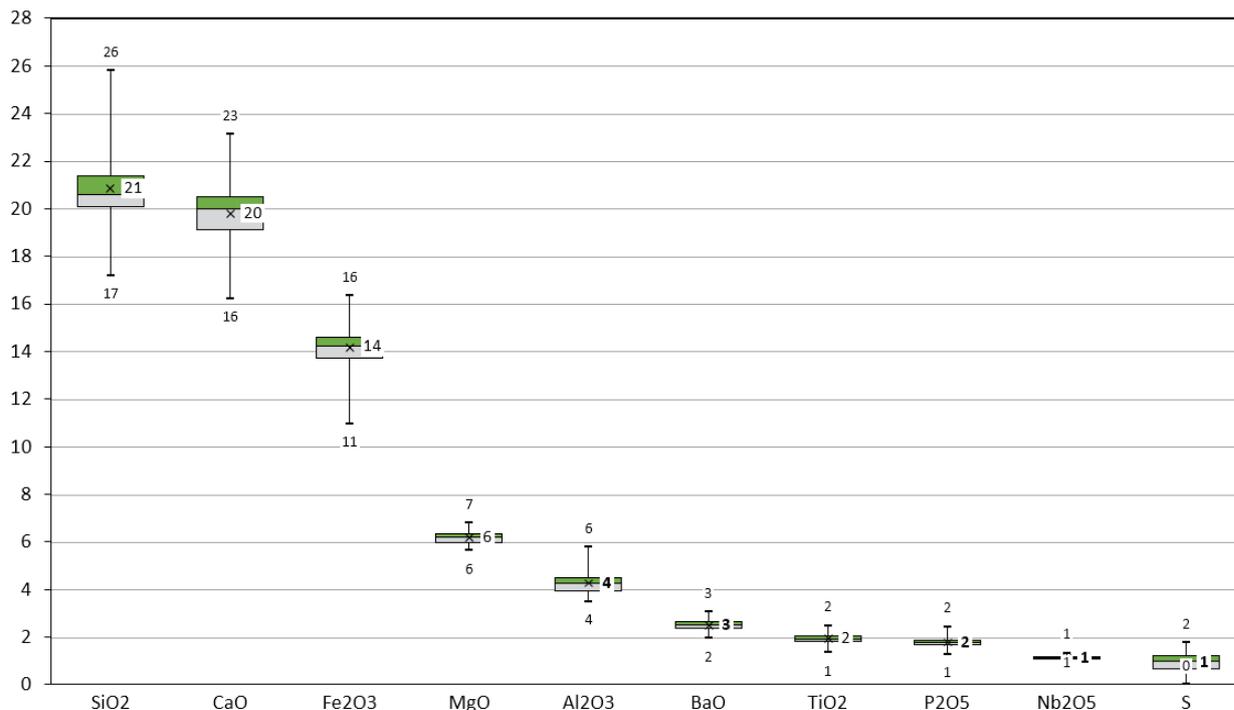


Figura 24- Representação gráfica por boxplot (diagrama de caixa) da composição química das pilhas de alimentação das usinas de nióbio nos anos de 2019 e 2020.

O terceiro óxido mais abundante nas pilhas é o Fe_2O_3 , com média de 14%, e teor de máximo e mínimo variando de 11% a 16%. Outros óxidos com valores relevantes na pilha são MgO e Al_2O_3 , com média de 6% e 4% respectivamente. Também há presença de BaO , TiO_2 , P_2O_5 e S nas pilhas, menos significantes, com conteúdo médio menor que 5%.

O óxido de interesse, Nb_2O_5 , possui média de 1.1% e valor mínimo de 0.9% e máximo de 1.3%. Como se esperava, o óxido de interesse apresenta baixa variabilidade na alimentação das usinas de 2019 e 2020 (Figura 24).

Todos os resultados das análises químicas das pilhas de 2019 e 2020 encontram-se nos anexos I e II, respectivamente. Outrossim, esses dados também foram utilizados para a reconciliação das análises mineralógicas obtidas por difração de raios X.

4.2.2 Identificação das espécies minerais

De acordo com Bertolino et al. (2018), uma caracterização mineralógica de minério não pode deixar de apresentar uma quantificação de seus constituintes, representados pelo mineral valioso e pelos minerais pertencentes à ganga. Assim sendo, foi empregada nesse trabalho a

técnica de difração de raios X a fim de caracterizar as pilhas que alimentam o processo de beneficiamento mineral do nióbio.

Os principais minerais identificados e utilizados para quantificação pela técnica de difração de raios X foram: os minerais micáceos (biotita, flogopita, tetraferiflogopita), feldspatos (ortoclásio, microclínio e plagioclásio), calcita, ankerita/dolomita e magnetita. Outros minerais em menores quantidades são quartzo, anfibólio (actinolita), apatita, outros carbonatos (norsetita, estroncianita, siderita), ilmenita, barita, anatásio, rutilo e o grupo de mineral de maior interesse: pirocloro.

A figura 25 exibe um difratograma característico das amostras da alimentação da usina (minério total) e a identificação específica dos picos relativos às principais fases minerais constituintes das amostras.

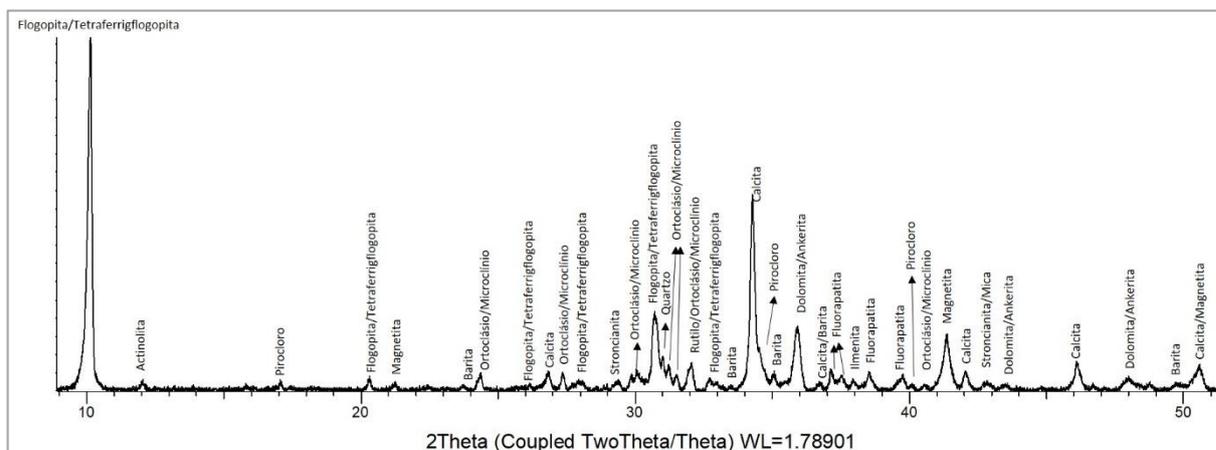


Figura 25 – Difratograma característico das amostras da alimentação das usinas de nióbio nos anos de 2019 e 2020 com a identificação das principais fases cristalinas presente nas amostras e background subtraído.

4.2.3 Quantificação das espécies minerais

As amostras foram quantificadas através de refinamento pelo método de Rietveld. A fim de garantir a qualidade das análises as quantificações alcançaram valores entre 1,27 e 1,45 para o indicador estatístico de *GOF* e entre 3,81 e 4,37 para o *Rwp*. As proporções das fases minerais de cada uma das amostras estão apresentadas na figura 26 e 27 e no anexo (Anexo III e IV).

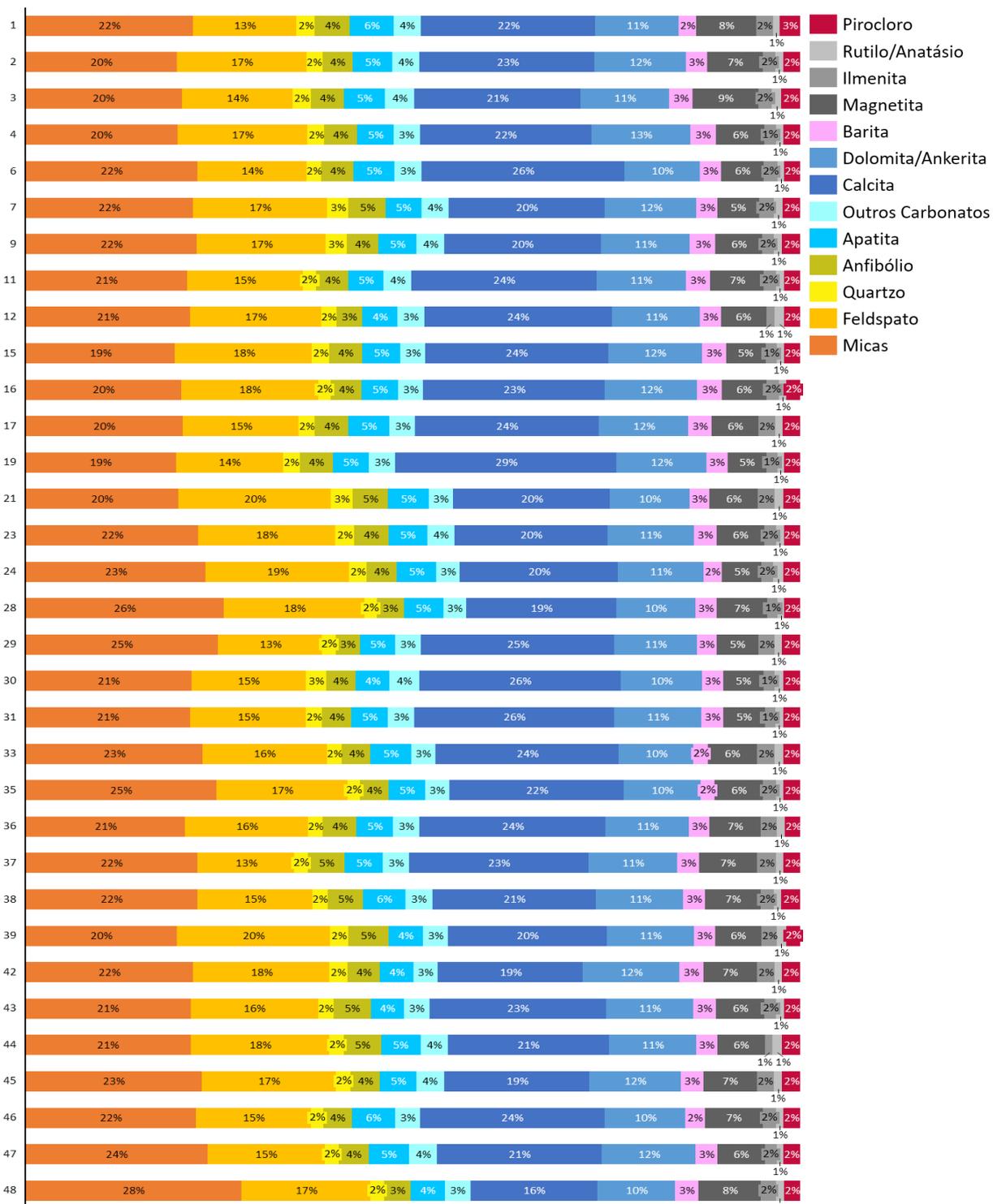


Figura 26 - Quantificação mineral por difração de raios x das amostras de alimentação das usinas em 2019.

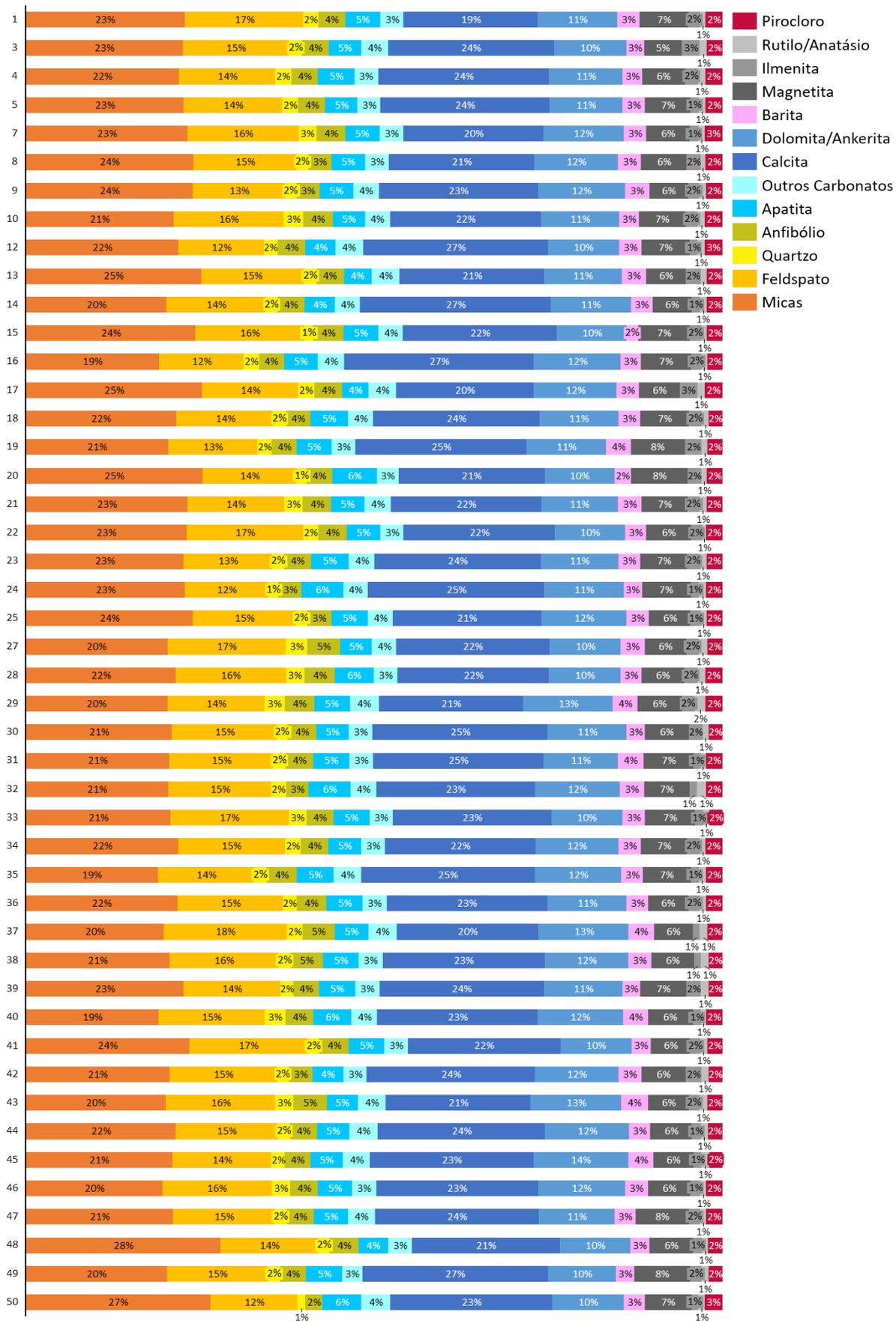


Figura 27 - Quantificação mineral por difração de raios x das amostras de alimentação das usinas em 2020

Os resultados obtidos na quantificação mineral mostraram relativa heterogeneidade na composição mineralógica das pilhas que alimentaram as usinas nos anos de 2019 e 2020 (Figura 28).

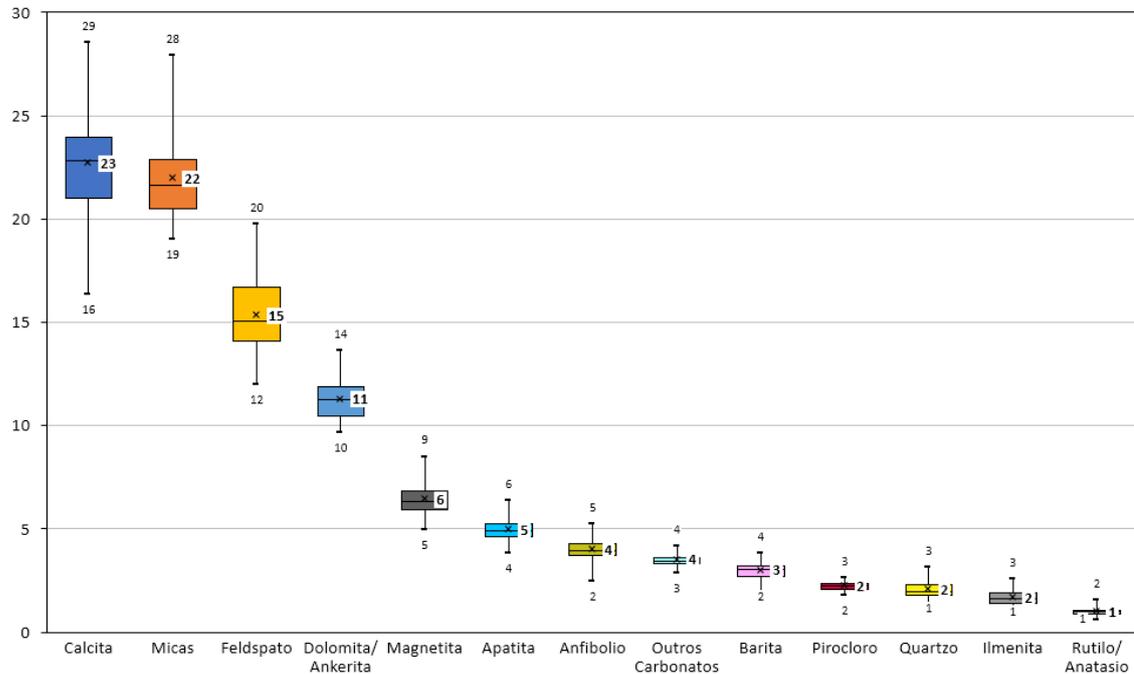


Figura 28 - Representação gráfica por boxplot (diagrama de caixa) da variabilidade no conteúdo das principais espécies minerais presentes nas pilhas de alimentação das usinas de nióbio nos anos de 2019 e 2020.

Em relação aos principais carbonatos, o conteúdo de calcita tem destaque significativo, sendo o mineral mais abundante presente na formação das pilhas. Em média as pilhas foram formadas com 22,7% de calcita, sendo a menor proporção de 16,4% e máxima de 28,5%. Os minerais dolomita/ankerita, difíceis de serem diferenciados por DRX pela proximidade dos picos de difração característicos, também apresentaram proporção expressiva na formação das pilhas, com média de 11,3%, mínima de 9,7% e máxima de 13,6%. Existem outros carbonatos acessórios (siderita, norsetita e estroncianita) os quais no total representaram 3,5% de média na proporção das pilhas, com mínimo de 2,9% e máxima de 4,2%. Com relação aos fosfatos e sulfatos, os mais significativos foram, respectivamente, apatita, com proporção média de 4,9% e mínima de 3,8% e máxima de 6,4%, e a barita, que representou na média 3% nas pilhas, variando entre 1,7% e 3,8%.

Com relação aos silicatos, o grupo de filossilicatos, o qual inclui biotita, flogopita e tetraferroflogopita, foi o predominante nas amostras, variando entre 19% e 28%, com média de 22%, seguido pelo grupo dos feldspatos (ortoclásio) com média de 15% nas pilhas e mínimo de 12% e máxima de 20%. Já o anfibólio teve média de 4% nas pilhas, com mínimo de 2% e

máximo de 5%, e o quartzo foi o menos abundante, com média de 2% nas pilhas, com mínima de 1,2% e máxima de 3,2%.

Outro mineral de destaque na proporção das pilhas foi a magnetita, com média de 6,4% e mínima de 5% e máxima de 8,5%. Além da presença de ilmenita e rutilo/anatásio, com média de 1,7 % e 1% respectivamente. O mineral de interesse, pirocloro, possui pequena proporção na alimentação das pilhas, com média de 2,2% na proporção das pilhas e variando entre 1,8% e 2,7%.

4.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PIROCLORO - MINA BOA VISTA

Foram selecionadas quatro amostras do concentrado final de nióbio da Usina BVFR no ano de 2019 para análise de microsonda eletrônica (EPMA-WDS) dos grãos de pirocloro; as pilhas analisadas foram 06, 21, 25 e 36, e os dados representativos são apresentados na tabela 6. No total, foram realizadas 348 aquisições por WDS, sendo que o fechamento das análises teve média de 96% e nenhum valor de fechamento menor que 90%.

Tabela 6- Composição química e fórmula estrutural com a ocupação atômica de grãos de minerais do grupo do pirocloro das pilhas 06, 21, 25 e 36 (base Σ do sítio B=2).

Amostra	BVFR P6 Conc Final				BVFR P21 Conc Final				BVFR P25 Conc Final				BVFR P36 Conc Final			
	84				87				82				95			
n	Máximo	Mínimo	Média	Desvio Padrão	Máximo	Mínimo	Média	Desvio Padrão	Máximo	Mínimo	Média	Desvio Padrão	Máximo	Mínimo	Média	Desvio Padrão
% peso de óxidos																
Na ₂ O	6.9	3.5	6.2	0.5	6.7	2.1	5.9	0.8	7.0	2.5	5.9	0.9	7.5	2.5	6.1	0.7
Ta ₂ O ₅	0.2	0.0	0.0	0.0	0.5	0.0	0.0	0.1	1.8	0.0	0.1	0.3	0.4	0.0	0.0	0.1
SrO	1.8	0.7	1.1	0.2	1.8	0.3	1.1	0.3	2.0	0.3	1.0	0.3	1.5	0.4	1.0	0.3
Y ₂ O ₃	0.4	0.0	0.1	0.1	0.7	0.0	0.1	0.1	0.4	0.0	0.1	0.1	0.5	0.0	0.1	0.1
Ce ₂ O ₃	3.2	0.5	1.4	0.6	4.0	0.5	1.5	0.9	4.7	0.4	1.5	0.9	4.9	0.6	1.6	0.9
TiO ₂	5.7	2.3	3.9	0.9	7.1	1.9	4.1	1.1	7.9	2.1	4.0	1.2	7.4	1.4	4.0	1.2
BaO	3.5	0.0	0.1	0.5	5.5	0.0	0.2	0.8	3.6	0.0	0.2	0.6	1.6	0.0	0.1	0.2
UO ₂	0.8	0.0	0.1	0.1	3.3	0.0	0.2	0.4	0.7	0.0	0.1	0.1	0.6	0.0	0.1	0.1
ZrO ₂	0.8	0.0	0.1	0.1	0.9	0.0	0.2	0.2	1.8	0.0	0.2	0.3	2.4	0.0	0.2	0.3
CaO	17.7	10.5	15.4	1.1	17.5	10.8	15.1	1.4	17.5	10.3	15.1	1.5	17.2	10.4	15.0	1.3
La ₂ O ₃	0.8	0.2	0.4	0.2	0.9	0.1	0.4	0.2	1.2	0.1	0.4	0.2	1.0	0.2	0.4	0.2
ThO ₂	6.2	0.0	1.4	1.3	7.0	0.1	2.0	1.9	8.2	0.0	1.7	2.1	8.3	0.0	1.8	2.1
PbO	0.3	0.2	0.2	0.0	0.3	0.2	0.2	0.0	0.3	0.2	0.3	0.0	0.3	0.2	0.3	0.0
Nb ₂ O ₅	69.4	59.5	65.3	2.1	69.7	56.9	65.2	2.9	68.9	54.2	64.9	3.1	69.5	56.2	65.2	3.8
FeO	0.7	0.0	0.1	0.1	0.8	0.0	0.1	0.1	0.8	0.0	0.1	0.2	0.5	0.0	0.1	0.1
Sm ₂ O ₃	0.2	0.0	0.0	0.1	0.2	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0
MnO	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0
Nd ₂ O ₃	0.6	0.0	0.2	0.1	0.8	0.0	0.2	0.2	0.7	0.0	0.2	0.2	0.9	0.0	0.2	0.2
Pr ₂ O ₃	0.2	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0
MgO	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
SiO ₂	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.3	0.0	0.0	0.0
Al ₂ O ₃	0.3	0.0	0.0	0.1	0.3	0.0	0.0	0.1	0.3	0.0	0.0	0.1	0.3	0.0	0.0	0.1
F	2.6	0.0	1.1	0.8	2.6	0.0	0.9	0.7	2.6	0.0	0.7	0.7	3.2	0.0	0.8	0.8
F=O	0.0	-1.1	-0.5	0.3	0.0	-1.1	-0.4	0.3	0.0	-1.1	-0.3	0.3	0.0	-1.3	-0.3	0.3
Total	97.9	91.3	96.2	1.0	98.5	92.7	96.5	1.0	97.8	91.9	95.9	1.0	98.3	91.0	96.4	1.2
H2O Total	8.7	2.1	3.8	1.0	7.3	1.5	3.5	1.0	8.1	2.2	4.1	1.0	9.0	1.7	3.6	1.2
Sítio B																
Ti	0.26	0.10	0.18	0.04	0.34	0.09	0.19	0.05	0.38	0.00	0.19	0.06	0.36	0.07	0.19	0.06
Nb	1.90	1.71	1.81	0.05	1.91	1.63	1.81	0.06	1.90	1.57	1.80	0.90	1.93	1.59	1.81	0.06
Ta	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.03	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00
Zr	0.02	0.00	0.00	0.00	0.03	0.00	0.00	0.01	0.05	0.00	0.01	0.01	0.07	0.00	0.01	0.01
Mg	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Si	0.01	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00
Sítio A																
Ca	1.15	0.74	1.01	0.06	1.14	0.72	0.99	0.08	1.14	0.70	1.02	0.18	1.12	0.69	0.99	0.07
Na	0.82	0.45	0.73	0.06	0.79	0.25	0.70	0.09	0.86	0.31	0.70	0.10	0.91	0.30	0.72	0.08
Sr	0.06	0.02	0.04	0.01	0.06	0.01	0.04	0.01	0.07	0.01	0.04	0.01	0.05	0.01	0.03	0.01
Ba	0.09	0.00	0.00	0.01	0.13	0.00	0.01	0.02	0.09	0.00	0.01	0.02	0.04	0.00	0.00	0.01
La	0.02	0.00	0.01	0.00	0.02	0.00	0.01	0.00	0.03	0.00	0.01	0.01	0.02	0.00	0.01	0.00
Ce	0.08	0.01	0.03	0.02	0.10	0.01	0.04	0.02	0.12	0.01	0.12	0.03	0.12	0.01	0.04	0.02
Nd	0.01	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.01	0.00
Pb	0.01	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00
Th	0.09	0.00	0.02	0.02	0.10	0.00	0.03	0.03	0.12	0.00	0.03	0.04	0.12	0.00	0.03	0.03
U	0.01	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.01	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00
Fe	0.04	0.00	0.00	0.01	0.04	0.00	0.01	0.01	0.04	0.00	0.01	0.01	0.03	0.00	0.01	0.00
Sm	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Mn	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00
Pr	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Y	0.01	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00
Al	0.02	0.00	0.00	0.01	0.02	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00
Sítio Y																
O	0.53	0.14	0.37	0.08	0.52	0.07	0.36	0.08	0.54	0.20	0.38	0.07	0.53	0.08	0.37	0.09
H ₂ O	0.68	0.24	0.42	0.09	0.93	0.24	0.47	0.12	0.79	0.24	0.49	0.11	0.92	0.22	0.47	0.10
F	0.51	0.00	0.21	0.15	0.51	0.00	0.17	0.14	0.50	0.00	0.13	0.14	0.61	0.00	0.16	0.15
Sítio X																
O	6.00	6.00	6.00	0.00	6.00	6.00	6.00	0.00	6.00	6.00	6.00	0.00	6.00	6.00	6.00	0.00

Em termos gerais, os cristais de pirocloro analisados neste trabalho apresentaram conteúdo de Nb_2O_5 variando de 54% a 70% em peso, sendo a média de 65%. Com relação aos outros óxidos analisados, observam-se pequenas variações: CaO (10,3% a 17,7%), NaO (2,1% a 7,5 %); TiO_2 (1,4% a 7,9%); BaO (0% a 5,5%), ThO_2 (0 – 8,3%) e UO_2 (0 – 3,25%) e Ta_2O_5 (0 a 1,8%) (Tabela 6).

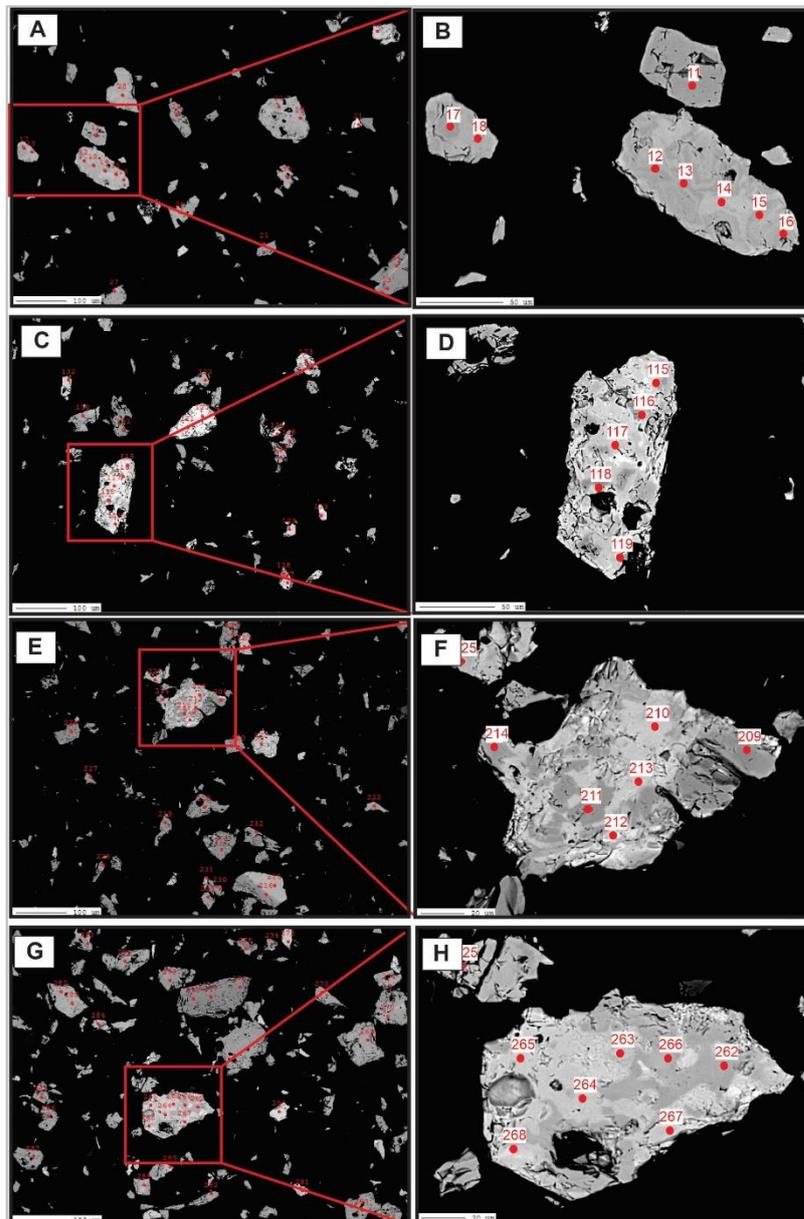


Figura 29 - Imagens de elétrons retroespalhados de grãos de minerais do grupo do pirocloro. A) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 06 B) detalhe do retângulo vermelho da imagem anterior destacando os grãos límpidos, com suave variabilidade na tonalidade de cinza. C) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 21 D) detalhe dos cristais de pirocloro, alterado, com diferentes tonalidades de cinza, área mais claras, ricas em ETR e regiões mais escuras E) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 25 F) pormenor do retângulo vermelho com destaque para a diferença composicional entre as regiões claras e escuras G) Imagem geral dos grãos de pirocloro da pilha 36 H) área ampliada demonstra cristais de pirocloro.

As análises por microsonda eletrônica evidenciam a heterogeneidade dos cristais de pirocloro (Figura 29). Quanto maior o número atômico do elemento químico, a área será mais clara e brilhante. A diferença dos tons de cinza na imagem é decorrente da variação composicional do mineral de interesse, principalmente no que diz respeito aos teores de ThO_2 (0–8,3%). Nestes exemplos, as imagens as regiões mais escuras correspondem aos teores mais elevados de Ca, Na, Nb enquanto as porções mais claras são interpretadas como áreas com maiores conteúdos de Th e Ce.

4.3.1 Pilha 06

Os cristais de pirocloro da pilha 06 possuem pequenas variações na proporção dos elementos. O sítio B contém como cátion dominante Nb (1,71 a 1,90 *apfu* – átomos por unidade de fórmula, no inglês) seguido por Ti (0,10 a 0,26 *apfu*). A posição A é ocupada principalmente por Ca (0,74 a 1,15 *apfu*) e Na (0,45 a 0,82 *apfu*) e em quantidades menores por Th (0,00 a 0,09 *apfu*), Ce (0,01 a 0,08 *apfu*) e Sr (0,02 a 0,06 *apfu*). Na posição X, o valor de ocupação de O é de 6 *apfu* e na posição Y, F ocupa menos da metade da posição (0,00 a 0,51 *apfu*) (Figura 30).

Nas imagens das análises por microsonda eletrônica (Figura 29 A e B) observa-se que os cristais de pirocloro apresentam pequena variação no tom de cinza, sendo os cristais relativamente homogêneos e límpidos.

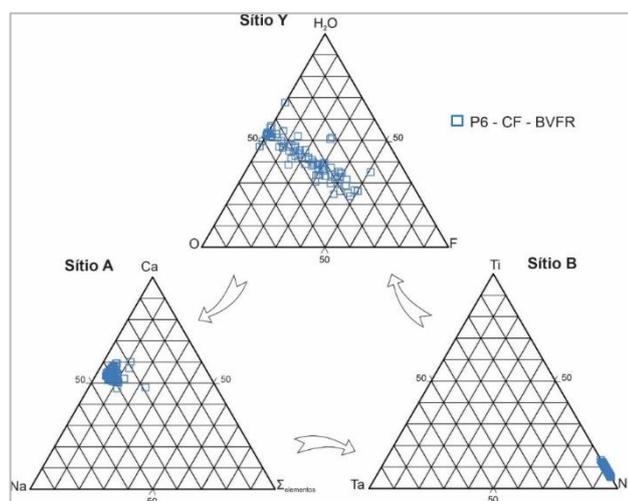


Figura 30 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 06/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 84 aquisições de EPMA - WDS.

4.3.2 Pilha 21

Na pilha 21, de acordo com as análises realizadas por EPMA o pirocloro apresenta Nb (1,63 a 1,81 *apfu*) como cátion dominante na posição B, seguido por Ti (0,09 a 0,19 *apfu*). A posição A é ocupada de maneira dominante por Ca (0,72 a 0,99 *apfu*) e Na (0,25 a 0,70 *apfu*) e em quantidades menores por Sr (0,01 a 0,04 *apfu*), Ce (0,01 a 0,04 *apfu*) e Th (0 a 0,03 *apfu*) (Figura 31).

Os minerais do grupo do pirocloro mostraram-se extremamente alterados e com zonação composicional irregular, onde as porções mais escuras apresentam menor conteúdo de tório e cério (Figura 29 C e D).

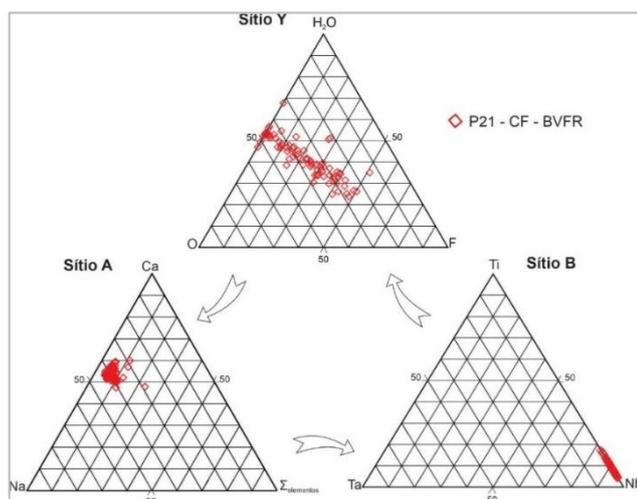


Figura 31 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 21/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 87 aquisições de EPMA-WDS.

4.3.3 Pilha 25

Os cristais de pirocloro da pilha 25, na posição B, também contém como cátion predominante Nb (1,57 a 1,90 *apfu*) e em menor proporção de Ti (0 a 0,38 *apfu*). Os principais cátions da posição A são de Ca (0,7 a 1,14 *apfu*), seguido por Na (0,31 a 0,86 *apfu*) e em menores quantidades por Ce (0,10 a 0,12 *apfu*), Th (0 a 0,12 *apfu*) e Sr (0,07 a 0,01 *apfu*). Na posição X, o valor de ocupação de O é de 6 *apfu* e na posição Y o F predomina (0,00 a 0,50 *apfu*) (Figura 32).

As imagens (Figura 29 E e F) dos minerais do grupo do pirocloro, com destaque as grãos que mostram elevada porosidade e alteração, além da variação composicional expressa por diversas porções cinza clara e cinza escura.

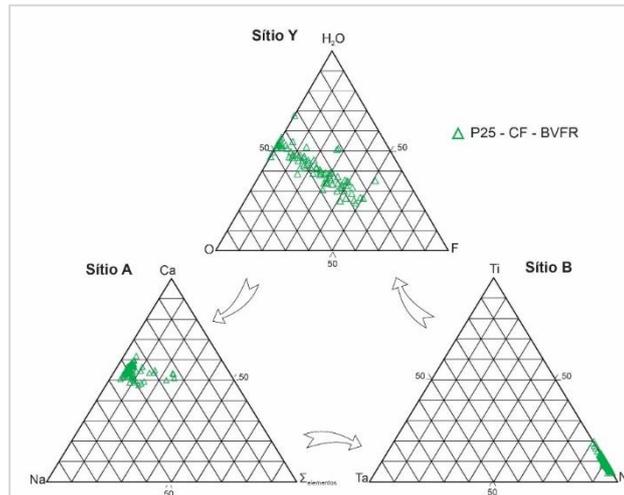


Figura 32 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 25/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 82 aquisições de EPMA-WDS.

4.3.4 Pilha 36

Assim, como as pilhas anteriores, as análises indicaram que na pilha 36 o cátion dominante na posição B é o Nb (1,59 a 1,93 *apfu*) seguido por Ti (0,07 a 0,36 *apfu*). A posição A é ocupada por Ca (0,69 a 1,12 *apfu*), Na (0,30 a 0,91 *apfu*) e em quantidades menores por Ce (0,01 a 0,12 *apfu*), Th (0 a 0,12 *apfu*), Sr (0,01 a 0,05 *apfu*) (Figura 33).

Os grãos dessa pilha, assim como nas pilhas anteriores, apresentam-se fortemente alterados, com diferença nas tonalidades de cinza indicando variabilidade nos elementos químicos presentes, nas quais as regiões mais claras são enriquecidas em U, Th e ETR (Figura 29 G e H).

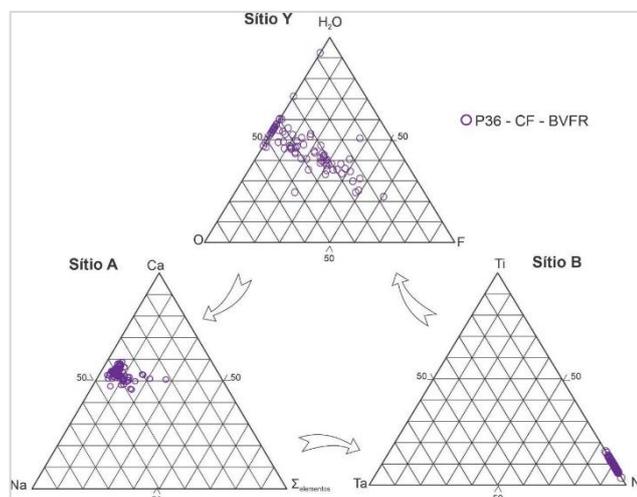


Figura 33 - Gráficos ternários de ocupação dos sítios Y, A e B para os grãos de pirocloro presente no concentrado final de nióbio da pilha 36/2019 da Usina BVFR. No total foram realizadas 82 aquisições de EPMA-WDS.

4.4 ENSAIOS DE BANCADA OU CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

4.4.1 Desempenho metalúrgico

Os ensaios de bancada ou caracterização tecnológica são realizadas no laboratório metalúrgico para todas as pilhas que irão alimentar as usinas e tem como ponto de amostragem a pilha de homogeneização (Figura 10). Os testes são padrão e, portanto, executados com a mesma massa de alimentação, os mesmos equipamentos, além de manter os depressores, coletores e pH. Os ensaios têm como objetivo fornecer informação prévia a respeito das dificuldades e oportunidades durante a concentração mineral da pilha que irá alimentar as usinas.

Com o intuito de entender o desempenho dos ensaios de bancada, foram avaliados alguns dos indicadores-chave para a concentração mineral, como: recuperação global; perdas de Nb_2O_5 nas etapas e o valor de contaminante no concentrado final.

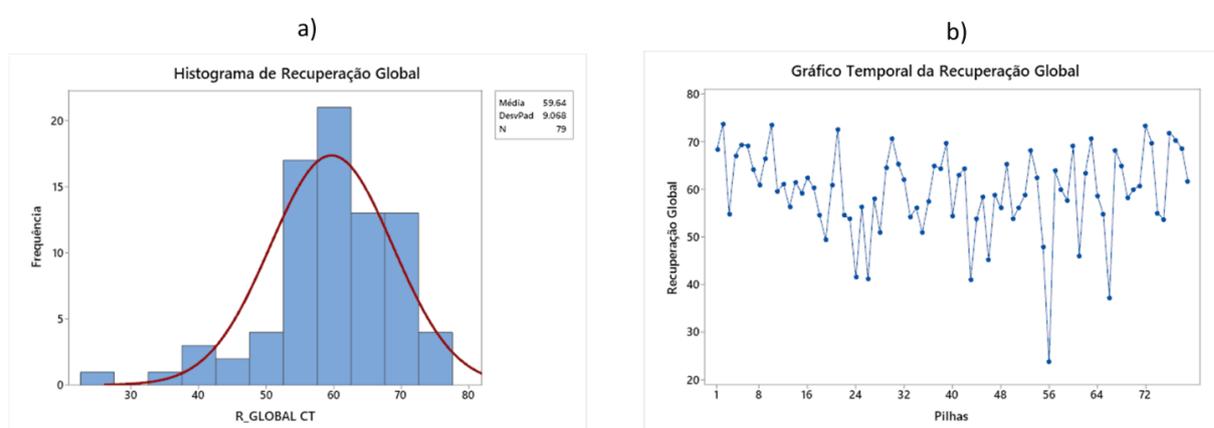


Figura 34 - a) Histograma dos valores de recuperação global dos testes de caracterização tecnológica. b) Gráfico temporal da variabilidade de recuperação global ao longo das pilhas.

Um dos indicadores mais importante é a recuperação global do processo, com meta acima de 50%. Na média as pilhas caracterizadas apresentaram valor de 59.6% de recuperação, com o melhor resultado igual a 73.7% e o pior resultado de 23.7% (Figura 34a). Como é possível constatar na figura 34b, a recuperação metalúrgica possui alta variabilidade e é irregular, com resultados altamente discrepantes entre as pilhas ao longo do tempo.

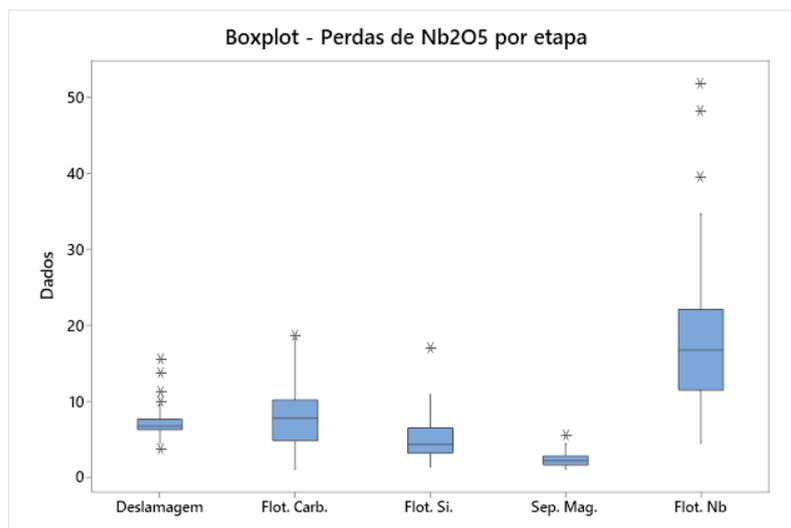


Figura 35- Boxplot das perdas de Nb₂O₅ em todas as etapas de caracterização tecnológica

Outro parâmetro relevante avaliado são as perdas ao longo do processo de concentração mineral. Para as pilhas analisadas, verificou-se que as maiores perdas de Nb₂O₅ estão na flotação de nióbio, com média de 18% de perda (Figura 35). Na sequência está a perda na flotação de carbonato, com média de 7,8%, seguida pela etapa de deslamagem, com média de 7,2%. As etapas que tiveram as menores perdas foram a flotação de sílica, com média de 5% e separação magnética, com média de 2,2%. Da mesma maneira que os valores de recuperação, a perda em cada etapa do processo possui alta variabilidade.

Além dos parâmetros de processo, há outros indicadores que devem ser considerados na avaliação do desempenho dos testes de bancada, como é o caso dos contaminantes. Os valores de especificação de alguns elementos indesejáveis devem ser atendidos para que a cadeia produtiva e a qualidade do produto não sejam impactadas. Um dos óxidos que possui restrição é SiO₂. De acordo com a especificação interna um concentrado final de pirocloro não pode ultrapassar o valor de 3% de SiO₂. Contudo, os dados demonstram que a maioria dos resultados não atendem às especificações, ou seja, o valor de SiO₂ no concentrado final da flotação de nióbio está acima do limite especificado, com média de 5,13% (Figura 36a) e os valores possuem alta variabilidade ao longo do tempo, de pilha a pilha (Figura 36b).

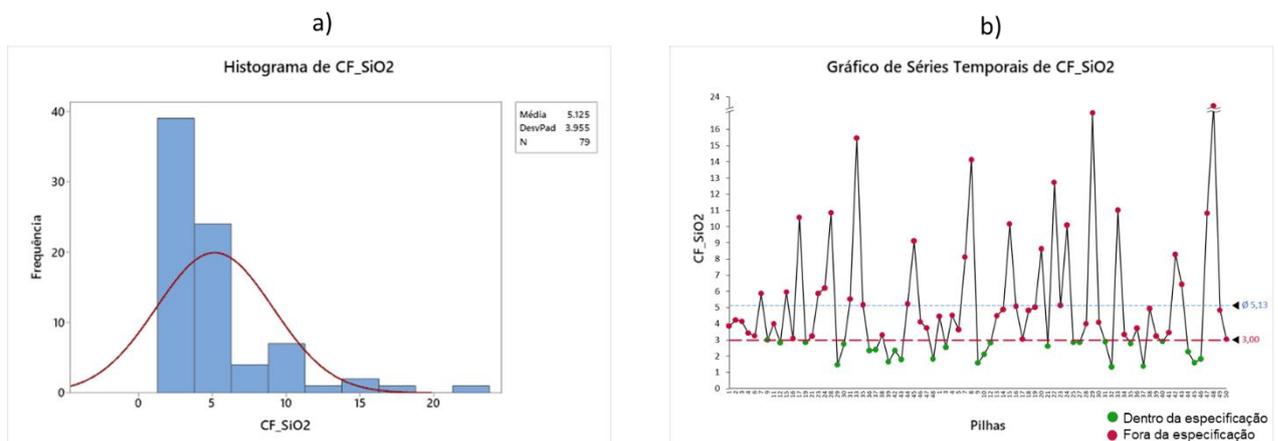


Figura 36 - a) Histograma dos valores de SiO₂ no concentrado final de nióbio. b) Gráfico temporal da variabilidade nos teores de SiO₂ no concentrado final ao longo das pilhas.

4.4.2 Estudo de Caso

Para ampliar este estudo e avaliar o impacto da mineralogia frente ao processo de beneficiamento mineral de nióbio analisou-se, por microscopia eletrônica de varredura, algumas etapas fundamentais no processo de concentração.

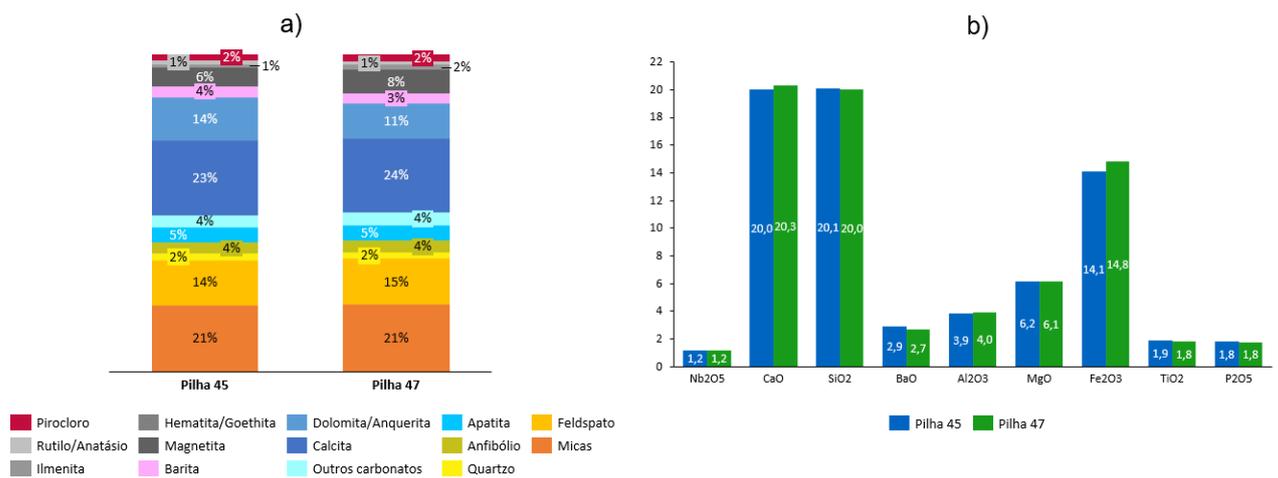


Figura 37 – Dados mineralógicos e químicos das amostras da alimentação dos ensaios de caracterização das pilhas 45 e 47 a) Composição mineralógica por difração de raios X; b) Resultado químico por fluorescência de raios X.

Contudo, devido à quantidade de pilhas avaliadas durante esses 2 anos (2019 e 2020) houve a necessidade de selecionar algumas, de modo a viabilizar o presente estudo. Assim, foram selecionadas duas pilhas do ano de 2020, pilha 45 e 47, por apresentarem resultados químicos e proporção dos minerais na alimentação semelhantes e grande diferença nos valores das recuperações globais (Figura 37 a e b).

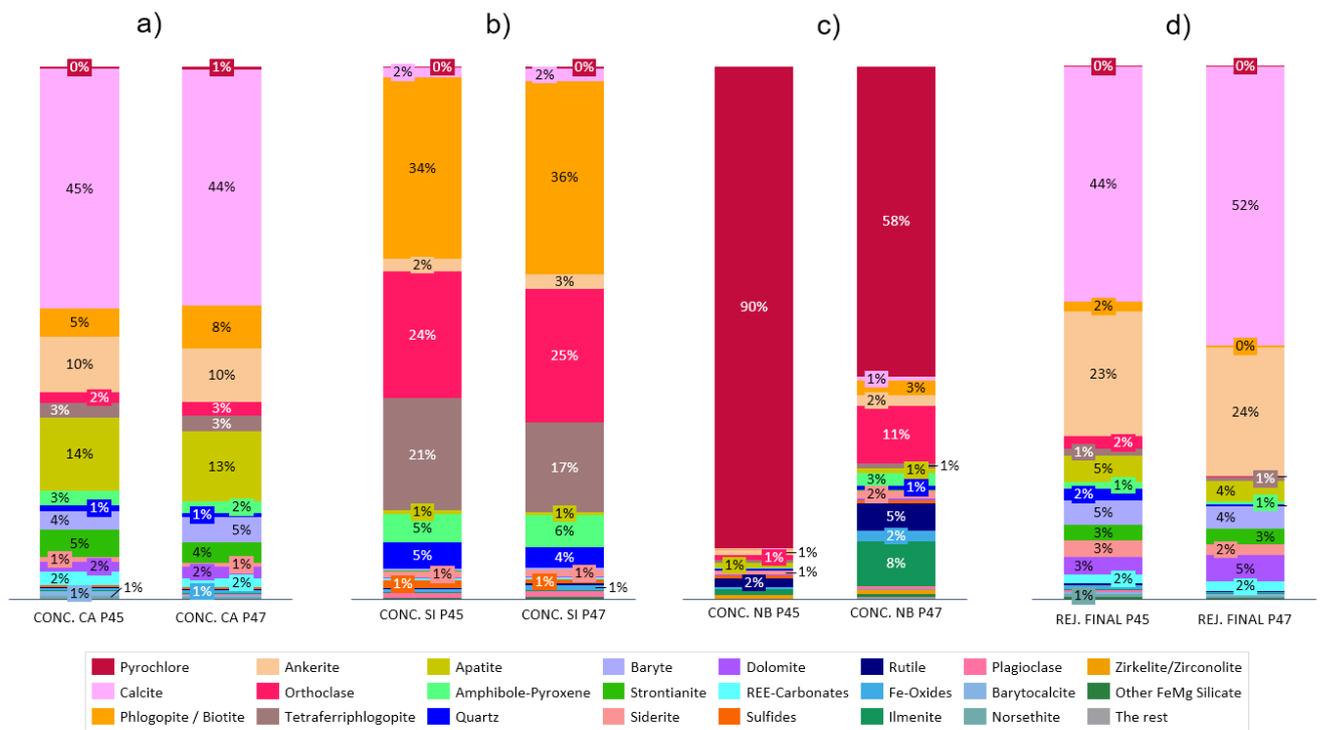


Figura 38 - Composição modal por meio de mineralogia quantitativa automatizada (MEV/EDS) das principais etapas do processo de concentração de nióbio das pilhas 45 e 47 de 2020. a) Mineralogia do concentrado da flotação carbonato; b) Mineralogia do concentrado da flotação de silicato; c) Mineralogia do concentrado da flotação de pirocloro; d) Mineralogia do rejeito da flotação de pirocloro.

A técnica de flotação é uma das operações mais efetivas no beneficiamento mineral. No processo de concentração mineral do pirocloro há três etapas de flotação, as duas primeiras são flotações reversas, flotação de carbonato e de silicato, e a última flotação é direta, flotação de pirocloro, na qual há concentração do mineral de interesse, pirocloro. Com a finalidade de melhor compreender o comportamento mineralógico ao longo do processo foram analisadas as seguintes amostras: concentrado da flotação de carbonato (Figura 38a), concentrado da flotação de silicatos (Figura 38b), concentrado final de nióbio (Figura 38c) e rejeito final de nióbio (Figura 38d).

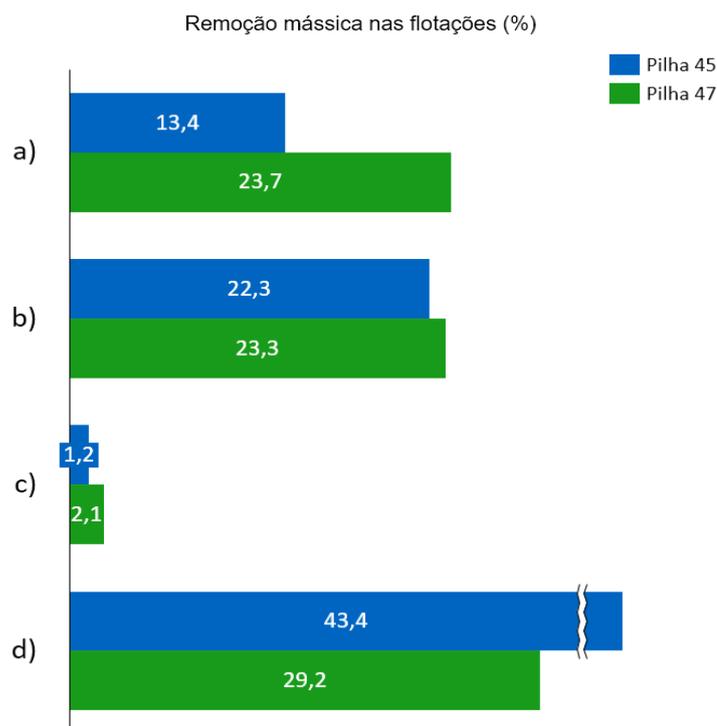


Figura 40 - Remoção mássica nos concentrados das flotações realizados nos testes de caracterização tecnológica padrão realizado nas pilhas 45 e 47, de 2020. a) Remoção mássica do concentrado da flotação de carbonatos; b) Remoção mássica do concentrado da flotação de silicatos; c) Remoção mássica do concentrado da flotação de pirocloro; d) Remoção mássica do rejeito da flotação de pirocloro.

Na figura 38a é possível verificar a mineralogia do primeiro concentrado do circuito de flotações - flotação de carbonato, a qual tem como finalidade retirar os minerais carbonatos que são indesejados no processo. Os principais minerais que foram para o concentrado da flotação de carbonato nas duas pilhas são: calcita, dolomita/ankerita, apatita, barita e outros carbonatos, além de minerais ricos em sílica, como os filossilicatos (flogopita, biotita, tetraferroflogopita) e feldspatos (Figura 38 a e 39 a). Embora a proporção mineralógica do concentrado da flotação de carbonato nas duas pilhas (45 e 47) seja relativamente semelhante, observou-se pequena diferença na proporção de filossilicatos, onde a pilha 47 removeu 3% mais micas do que a pilha 45 no concentrado de carbonato. Contudo, a remoção mássica na flotação de carbonato apresentou valores distintos, a pilha 45 removeu 13,4% em massa, contra 23,7% em massa na pilha 47 (Figura 40 a).

A segunda etapa de processo é flotação de silicatos, cujo objetivo é eliminar os minerais silicáticos do processo de concentração mineral. Com relação a mineralogia, o concentrado de silicato das duas pilhas apresentou proporção mineralógica semelhante e os principais minerais presentes são micas (flogopita, biotita, tetraferroflogopita), seguidas por feldspatos, anfibólio e quartzo (Figura 38b e 39b). Comparando o concentrado da flotação de sílica das duas pilhas

observa-se que a remoção mássica nas duas pilhas foi semelhante, 22,3% pilha 45 e 23,3% na pilha 47 (Figura 40 b).

Diferente das etapas anteriores, a flotação de nióbio apresentou significativa diferença no conteúdo mineralógico e na distribuição mássica entre as pilhas 45 e 47, tanto no concentrado quanto no rejeito. O mineral predominante no concentrado da flotação de nióbio é o pirocloro (principal portador de Nb_2O_5), contudo existe uma discrepância entre a proporção do mesmo em cada uma das pilhas. Na pilha 45, cerca de 90% da amostra é composta por pirocloro, enquanto na pilha 47 ele representa apenas 58% do total (Figura 38c e 39c). Adicionalmente, outros dois minerais também apresentaram porcentagem expressivamente diferentes entre as pilhas no concentrado final de nióbio: o feldspato e a ilmenita. O feldspato nessa etapa na pilha 45 representa apenas 1% do total da amostra, contra 11% da pilha 47; com relação a ilmenita, na pilha 45 representava cerca de 1% da amostra, já na pilha 47 a ilmenita representa 8% da amostra (Figura 38c e 39c). Ou seja, embora as proporções mineralógicas na alimentação das duas pilhas sejam semelhantes, a pilha 47 possui mais contaminantes (feldspato e ilmenita) na última etapa, concentrado de nióbio, do que a pilha 45.

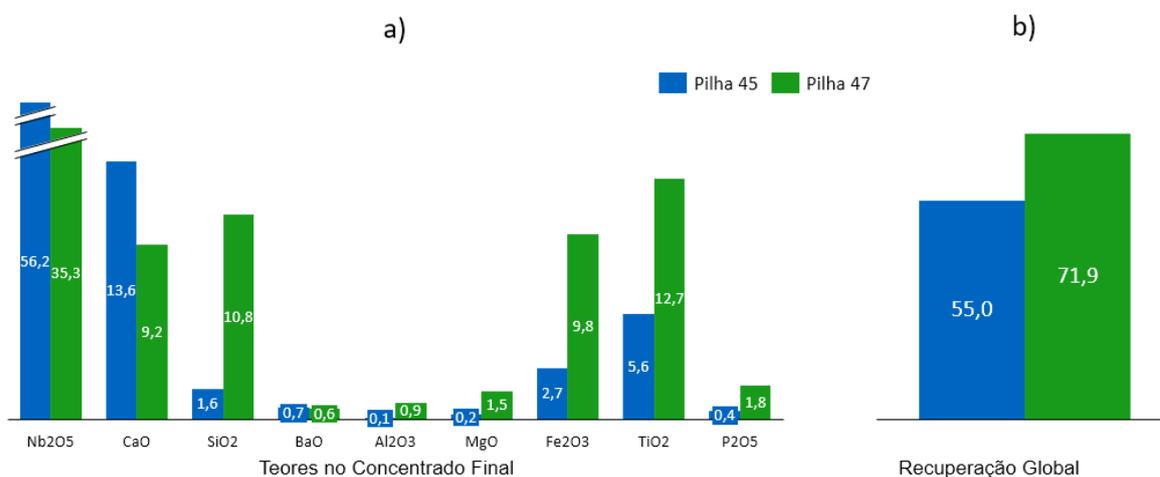


Figura 41 – a) Resultado dos dados dos elementos químicos por fluorescência de raios X b) Valores de recuperação global/metalúrgica no concentrado final da flotação de pirocloro das pilhas 45 e 47 do ano de 2020.

A recuperação mássica no concentrado final de nióbio também mostrou grande diferença, a pilha 45 extraiu 1,2% de massa ao passo que a pilha 47 removeu quase o dobro, com 2,1% de distribuição mássica nessa etapa (Figura 40c). Os teores dos elementos químicos no concentrado final também apresentaram ampla diferença entre as pilhas 45 e 47, os teores de Nb_2O_5 e CaO são maiores na pilha 45 e em contrapartida os valores de SiO_2 , Fe_2O_3 e TiO_2 são superiores na pilha 47 (Figura 41a).

A mineralogia do rejeito da flotação de nióbio tem como principais constituintes: calcita, ankerita, dolomita, outros carbonatos (estroncianita, siderita e norsetita) e barita. No entanto, há diferença com relação a proporção de calcita e dos minerais silicáticos que compõe o rejeito. Na pilha 45 há menor presença de calcita e maior de micas, feldspato e quartzo, enquanto na pilha 47 o conteúdo de calcita é maior e praticamente não há presença dos minerais micáceos, feldspato e quartzo (Figura 38d e 39d). Com relação a distribuição mássica, nota-se que a pilha 45 perdeu massa em excesso nessa etapa, uma vez que removido 43,4% contrasta com a pilha 47, a qual levou apenas 29,2% de massa (Figura 40d).

Em resumo, embora o conteúdo de pirocloro presente no concentrado final na pilha 45 seja maior do que na pilha 47, o fato da pilha 45 ter extraído pouca massa, fez com que o valor de recuperação global da pilha 45 fosse menor do que a pilha 47 (Figura 41b). A próxima etapa da linha de produção da liga ferro-nióbio, é a lixiviação e há especificações de alguns elementos químicos que devem ser respeitados para não impactar na qualidade da liga de ferro-nióbio, são esses: valores de Nb_2O_5 maior que 52% e os valores de contaminantes de SiO_2 , TiO_2 e P_2O_5 respectivamente menores que 3%, 6.5% e 0.4%. A pilha 45 apresentou um concentrado final dentro dos requisitos químicos solicitado pelo cliente, em contrapartida, a pilha 47, os minerais contaminantes (feldspato, ilmenita) foram movidos erroneamente para o concentrado, e consequentemente os valores de SiO_2 e TiO_2 ficaram fora da especificação necessária para dar continuidade no processo de concentração mineral (Figura 38c e 39c).

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Como parte do objetivo deste trabalho, nesse item é apresentado:

- Comparação das principais rochas aqui descritas com as atuais referências sobre a geologia do depósito sul do Complexo de Catalão II;
- Caracterização mineralógica da alimentação das usinas, a fim de conhecer a assinatura padrão dos minerais nas pilhas homogeneizadas;
- Associação entre os principais minerais identificados na alimentação das usinas e suas prováveis origens com relação aos tipos litológicos presentes na Mina Boa Vista;
- Correlações entre os resultados de análises químicas por fluorescência de raios X (elementos maiores) com os valores das composições mineralógicas obtidas para os maiores constituintes das amostras, através de difração de raios X com o método de Rietveld, visando a garantir a veracidade e precisão dos resultados esta última ferramenta;
- Relação entre a mineralogia e o processo de beneficiamento mineral;
- Comparação da composição química do pirocloro do concentrado final da flotação de nióbio do depósito de rocha fresca com os dados de composição química do pirocloro descritos por Guarino et al., (2017);
- Avaliação do desempenho metalúrgico nos testes de bancada.

5.1 COMPARAÇÃO COM A LITERATURA DA CARACTERIZAÇÃO DOS PRINCIPAIS TIPOS DE ROCHA PRESENTE NA ÁREA SUL DE CATALÃO II

A parte sul do complexo carbonatítico alcalino de Catalão II, no qual o depósito da Mina Boa Vista está inserido, exibe um sistema de corpos intrusivos na forma de enxame de diques e veios de dimensões variadas de rochas alcalinas encaixadas em rochas metavulcano-sedimentares fenitizadas. Machado Junior (1992) estudou os diferentes tipos litológicos, tanto da área norte quanto da área sul do complexo, com amostras provenientes de 6 furos de sondagens e descreveu uma variedade de rochas presente no depósito. Posteriormente, Palmieri (2011) também apresentou um conjunto de dados sobre as rochas do depósito, com foco no depósito do Morro do Padre, localizado na área sul do complexo. Tendo esses dois trabalhos em vista, realizou-se uma breve comparação entre rochas apresentados durante esse trabalho de pesquisa com os trabalhos citados acima.

De modo geral as rochas estudadas e analisadas neste trabalho também foram descritas nos trabalhos de Machado Junior (1992), o qual detalhou a ocorrência de rochas encaixantes fenitizadas e ressaltou que os sinais mais evidentes de fenitização provém da área sul do complexo, área foco deste trabalho. Em complemento, Machado Junior (1992) deixa claro que há heterogeneidade nos litotipos que estiveram sujeitos à fenitização, assim como foi observado nesse estudo. Assim sendo, individualizou-se os fenitos em dois grandes grupos: fenito 1, rocha com bandamento evidente e rico em feldspato e fenito 2, rocha maciça, com grande presença de feldspatos e biotita/flogopita. Provavelmente, os protólitos das rochas que passaram pelo fenitização são as rochas metapelíticas do Grupo Araxá.

Com relação as rochas carbonatíticas, tanto Machado Junior (1992) quanto Palmieiri (2011) identificaram e descreveram diferentes tipos de carbonatitos. Um carbonatito de cor branca, maciço, composto por grande proporção de calcita e com presença de sulfetos, e um segundo carbonatito de coloração rósea, com grande distribuição na parte sul, composto por calcita, ankerita, dolomita, carbonato de terra raras, quartzo e barita. Neste trabalho os carbonatitos também foram individualizados em dois grandes grupos: carbonatito 1, rocha branca, maciça, rica em calcita, e carbonatito 2, rocha porosa, acastanhada e rica em ankerita/dolomita. Em complemento, os trabalhos anteriores também evidenciaram a presença de uma rocha maciça, de coloração escura de textura porfirítica em uma matriz afanítica e identificado fenocristais de olivina e flogopita, reconhecida e descrita nesse trabalho como flogopita-picrito.

No que concerne à rocha mineralizada de nióbio, Machado Junior (1992) e Palmieri (2011) as identificaram e as descreveram em pormenor. Machado Junior (1992) identificou a rocha no perfil de alteração e explicita a associação mineralógica, no qual define que é formada por magnetita, ilmenita, apatita, flogopita, carbonatos e o mineral de minério pirocloro. Esse mesmo autor ressalva a presença de uma rocha mineralizada no “*pipe* sul” com maior presença de flogopita e ilmenita do que na área norte.

Segundo Palmieri (2011), no depósito do Morro do Padre, o minério de nióbio está contido em nelsonitos e pseudonelsonitos, sendo o nelsonito (N1) rico em apatita, de granulação mais fina e muitas vezes com textura granular homogênea, e o pseudonelsonito (N2), mais abundante, de granulação grossa, rico em flogopita e magnetita, com pirocloro e contém quantidades variáveis de calcopirita, além de ser pobre em apatita e rico em flogopita ou magnetita.

Assim como observado para o depósito do Morro do Padre, a Mina Boa Vista também apresenta dois tipos distintos da rocha mineralizada e neste presente trabalho é empregado a mesma nomenclatura utilizada por Palmieri (2011) e que ainda é utilizada pela equipe de geólogos da operação de mina. Assim sendo, as duas rochas mineralizadas descritas nesse trabalho são apatita nelsonito e pseudonelsonito. O apatita nelsonito é uma rocha inequigranular, com granulação média e composta essencialmente por apatita, magnetita e pirocloro, já o pseudonelsonito é uma rocha de granulação média a grossa, constituída basicamente por magnetita, tetraferroflogopita, ilmenita e pirocloro.

Dessa forma, as principais rochas no depósito da Mina Boa Vista, parte sul de Catalão II, são: fenito 1, fenito 2, carbonatito 1, carbonatito 2, nelsonito 1, nelsonito 2 e picrito e foram identificadas e descritas anteriormente pelos autores Machado Junior (1992) e Palmieri (2011).

5.2 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DA ALIMENTAÇÃO DAS USINAS E SUA VARIABILIDADE

Sabendo-se que as operações de concentração se baseiam nas diferenças de propriedades entre o mineral de interesse (pirocloro) e os minerais de ganga, conhecer as proporções das fases minerais é fundamental para dar previsibilidade e otimizar o desempenho do processo de concentração mineral. Á vista disso, a assinatura média do conteúdo dos minerais alimentados das usinas de nióbio é de 23% de calcita, 22% de micas, 15% de feldspato, 11% de dolomita/ankerita, 6% de magnetita, 5% de apatita, 4% de anfibólio, 4% de outros carbonatos, 3% de barita, 2% de pirocloro, 2% de quartzo, 2% ilmenita e 1% de rutilo/anatásio.

Conforme evidenciado anteriormente, constatou-se que alguns minerais exibiram elevada diferença entre os valores do maior e menor conteúdo durante esses dois anos de acompanhamento mineralógico da alimentação das usinas. Os minerais que apresentaram maior variabilidade foram: calcita, filossilicatos, feldspatos, ankerita/dolomita e magnetita (Figura 42).

Tal fato pode ser compreendido porque, tradicionalmente, o plano de lavra é baseado na especificação do teor químico de interesse, e a principal meta na formação das pilhas é garantir que os teores de Nb_2O_5 sejam constantes. Outros elementos maiores, como CaO e SiO_2 , possuem maior tolerância na média da formação da pilha. A definição exata nos teores dos elementos subordinados varia a depender da negociação entre a liderança e estratégia da

empresa. Deste modo, tal procedimento permite flutuações nos teores dos elementos químicos e, por consequência, fomenta a variabilidade do conteúdo mineral ao longo do ano.

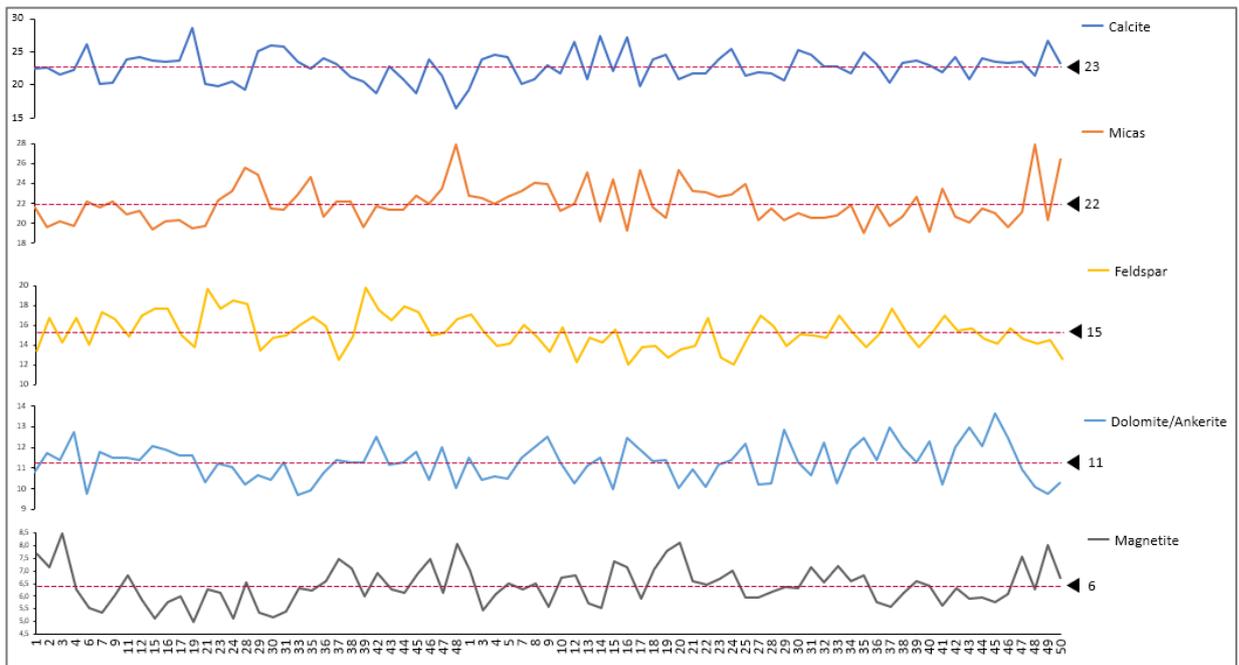


Figura 42- Variabilidade dos principais minerais presentes nas pilhas de homogeneização ao longo dos anos de 2019 e 2020

Em outras palavras, a metodologia utilizada tradicionalmente na formação das pilhas, somente com análises químicas, permite relativa oscilação na composição mineralógica da alimentação da usina a cada pilha. Tal instabilidade no conteúdo mineral é decisiva para o maior tempo na definição dos parâmetros de processo e na estabilização operacional das usinas, fatores que certamente causam prejuízo no desempenho metalúrgico do beneficiamento mineral.

Para facilitar a visualização da assinatura mineralógica na alimentação das pilhas e relacionar o seu conteúdo com o processo de beneficiamento, os minerais foram agrupados de acordo com suas semelhanças químicas e afinidade de remoção durante o processo de concentração de nióbio: os minerais com origem nas rochas alcalinas foram agrupados por domínio de carbonatos, fosfatos e sulfatos (calcita, dolomita, ankerita, barita, apatita, estroncianita, norsetita, siderita); os minerais predominantes das rochas encaixantes foram agrupados no domínio de minerais silicáticos: feldspatos, anfibólio, quartzo, minerais micáceos (biotita, flogopita e tetraferroflogopita); os minerais rico em ferro e titânio, foram agrupados no domínio de óxido de ferro e titânio (magnetita, ilmenita, rutilo e anatásio) e o mineral de interesse ficou individualizado, como pirocloro. Na figura 43 e 44 é possível observar as alimentações das pilhas de 2019 e 2020 com os minerais agrupados.

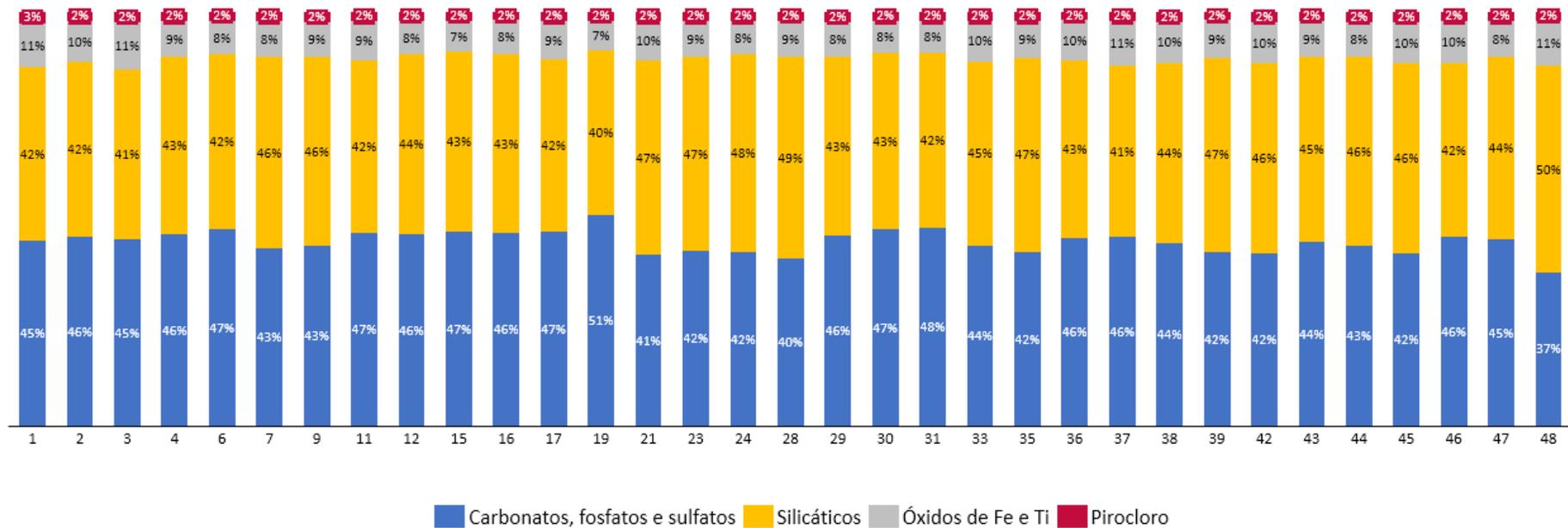
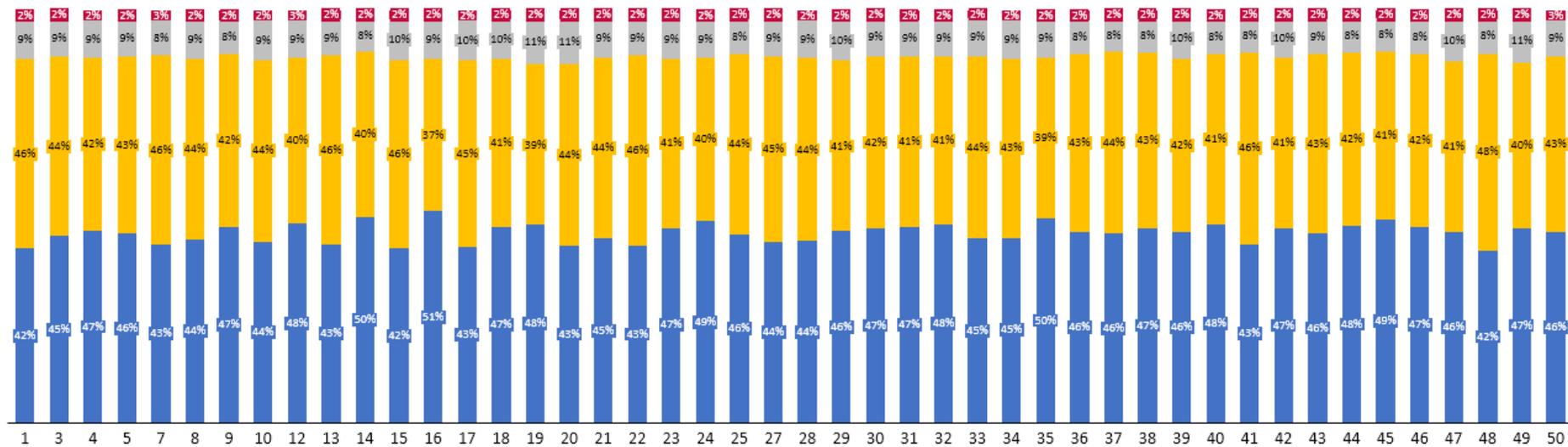


Figura 43 - Quantificação mineralógica agrupada da alimentação das pilhas de 2019



■ Carbonatos, fosfatos e sulfatos ■ Silicáticos ■ Óxidos de Fe e Ti ■ Pirocloro

Figura 44 - Quantificação mineralógica agrupada da alimentação das pilhas de 2020.

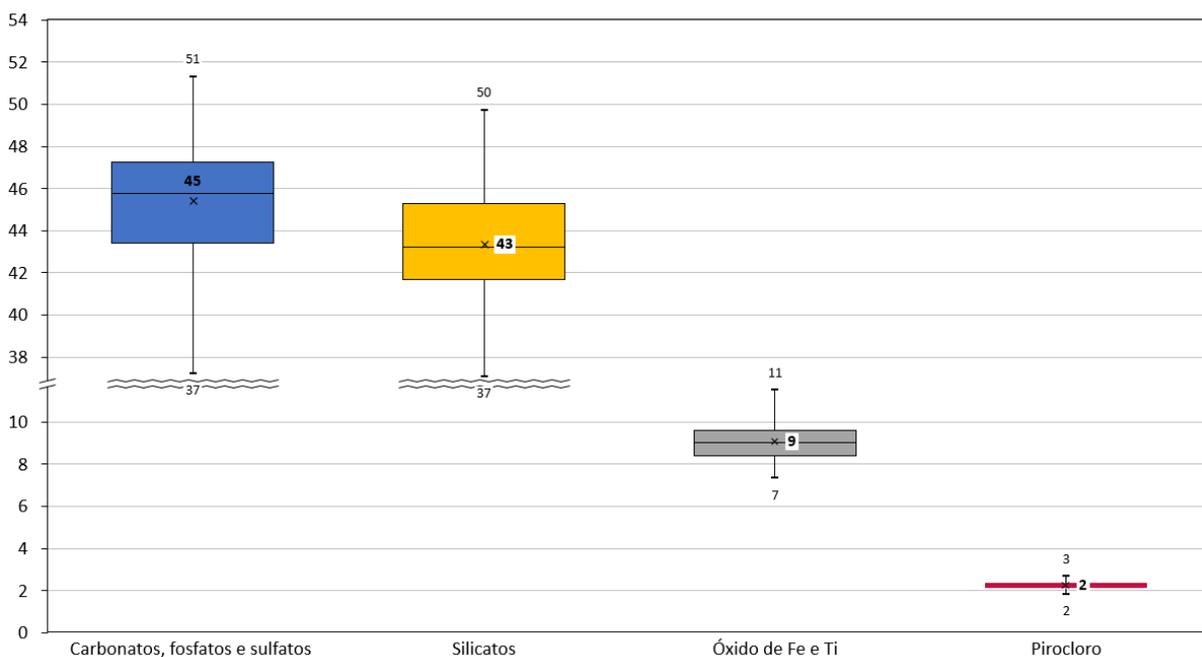


Figura 45 - Boxplot com a variabilidade dos domínios que alimentaram as usinas de nióbio durante os anos de 2019 e 2020 .

Constata-se que as alimentações das pilhas apresentam variabilidade na proporção de cada domínio ao longo de dois anos. Em média, as pilhas são constituídas por cerca de 45,4% de carbonatos, 43,3% de minerais silicáticos, 9,1% de óxidos de ferro e titânio e 2,2% do mineral de interesse, pirocloro. O domínio de carbonatos, fosfatos e sulfatos variou de 37% a 51%, ao mesmo tempo que o domínio de silicatos variou de 37% a 50% no conteúdo das pilhas. Já o domínio de óxido de Fe e Ti, possui menor conteúdo em 7% e o máximo de 11%, e o mineral de interesse (pirocloro) apresenta baixa variabilidade, com mínima de 2% e máxima de 3%.

O agrupamento dos minerais, em decorrência de sua afinidade no processo de beneficiamento, demonstra que os domínios também exibem alta variabilidade no conteúdo mineral das pilhas de homogeneização (Figura 45). A inconstância no conteúdo de cada domínio potencializa a instabilidade e tem impacto negativo no processo de concentração mineral, uma vez que todos os parâmetros da usina deverão ser estabelecidos novamente para atender as especificações semanais, a cada mudança de pilha. Ao contrário, a baixa variabilidade mineralógica da pilha viabiliza a permanência e constância nos parâmetros de processo e como consequência, a otimização na recuperação dos recursos minerais.

5.3 ASSOCIAÇÃO ENTRE OS TIPOS DE ROCHA LAVRADA E A MINERALOGIA NA ALIMENTAÇÃO DAS USINAS

Com a finalidade entender a variabilidade mineralógica das pilhas que alimentam as usinas de nióbio e o litologia de origem de cada mineral, fez-se necessário identificar e descrever as diferentes rochas presentes no depósito da Mina Boa Vista. O valor modal de cada mineral tem relação direta com a origem da rocha que é lavrada para composição da pilha. Isto posto e a partir das análises macroscópica e microscópica das rochas presente no depósito da Mina Boa Vista e da identificação e quantificação mineral da alimentação das pilhas, por difração de raios X, é possível associar e identificar quais são os prováveis domínios geológicos onde os minerais presentes nas pilhas de alimentação das usinas podem ser encontrados. Tal relação entre os minerais e as possíveis rochas de origem estão listadas na tabela 7.

Tabela 7 - Principais minerais identificados na alimentação das pilhas com a técnica de difração de raios X e a sua associação com a possível rocha de origem.

Mineral	Fórmula Química	FEN I	FEN II	PIC	CB I	CB II	NL I	NL II
<i>Actinolita</i>	$\text{Ca}_2(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	X						
<i>Anatásio</i>	TiO_2			X				X
<i>Ankerita</i>	$\text{Ca}(\text{Fe}^{2+}, \text{Mg}, \text{Mn})(\text{CO}_3)_2$					X		X
<i>Barita</i>	BaSO_4					X		
<i>Biotita</i>	$\text{K}(\text{Mg}, \text{Fe}^{2+})_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH}, \text{F})_2$	X	X	X				
<i>Calcite</i>	CaCO_3		X		X			
<i>Dolomita</i>	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$				X	X		
<i>Fluorapatita</i>	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_3\text{F}$					X	X	
<i>Ilmenita</i>	$\text{Fe}^{2+}\text{TiO}_3$							X
<i>Magnetita</i>	$\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}_2\text{O}_4$			X			X	X
<i>Microclínio</i>	$\text{K}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$	X	X					
<i>Norsetita</i>	$\text{BaMg}(\text{CO}_3)_2$				X			
<i>Orthoclásio</i>	$\text{K}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$	X	X					
<i>Flogopita</i>	$\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{F}, \text{OH})_2$		X	X				
<i>Pirochoro I (BV)</i>	$(\text{Na}, \text{Ca}, \text{Ba})_2\text{Nb}_2\text{O}_6(\text{OH}, \text{F})$						X	X
<i>Pirochoro II (Oka)</i>	$(\text{Na}, \text{Ca})_2\text{Nb}_2\text{O}_6(\text{OH}, \text{F})$						X	X
<i>Quartzo</i>	SiO_2	X				X		
<i>Rutilo</i>	TiO_2			X				X
<i>Siderita</i>	$\text{Fe}^{2+}\text{CO}_3$							X
<i>Estroncianita</i>	SrCO_3				X	X		
<i>Tetraferri-flogopita</i>	$\text{KMg}_3(\text{Fe}^{3+}\text{Si}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$			X			X	X

Um dos principais grupos de minerais com maior ocorrência na formação das pilhas são os minerais micáceos e os minerais do grupo dos feldspatos alcalinos (ortoclásio e microclínio). A partir da análise do material pertencente ao domínio de fenito concluiu-se que nessas rochas predominam principalmente os feldspatos alcalinos e há maior proporção dos minerais micáceos aluminosos (biotita/flogopita/muscovita). Por conseguinte, a maior presença de fenitos na composição das pilhas pode acarretar o aumento da proporção tanto de feldspatos quanto dos minerais micáceos finos. Especificamente, de acordo com as descrições dessas rochas, a maior presença de fenito 1 poderá aumentar a proporção de feldspato, enquanto a maior proporção na pilha de fenito 2 provavelmente aumentará a presença de flogopita/biotita fina na formação da pilha. Minerais do grupo do anfibólio também têm sua origem principalmente nos fenitos, embora estejam em pequena proporção no resultado de caracterização das pilhas.

Vale ressaltar que a partir da caracterização mineralógica, por microscopia eletrônica de varredura, das principais rochas presentes na Mina Boa Vista é possível individualizar variedades de minerais micáceos (biotita/flogopita e tetraferri-flogopita) encontradas em cada litologia. Isto posto, destaca-se que a presença de tetraferri-flogopita, filossilicato mais férrico e não aluminoso, é a variedade predominante em rochas magmáticas como nelsonitos e carbonatitos, ao passo que biotita e flogopita, filossilicatos mais aluminosos, estão associados sobretudo às rochas metassomatizadas (fenitos) e flogopita-picritos. Há também um contraste granulométrico entre as variedades de micas, sendo que os grãos de biotita e flogopita nos fenitos apresentaram granulação mais fina em relação aos de tetraferri-flogopita presentes nas rochas magmáticas, uma diferença que pode ser fundamental nos ajustes de processo nas usinas de concentração. Entretanto, na caracterização das pilhas, por difração de raios X, não é possível diferenciar entre as variedades de micas devido à proximidade da posição dos picos característicos de suas estruturas cristalinas.

A rocha flogopita-picrito, embora tenha em sua composição valores significativos de Fe-Mg silicato (olivina) e biotita/flogopita, não é relevante na formação das pilhas, uma vez que, em geral, é separada durante a lavra e destinada à pilha de estéril.

Além dos minerais micáceos e dos feldspatos alcalinos, outro grupo que tem grande relevância na formação das pilhas de minério são os carbonatos, principalmente calcita e ankerita/dolomita. Como esperado, os carbonatitos (carbonatito 1 e carbonatito 2), são as rochas que mais contribuem com estes minerais. É importante ressaltar que há diferença relevante na

composição dessas rochas e que podem impactar diretamente a proporção desses minerais (calcita, ankerita/dolomita) na formação das pilhas. O carbonatito 1 é a rocha que apresenta a maior proporção de calcita, enquanto o carbonatito 2 é a rocha que contém maior proporção de ankerita/dolomita. Esses são os principais carbonatos presentes nessas rochas, no entanto, elas também são responsáveis pela presença de outros carbonatos, como norsetita e estroncianita. No caso da barita, sua principal fonte também é o carbonatito 2.

De acordo com Guarino et al., (2017), a magnetita é amplamente presente nas rochas de Catalão II, com exceção dos fenitos. Tais dados estão de acordo com os encontrados neste presente trabalho. No entanto, as rochas que possuem maior contribuição desse mineral na formação das pilhas são os nelsonitos.

As rochas mineralizadas possuem ampla variação na sua composição. Assim sendo, a rocha apatita-nelsonito é, possivelmente, o maior contribuinte pela proporção de apatita e o pseudonelsonito deve ser o maior responsável pela presença de ilmenita e tetraferroflogopita na formação das pilhas. O conteúdo de pirocloro, mineral de interesse em ser concentrado, tem relação direta com a presença de nelsonitos (N1 e N2) na formação das pilhas.

Assim sendo, os minerais presentes na formação das pilhas estão diretamente relacionados com os domínios litológico lavrados e conhecer melhor a mineralogia dos tipos de rochas podem ser apoio para a previsibilidade da composição mineralógica da formação das pilhas. Salienta-se que entre a lavra dos tipos de rocha da Mina Boa Vista até a pilha de homogeneização existe uma etapa do processo que consiste basicamente em britagem e escalpe (separação magnética), com o intuito de retirada do material magnético. Por consequência, a proporção do tipo de rocha lavrado nem sempre é diretamente relacionada com a composição mineralógica na formação das pilhas, pois a etapa de separação magnética do material pode impactar a variabilidade mineral na alimentação das pilhas.

5.4 CORRELAÇÃO DOS DADOS OBTIDOS POR FRX VERSUS DRX (RIETVELD)

Os resultados da quantificação de fases pelo método de Rietveld foram utilizados para calcular concentração de alguns óxidos selecionados e consequente comparação com os resultados das análises químicas das amostras. Destarte, foram utilizadas as composições médias de fases medidas diretamente por microsonda eletrônica ou as composições estequiométricas consultadas junto ao site www.webmineral.com (Tabela 8).

Tabela 8 – Composição química dos minerais, óxidos usados para a conciliação (% massa)

Mineral	Fórmula Química	Al ₂ O ₃	BaO	CaO	Fe ₂ O ₃	MgO	MnO ₂	Na ₂ O	Nb ₂ O ₅	P ₂ O ₅	SiO ₂	TiO ₂	SrO	SO ₃	FeO	K ₂ O	F
<i>Actinolite</i>	Ca ₂ (Mg,Fe ²⁺) ₅ Si ₈ O ₂₂ (OH) ₂	2.63		12.03	12.25	16.11	0.17	0.80			54.86	0.19			10.61		
<i>Anatase</i>	TiO ₂											100.00					
<i>Ankerite</i>	Ca(Fe ²⁺ ,Mg,Mn)(CO ₃) ₂			27.17	23.19	5.86	3.44								20.89		
<i>Barite</i>	BaSO ₄		65.70											34.30			
<i>Biotite</i>	K(Mg,Fe ²⁺) ₃ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH,F) ₂	11.76			9.20	23.24					41.58				8.29	10.86	1.10
<i>Calcite</i>	CaCO ₃			56.03													
<i>Dolomite</i>	CaMg(CO ₃) ₂			30.41		21.86											
<i>Fluorapatite</i>	Ca ₅ (PO ₄ CO ₃) ₃ F			57.60						36.45							3.90
<i>Ilmenite</i>	Fe ²⁺ TiO ₃				52.56							52.65			47.35		
<i>Magnetite</i>	Fe ²⁺ Fe ³⁺ ₂ O ₄				103.37										31.03		
<i>Microcline</i>	K(AlSi ₃ O ₈)	18.32									64.76					16.92	
<i>Norsethite</i>	BaMg(CO ₃) ₂		54.44			14.31											
<i>Orthoclase</i>	K(AlSi ₃ O ₈)	18.32									64.76					16.92	
<i>Phlogopite</i>	KMg ₃ (AlSi ₃ O ₁₀)(F,OH) ₂	12.16				28.84					42.99					11.23	4.53
<i>Pyrochlore I (BV)</i>	(Na,Ca,Ba) ₂ Nb ₂ O ₆ (OH,F)		0.45	14.89				5.84	64.83			4.04					
<i>Pyrochlore II (Oka)</i>	(Na,Ca) ₂ Nb ₂ O ₆ (OH,F)			7.92				13.14	75.12			5.20					1.34
<i>Quartz</i>	SiO ₂										100.00						
<i>Rutile</i>	TiO ₂											100.00					
<i>Siderite</i>	Fe ²⁺ CO ₃				68.83										62.01		
<i>Strontianite</i>	SrCO ₃												70.19				
<i>Tetraferriphlogopite</i>	KMg ₃ (Fe ³⁺ Si ₃ O ₁₀)(OH) ₂		17.90	27.10					40.40					10.56			

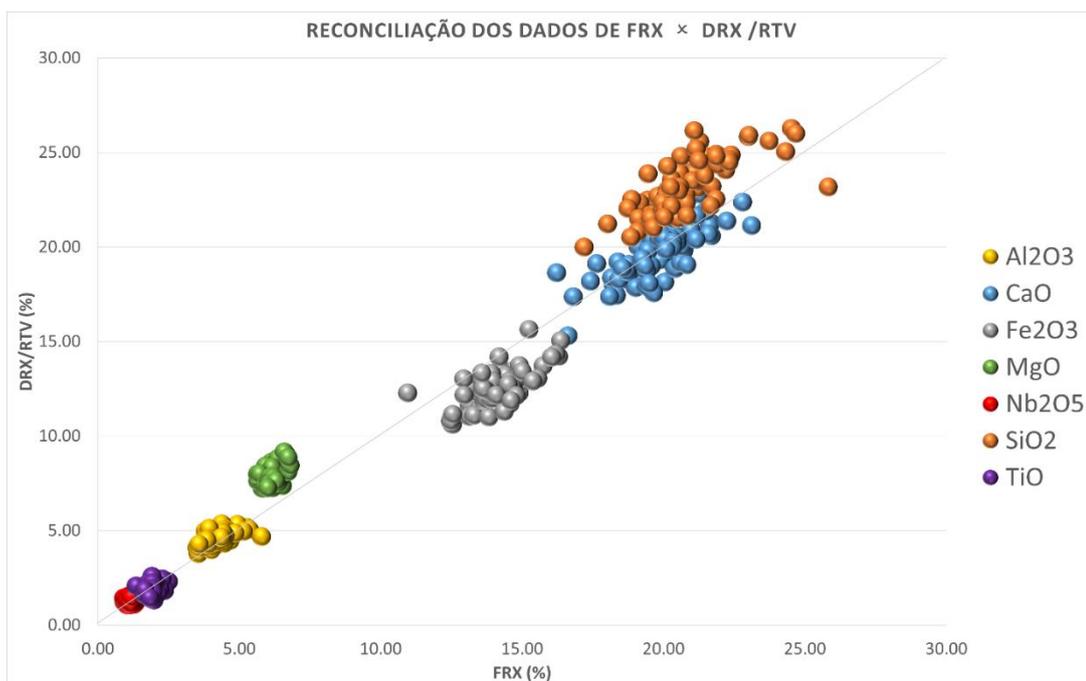


Figura 46 - Reconciliação dos resultados obtidos pelas técnicas de fluorescência versus a técnica de difração de raios X para os principais óxidos presente nas amostras (Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , MgO , Nb_2O_5 , SiO_2 e TiO)

Conforme a figura 46, observa-se significativa similaridade entre as proporções dos óxidos obtidos por fluorescência de raios X e os estimados através dos métodos de DRX-Rietveld. Todavia, nota-se que para os valores dos elementos de SiO_2 e MgO ocorreu maior divergência nos resultados obtidos pelas duas técnicas, uma vez que esses valores exibem sistemática superestimação na técnica por difração raios X e o oposto ocorreu para Fe_2O_3 . Tal diferença pode estar relacionada a variabilidade composicional entre os minerais filossilicatos: biotita, flogopita e tetraferri-flogopita.

Os valores de composição química dos minerais utilizados no cálculo de reconciliação podem não estar exatamente correspondentes, uma vez que as que os minerais do depósito da Mina Boa Vista ainda não possuem resultados medidos diretamente com EPMA e as composições química dos minerais utilizadas são teóricas.

5.5 MINERALOGIA E PROCESSO DE BENEFICIAMENTO

Um dos exemplos em que conhecer a mineralogia na alimentação pode ajudar nas decisões de processo é entender por que no geral, o produto de concentrado de nióbio não atende aos valores especificados de SiO_2 . A partir do conhecimento da mineralogia das rochas

presentes no depósito da Mina Boa Vista e dos dados de mineralogia da alimentação das usinas é razoável concluir duas possíveis causas: a primeira com relação à maior proporção desses minerais silicáticos na formação das pilhas e a segunda, com relação a concentração dos mesmo ao longo do processo de beneficiamento.

No depósito de nióbio de rocha fresca da Mina Boa Vista os minerais micáceos estão associados principalmente às seguintes litologias: picritos e nelsonitos - tetraferri-flogopita de granulação grossa e nos fenitos, em especial o fenito 2, biotita/flogopita de granulação fina. Portanto, a alta proporção de fenitos 2 na pilha podem aumentar a presença de biotita/flogopita fina, que não são removidos nas etapas anteriores do processo e nem mesmo no peneiramento, consequentemente esses minerais se acumulam no concentrado final.

Além dos minerais micáceos, os feldspatos também são minerais ricos em SiO_2 que podem estar presentes no concentrado final de pirocloro e a rocha que concentra a maior proporção desses minerais é o fenito 1. Os feldspatos não são eliminados com eficiência na flotação de sílica e sua granulometria fina favorece que sejam acumulados no concentrado final de nióbio.

Sabendo-se que diferentes minerais podem impactar o processo de concentração mineral, conhecer em qual tipo de rocha elas estão presentes podem ajudar a equipe de geologia, planejamento e operação de mina a montar pilhas mais homogêneas e/ou apoiar o time de controle de processo e pesquisa e desenvolvimento a desenvolver novas rotas e novos reagentes com o intuito de eliminar as dificuldades dentro do processo.

5.6 COMPARAÇÃO QUÍMICA DO PIROCLORO DE CATALÃO II

Neste presente trabalho caracterizou-se a composição química do pirocloro do concentrado final da flotação de nióbio do depósito de rocha fresca (Mina Boa Vista) da área sul do Complexo de Catalão II.

Em geral, entre os grãos de pirocloro da Mina Boa Vista presentes no concentrado final de nióbio, nas pilhas 06, 25, 21 e 36 predomina calciofluorpirocloro, mas ocorrem também calciooxipirocloro e calciohidropirocloro e possuem conteúdo médio de $\text{Ca} = 0,99 \text{ apfu}$, $\text{Na} = 0,71 \text{ apfu}$ e $\text{Ca}+\text{Na}$ varia de 0,98 a 1,86 apfu , com média de 1,71 e não possuem presença relevante de Ba na sua composição, máxima de 0,13 apfu . Além disso, a substituição de Ca e/ou Na por Ba não é relevante, não desenvolvendo *trend* no respectivo diagrama (Figura 47).

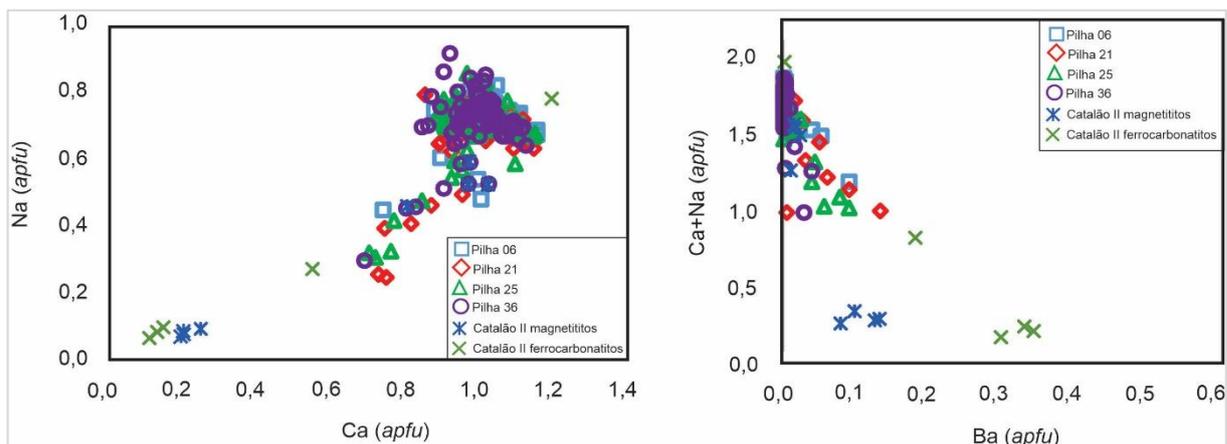


Figura 47 - Diagramas binários (Na vs Ca; Ca + Na vs Ba) para os grãos de pirocloro estudados neste trabalho do depósito da Mina Boa Vista – parte sul de Catalão II (Pilhas 06, 21, 25 e 36) para o pirocloro dos magnetitos e ferrocarbonatitos da parte norte de Catalão II, de Guarino et al. (2017).

A composição mineralógica dos minerais do grupo do pirocloro descritos por Guarino et al. (2017), referente ao depósito de rocha fresca da área norte do Complexo de Catalão II, mostraram cristais com zoneamento marcado e composição química bimodal. Dessa forma, aqueles autores analisaram diferentes rochas com pirocloro e dividiram os cristais em dois grupos, considerando o tom de cinza e sua composição química. Os cristais de pirocloro com tom de cinza mais escuro, foram caracterizados por $Ca > 0,8 \text{ apfu}$, $Na > 0,45 \text{ apfu}$, $Ba < 0,1 \text{ apfu}$, $Ca + Na > 1,25 \text{ apfu}$ e o segundo grupo de pirocloro, os cristais são cinza claros em imagens de BSE e tem $Ca < 0,8 \text{ apfu}$, $Na < 0,45 \text{ apfu}$, $Ba > 0,1 \text{ apfu}$, $Ca + Na < 1,25 \text{ apfu}$ e $F < 0,4 \text{ apfu}$ (Guarino et al., 2017) (Figura 47).

Comparando os grãos de pirocloro descritos neste trabalho, referente ao depósito de rocha fresca da área sul do Complexo de Catalão II – Mina Boa Vista, com os apresentados por Guarino et al. (2017) conclui-se que a maioria dos cristais de pirocloro aqui analisados possuem composição semelhante aos *de magnetitos e ferrocarbonatitos*, principalmente os cristais de pirocloro de tom mais escuro. Ou seja, a maioria dos grãos apresentam $Ca > 0,8 \text{ apfu}$, $Na > 0,45 \text{ apfu}$, $Ba < 0,1 \text{ apfu}$, $Ca + Na > 1,25 \text{ apfu}$ (Figura 47).

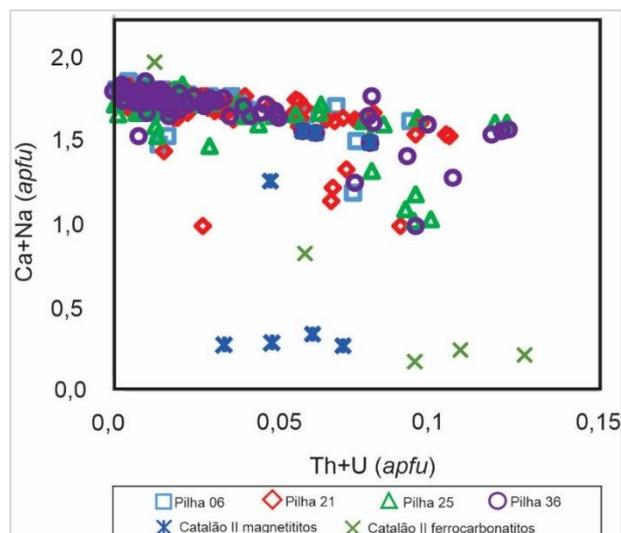


Figura 48 - Diagrama binário (Ca + Na vs Th + U a) para os grãos de pirocloro estudados neste trabalho do depósito da Mina Boa Vista – parte sul de Catalão II (Pilhas 06, 21, 25 e 36) e para o pirocloro dos magnetitos e ferrocarnatitos da parte norte de Catalão II, de Guarino et al. (2017).

Vale ressaltar que, embora os grãos de pirocloro aqui analisados não mostraram uma grande variabilidade na sua composição, é possível observar pequena variabilidade composicional no que diz respeito principalmente à concentração de tório nos grãos. Os valores de tório apresentam alta variabilidade, conforme mostra a figura 48, com o somatório de Th+U variando de 0,0 a 0,12 apfu para as amostras. Estes teores são baixos demais para caracterizar uma substituição na ocupação do sítio A.

O sítio B mostra uma variação composicional dos cristais de pirocloro, com relação inversa entre os valores de TiO_2 e Nb_2O_5 (Figura 49), evidenciando a substituição de Nb por Ti no sítio B. Esse mecanismo não é observado para as análises de Guarino et al. (2017).

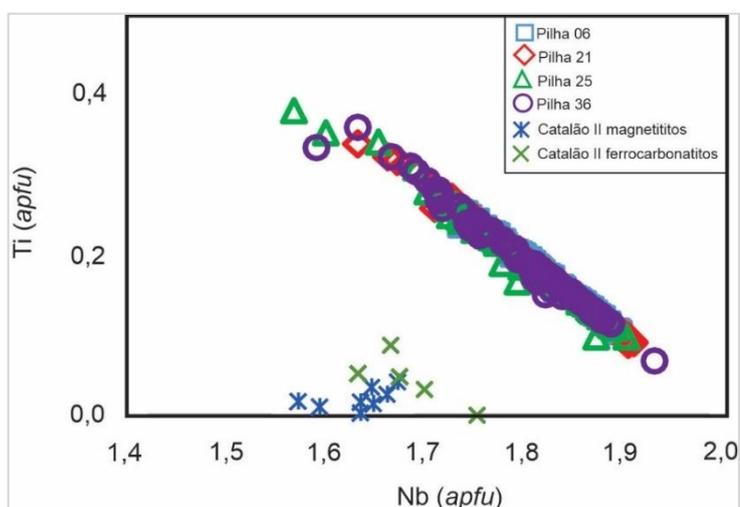


Figura 49 - Diagrama binário (Ti vs Nb) para os grãos de pirocloro estudados neste trabalho do depósito da Mina Boa Vista – parte sul de Catalão II (Pilhas 06, 21, 25 e 36) e para os pirocloros dos magnetitos e ferrocarnatitos da parte norte de Catalão II (Guarino et al., 2017).

5.7 AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO METALÚRGICO DOS TESTES DE BANCADA

A recuperação global, um dos parâmetros-chave para entender a performance dos ensaios de bancada, apresentou na maioria das pilhas valores superiores ao esperado (>52%). Contudo, a maior recuperação global nem sempre é sinônimo de melhor desempenho dos testes de caracterização, isso porque outras variáveis devem ser avaliadas em conjunto, como, por exemplo, os valores das especificações do produto.

Partindo desse princípio, observou-se que a qualidade do produto concentrado final de nióbio tem valores que estão acima do limite da especificação em sílica. Em geral, maiores valores de sílica no concentrado final estão associados as maiores recuperações globais, e o contrário também é verdadeiro, ao buscar atingir concentrado com teores dentro da especificação (<3% de SiO₂) a recuperação é penalizada. Sendo assim, muitas vezes torna-se necessária uma opção intermediária, pois essa é a vocação do minério desta região, devido à associação do pirocloro com os minerais portadores de ferro e sílica. Com base nessa correlação, na qual as variáveis têm implicação direta uma na outra e para que seja possível obter concentrado com recuperação maior que 50% e teores de SiO₂ menores que 3% faz-se necessário otimizar os testes de caracterização tecnológica e o desenvolvimento de novos processos.

Uma possibilidade para melhorar o desempenho dos testes de bancada é incluir novas operações de separação dos minerais de ganga, através de peneiramento. Essa já é uma etapa utilizada nas usinas de nióbio e em geral, mostra-se satisfatória, atingindo valores de sílica dentro da especificação sem ter grandes impactos no valor da recuperação. Por outro lado, como verificado nas pilhas 45 e 47, parte dos minerais que chegam até o concentrado final são silicatos do grupo dos feldspatos. Os minerais de grupo de feldspato estão associados principalmente aos fenitos e como evidenciado pelas imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 16) esses minerais possuem granulometria muito fina e, portanto, não serão separados na etapa de peneiramento.

Interpretando o desempenho dos testes metalúrgicos compilados nesse trabalho, nota-se que a flotação de sílica é uma das etapas onde há a menor perda de Nb₂O₅ no processo, permitindo assim intensificar essa etapa com o objetivo de remover os minerais ricos em sílica e garantir que o material que chegará até a flotação de nióbio tenha valores de sílica mais baixos e, conseqüentemente, dentro da especificação do produto (SiO₂ < 3%). Por fim, a otimização

da flotação de silicatos é essencial para melhorar a qualidade do processo global, visto que os principais contaminantes podem ser retirados nesta etapa sem grandes perdas de nióbio.

Os ensaios de bancada têm grande importância para a mineração de nióbio, uma vez que geram informações relevantes sobre as características do material ao longo do processo de concentração, como eficiência e dificuldade das etapas do beneficiamento. Em complemento, a caracterização mineralógica por difração de raios X da alimentação das pilhas fornece informação como a identificação e a quantificação do mineral de interesse e dos minerais de ganga. De posse dessas informações, geradas nos testes de bancada e nas análises mineralógicas, otimizar o aproveitamento do recurso mineral torna-se mais factível.

Os resultados da caracterização padrão das pilhas 45 e 47 demonstram que pilhas formadas com conteúdo mineralógico semelhante eventualmente podem ter desempenho metalúrgico diferentes. Em função disso, constata-se que a variabilidade no conteúdo mineral na alimentação dos testes, dados esses determinados durante esse trabalho, não é a única variável que impacta no desempenho metalúrgico.

A flotação é um dos principais processos de concentração empregados no beneficiamento mineral de nióbio e, portanto, é de extrema relevância entender quais parâmetros podem influenciar o desempenho nessas etapas. Segundo Klimpel e Hansen (1988) o sucesso da prática industrial de flotação está relacionado como três componentes principais: químico, equipamento e modo de operação do sistema de flotação, que interagem uns com os outros (Figura 50).

Dentro de componentes operacionais estão as variáveis como tamanho das partículas, temperatura e variáveis mineralógicas, que abrange o conteúdo das fases minerais, porosidade e grau de liberação. Nas variáveis de equipamentos, estão os parâmetros como design da célula e agitação. Por último, as variáveis químicas que abrangem os coletores, depressores, espumantes e pH que podem ser modificadas à medida que as variáveis de processo e mineralógicas sofrem mudanças.

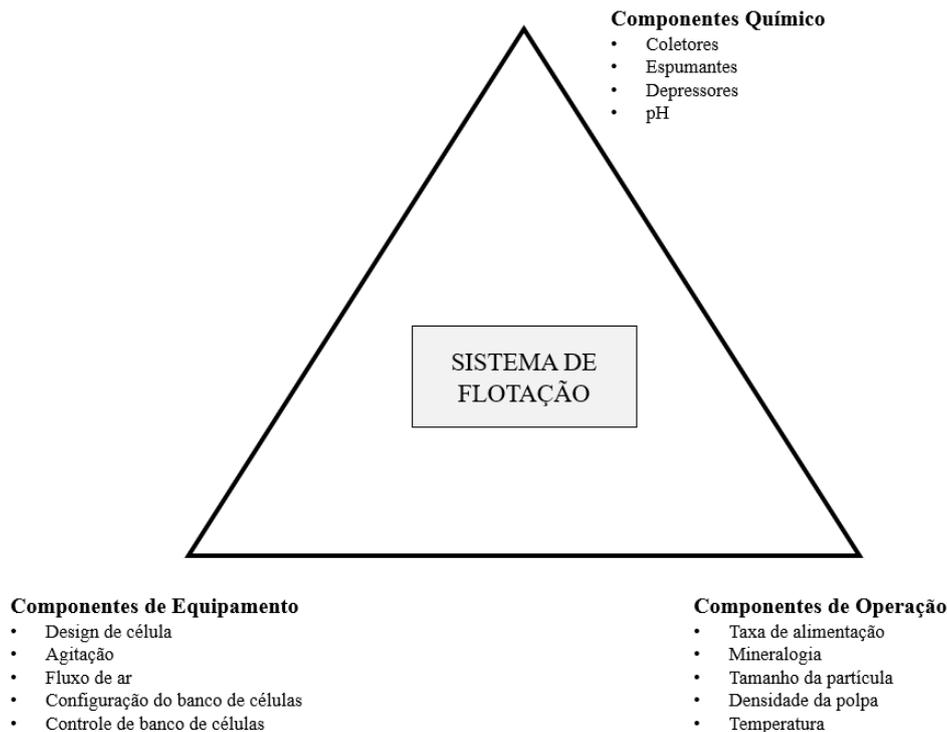


Figura 50- Componentes que influenciam o comportamento do sistema de flotação são: Componentes de Equipamento: design de célula, agitação, fluxo de ar, configuração de banco de células e controle de banco de células; Componentes Químico: colecionadores, espumantes, ativadores, depressores, pH; Componentes de Operação: taxa de alimentação, mineralogia, tamanho da partícula, densidade de polpa e temperatura. Fonte: Klimpel e Hansen (1988).

Em relação aos componentes operacionais, também é preciso considerar o tempo de residência, a porcentagem de sólidos, a água e a interferência humana, variáveis que podem causar grande impacto nos ensaios de flotação. Além disso, a água também tem uma forte influência nos resultados da flotação, visto que as diferentes espécies iônicas interagem com os reagentes e modificam a carga elétrica das partículas, dificultando o controle do processo. Portanto, ainda há inúmeras variáveis que devem ser analisadas e entendidas para dar subsídio às tomadas de decisões e permitir incrementar os valores de recuperação mineral no processo de concentração do nióbio.

Otimizar o desempenho da planta de beneficiamento é atividade complexa na qual se faz necessário conhecer os mecanismos de concentração, as condições operacionais e a interação de todas as variáveis dentro de cada etapa de concentração mineral (moagem, separação magnética e nas flotações).

Portanto, reconhecer a composição mineralógica na alimentação das pilhas é relevante para fornecer à equipe de produção previsibilidade mineral e suportar na definição coerente dos parâmetros que serão imprescindíveis na otimização inicial de processo. Contudo, o conteúdo

mineral não é a única variável que influencia o desempenho do beneficiamento mineral, há outras variáveis que precisam ser melhor investigadas a fim de atingir sucesso na prática industrial de concentração mineral de nióbio.

6. CONCLUSÃO

Estudo por microscopia eletrônica de varredura automatizada permitiu distinguir e ampliar o conhecimento das principais rochas presente no depósito da Mina Boa Vista. De maneira geral, as unidades geológicas dominantes caracterizadas foram: fenito 1, fenito 2, flogopita-picrito, carbonatito 1, carbonatito 2 e as rochas mineralizadas, apatita-nelsonito (N1) e pseudonelsonito (N2). A partir da caracterização mineralógica das principais rochas torna-se evidente a grande diversidade de minerais do Complexo Alcalino Carbonatítico de Catalão II. Conhecer em detalhe a mineralogia de cada domínio geológico pode levar a um plano de mina mais robusto que considere a variabilidade dos tipos de rochas e que contribua para o desempenho do processamento mineral.

A principal técnica utilizada para caracterizar a mineralogia na alimentação das usinas de nióbio foi a difração de raios X e se constatou que o método empregado é simples, rápido, de baixo custo e adiciona importantes informações para o processo de concentração mineral, pois além de identificar, fornece com precisão o conteúdo mineralógico presente na alimentação de cada pilha. Os dados obtidos por difração de raios X possuem alta confiabilidade, uma vez que os valores de elementos químicos maiores foram conciliados com dados de fluorescência de raios X e apresentaram elevada concordância. Contudo, ainda é necessário aprimorar o conhecimento químico dos minerais presentes no depósito da Mina Boa Vista, por técnica como a microsonda eletrônica, para que o banco de dados utilizados para os minerais possa ser cada vez mais preciso.

As amostras da alimentação das usinas apresentaram variabilidade mineralógica entre as pilhas nos anos de 2019 e 2020. Em geral, a mineralogia das pilhas analisadas contém vinte e uma fases minerais predominantes e exibem um padrão de assinatura média composta por calcita (23%), seguido pelo grupo da mica (22%), grupo do feldspato (15,3%) e dolomita/ankerita (11,3%). Outros minerais de destaque foram a magnetita, apatita, anfibólio, barita, quartzo, ilmenita, rutilo, anatásio e outros carbonatos acessórios (siderita, norsetita e

estroncianita). O mineral de interesse, pirocloro, possui baixo teor, com média de 2,2% na proporção das pilhas.

Assim como foi caracterizado o material de entrada da usina, também foi estudado em detalhe o pirocloro no concentrado final de nióbio, para melhor entender as características químicas do mineral. A composição química indicou-o como pertencente ao grupo do pirocloro, com predomínio de Ca e Na, no sítio A e com pouca variação entre as pilhas analisadas. Esse dado apoiou a reconciliação química do elemento de interesse (Nb_2O_5) com os dados obtidos por difração de raios X.

Todas as pilhas que alimentaram as usinas nos anos de 2019 e 2020 foram caracterizadas mineralogicamente por difração de raios X e essa metodologia mostrou-se satisfatória no acompanhamento da caracterização semanal das pilhas. Atualmente é fundamental para o aproveitamento do minério de nióbio de forma eficiente, visto que proporciona à empresa reconhecer a variabilidade do material de entrada nas usinas, e dá a oportunidade de definir os melhores parâmetros iniciais de processamento. No futuro, espera-se que essa metodologia possa auxiliar a compor planos de lavra que permitam uma composição mineralógica mais homogênea das pilhas de alimentação. Também se espera que possa ser expandida para outras etapas do processo e ser empregada no acompanhamento permanente das operações unitárias.

Observa-se também que a relação entre a mineralogia e o desempenho do processo não é direta, assim sendo, manter a similitude no conteúdo dos minerais que alimentam os testes de caracterização padrão não é garantia de otimização na performance do beneficiamento mineral. Portanto, faz-se necessário ter uma abordagem mineralógica futura que amplie o conhecimento mineralógico em diferentes etapas do circuito e que permita entender o impacto das texturas dos minerais nas rochas, como suas associações e liberação mineral. Esses dados estão além do escopo desta atual pesquisa.

Em suma, este trabalho forneceu informações de caracterização mineralógica úteis e rápidas da alimentação das usinas, com base no material geológico usado para formação das pilhas. O principal benefício do monitoramento semanal do conteúdo de minerais foi o suporte mineralógico à produção para a determinação dos critérios de processo, além de ser um recurso para geometurgia de curto prazo, na qual à empresa possa desenvolver estratégias para garantir a qualidade dos produtos e otimizar produção mineral.

7- BIBLIOGRAFIA

- Almeida, Fernando Flávio Marques. “Geochronological division of the Precambrian in South America.” *Revista Brasileira de Geociências*, 1971: 13-21.
- Andrade, Marcelo Barbosa. *Estudo cristalquímico de minerais do grupo do pirocloro no Brasil*. Tese de doutorado, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo: Universidade de São Paulo, 2007, 207.
- Antoniassi, Juliana Livi. *A difração de raios X com o método de Rietveld aplicada à bauxita de Porto Trombetas*. Tese de Mestrado, Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, Escola Politécnica, São Paulo: Universidade de São Paulo, 2010, 111.
- Araújo, A.L.N, R.W Carlson, J.C Gaspar, e L.A Bizzi. “Petrology of kamafugites and kimberlites from the Alto Paranaíba Alkaline Province, Minas Gerais, Brazil.” *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 2001: 142: 163-177.
- Atencio, D, M.B Andrade, A.G Christy, R Gieré, e P.M Kartashov. “The pyrochlore supergroup of minerals: nomenclature.” *The Canadian Mineralogist*, 2010: 48: 673-698.
- Avelar, Angela Nair. *Caracterização dos minerais do grupo da apatita e carbonatos no minério sílico-carbonatado de Catalão, GO*. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Minas Gerias - UFMG, 2018.
- Bailey, D.K. “Continental rifting and alkaline magmatism.” *In: Sorensen, H., (ed.). The alkaline* (John Wiley and Sons), 1974: 148-159.
- Barbosa E.S.R., 2009. . IG/UnB, 434p. “Mineralogia e Petrologia do Complexo Carbonatítico-Foscorítico de Salitre, MG.” Tese de Doutorado, 2009.
- Barbosa, E.S.R., Brod, J.A., Junqueira-Brod, T.C., Dantas, E.L., Cordeiro, P.F.O., Gomide, C.S. “A key petrogenetic series in the Late-Cretaceous Alto Paranaíba kamafugite–carbonatite–phoscorite association, central Brazil.” *Lithos* 144/145 (2012): 56-72.
- Barbosa, Elisa Soares Rocha. “Mineralogia e Petrologia do Complexo Carbonatítico-Foscorítico de Salitre, MG.” Tese de Doutorado, Instituto de Geociências, Universidade de Brasília, Brasília, 2009, 434.
- Bardina, N.Y, e V.S Popov. “Fenites: systematics, formation conditions and significance for crustal magma genesis.” *Zapiski Vseross. Mineral. Obshcheswa*, 113, 1994: 485-497.

- Barker, D.S. “Field relations of carbonatites. In: K. Bell (Ed.) Carbonatites: genesis and evolution. .” *London Unwin Hyman*, 1989: 38-69.
- Bertolino, L.C, W.H Santos, e A.C. Santos. “Caracterização mineralógica de minérios.” *Tratamento de minérios - CETEM*, nº 6º (2018): 27-64.
- Bish, D. L, e J.E. Post. “Quantitative mineralogical analysis using the Rietveld full-pattern fitting method.” *American Mineralogist* 78 (1993): 932-940.
- Bish, D. L, e S. A. Howard. “Quantitative phase analysis using the Rietveld method.” *Journal of Applied Crystallography*, 1988: 86-91.
- Bish, D.L, e J.E. Post. *Modern powder diffraction*. Washington: Mineralogical Society of America, 1989.
- Bish, D.L., e R.C. Reynolds JR. “Sample preparation for x-ray diffraction. In: Bish, D.L.; Post, J.E Modern power diffraction.” *Mineralogy Society of America, (Reviews in Mineralogy, v.20).*, 1989: 73-99.
- Bradshaw, D.J. “Synergistic Effects between Thiol Collectors Used in the Flotation of Pyrite.” Ph.D. Chem. Eng. Thesis,, University of Cape Town, 1997, 261.
- Brod, J. A, et al. “Kamafugite affinity of the Tapira alkaline-carbonatite complex (Minas Gerais, Brazil).” *Revista Brasileira de Geociências*, 2000: 404-408.
- Brod, J.A, et al. “Excursão 1: Geologia e Mineralizações dos Complexos Alcalino-Carbonatíticos da Província Ígnea do Alto Paranaíba.” *Sociedade Brasileira de Geologia (Guia de excursão)*, 2004.
- Brod, Jose Affonso. “Petrology and geochemistry of the Tapira alkaline complex, Minas Gerais State, Brazil.” University of Durham, UK, 1999.
- Brögger, W.G.,. “Die eruptivegestein des kristianiagebietes,, .” *IV. Das fengebiet in telemark. Norwegen. Naturv. Klasse 9*, 1921: 150–167.
- Bruziquesi, C., J. Balena, M Pereira, A Silva, e L. Oliveira. “Nióbio: um elemento químico estratégico para o Brasil.” *Química Nova*, 42, nº 10 (2019): 1184 - 1188.
- Burke, K, L.D Ashwal, e S.J. Webb. “New way to map old sutures using deformed alkaline rocks and carbonatites.” *Geology* 31, 2003: 391-394.

- Cabri, L.J. “Relationship of mineralogy for the recovery of PGE from ores. In: Cabri, L.J. (Ed.), *Platinum-Group Elements: Mineralogy, Geology, Recovery.*” Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, 1981, 233-250.
- Carvalho, W.T, e S.R. Bressan. “Depósitos de fosfato, nióbio, titânio, terras raras e vermiculita de Catalão I – Goiás. In: Schobbenhaus, C., Queiroz, E.T., Coelho, C.E.S.” *Principais Depósitos Minerais do Brasil, Brasília, DNPM/CPRM*, 1997.
- Chaves, A. P, L. S Leal Filho, e P. F. A. Braga. “Flotação.” Cáp. 10 em *Tratamento de minérios*, 405-459. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2018.
- Cheary, R.W., e A. Coelho. “A fundamental parameters approach to X-ray line-profile fitting.” *Journal of Applied Crystallography* 25 (1992): 109-121.
- Cordeiro, P. F. O, et al. “The Catalão I niobium deposit, central Brazil: resources, geology and pyrochlore chemistry:.” *Ore Geology Reviews* 41 (2011): 112-121.
- Cordeiro, P.F.O, J.A Brod, E.L Dantas, e E.S.R. Barbosa. “Submetido – Mineral Chemistry and Petrology of the Nb-rich nelsonites from the Catalão I Carbonatite-Phoscorite Complex, Central Brasil.” *Journal of Petrology*, 2010.
- Cullity, B. D. “Elements of X-Ray Diffraction.” *Addison-Wesley Publishing Company*, nº 2. ed. (1978): 555.
- Cullity, B. D. “Elements of X-Ray Diffraction, Reading, MA: AddisonWesley.” 1956.
- Data, ICDD (2019) - International Centre for Diffraction. “PDF-4+ Relational Powder Diffraction File.” Newton Square, PA., 2019.
- Davis, J.C. *Statistics and data analysis in geology*. New York: John Wiley & Sons, 1986.
- Dedavid, B.A., C.I Gomes, e G. Machado. “Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras, materiais poliméricos, metálicos e semicondutores.” Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise, IDEIA-PUC-RS., Porto Alegre:, 2007.
- Dobby, G., C. Bennet, D. Bulled, e G. Kosick. “Geometallurgical modeling – the new approach to plant design and production forecasting/planning, and mine/ mill optimization.” *In: Proceeding of the 36th Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors.*, 2004: 14.

- Dunham, S., e J. Vann. *Geometallurgy, geostatistics and Project value – does your block model tell you what you need to know?* Melbourne: Project Evaluation Conference., 2007.
- Dutra, C.V, e C.B. Gomes. *A fluorescência de raios X na geologia. In: Técnicas analíticas instrumentais aplicadas à geologia.* São Paulo: Edgard Blücher, 1984, 84-120.
- Elliott, H.A.L, et al. “Fenites associated with carbonatite complexes: A review.” *Ore Geology Reviews* 93, 2018: 38-59.
- Ercit, T.S, F.C Hawthorne, e P. Cerny. “The structural chemistry of kalipyrochlore, a ‘hydropyrochlore’.” *Canad. Mineral*, 1994: 145-420.
- Ercit, T.S., P. Černý, e F.C. Hawthorne. “Cesstibtan-tite – a geologic introduction to the inverse pyrochlores.” *Mineralogy and Petrology* 48 (1993): 235-255.
- Gaudin, A.M. “Principles of Mineral Dressing. .” *McGraw-Hill, New York,*, 1939.
- Gibson, S.A, R.N Thompson, O.H Leonardos, A.P Dickin, e J.G Mitchell. “The Late Cretaceous impact of the Trindade mantle plume - evidence from large-volume, mafic, potassic magmatism in SE Brazil.” *Journal of Petrology*, 1995: 189-229.
- Gibson, S.A, R.N Thompson, O.H Leonardos, A.P Dickin, e J.G Mitchell. “The Late Cretaceous impact of the Trindade mantle plume – evidence from large-volume, mafic, potassic magmatism in SE Brazil.” *Journal of Petrology* 36, 1995 : 189-229.
- Gobbo, L.A. *Aplicação da difração de raio-X e método de Rietveld no estudo de cimento Portland.* . Tese de Doutorado, São Paulo: Instituto de Geociências, UNiversidade de São Paulo., 2009, 251.
- Gobbo, L.A. *Os compostos do clínquer Portland: sua caracterização por difração de raio-x e quantificação por refinamento de Rietveld.* Dissertação de mestrado, São Paulo: Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo., 2003, 157.
- Goldstein, J.I, et al. *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis: a text for biologist, materials scientists and geologist.* New York: Plenum Press, 2003.
- Gomes, C. D. B, P Comin-Chiaramonti, R. G Azzone, E Ruberti, e G. E. E Rojas. “Cretaceous carbonatites of the southeastern Brazilian Platform: a review.” *Brazilian Journal of Geology* 48 (2018): 317-345.

- Gomes, C.B, E Ruberti, e L Morbideli. “Carbonatite complexes from Brazil: a review.” *Journal of South American Earth Sciences*, 1990: 51-63.
- Gomide, C. S. “Isótopos de enxofre de complexos alcalino-carbonatíticos na margem da bacia do paraná-Goiás, Minas Gerais e São Paulo.” Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, Brasília, 2011.
- Gottlieb, P, et al. “Using Quantitative Electron Microscopy for Process Mineralogy Applications.” *JOM - The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, 2000: 24-25.
- Grasso, C. B. *Geologia e Geometalurgia dos Minérios de Fosfato na Base do Manto de Intemperismo da Mina do Barreiro, Araxá*. Tese de Doutorado, Instituto Geociências, Brasília: Universidade de Brasília, 2015, 261.
- Grasso, C.B. “Petrologia do complexo alcalino-carbonatítico de Serra Negra, MG. .” Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, 2010, 156.
- Gregory, M.J., J.R. Lang, S. Gilbert, e K.O. Hoal. “Geometallurgy of the Pebble porphyry copper-gold-molybdenum deposit, Alaska: Implications for gold distribution and paragenesis.” *Economic Geology* 108 (2013): 463-482.
- Gu, Y. “Automated scanning electron microscope based liberation analysis. .” *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 2 (2003): 33-41.
- Guarino, V, et al. “U–Pb Ages, Geochemistry, C–O–Nd–Sr–Hf Isotopes and Petrogenesis of the Catalão II Carbonatitic Complex (Alto Paranaíba Igneous Province, Brazil): implications for regional-scale heterogeneities in the Brazilian carbonatite associations.” *International Journal of Earth Sciences*, 2017: 1963-1989.
- Guarino, V, et al. “U–Pb ages, Sr–Nd- isotope geochemistry, and petrogenesis of kimberlites, kamafugites and phlogopite-picrites of the Alto Paranaíba Igneous Province, Brazil.” *Chemical Geology*,, 2013: 65-82.
- Henderson, S.J., Shebanova, O., Hector, A.L., McMillan, P.F. and Weller, M.T. “Structural variations in pyrochlore-structured $\text{Bi}_2\text{Hf}_2\text{O}_7$, $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ and $\text{Bi}_2\text{Hf}_{2-x}\text{Ti}_x\text{O}_7$ solid solutions as a function of composition and temperature by neutron and X-ray diffraction and Raman spectroscopy. .” *Chemistry of Materials* 19 (2007): 1712-1722.

- Henley, K.J. “Ore dressing mineralogy: a review of techniques, applications and recent developments.” *Geological Society of South Africa. Special Publication*, 1983: 175-200.
- Hoal, K.O. “Getting the geo into geomet.” *SEG Newsletter, no. 73, Society of Economic Geologists*, 2008: 11-15.
- Hoal, K.O., J. Woodhead, e K.S. Smith. “The importance of mineralogical input into geometallurgy programs.” *In: Proceedings of the Second AusIMM International Geometallurgy Conference.*, 2013: 17-26.
- Jácomo, Marta Henrique. *Associação de magnetometria gamaespectrometria, geoquímica e petrografia para modelamento tridimensional da mineralização de nióbio do depósito Morro do Padre*. Dissertação de Mestrado, Brasília: UnB - Universidade de Brasília, 2010.
- Jenkins, R.; Snyder, R. L. “Introduction to X-Ray Powder Diffractometry.” *Chemical Analysis* (John Wiley & sons) 138 (1996): 403.
- Jones, M.P., *Applied Mineralogy: A Quantitative Approach*. London: Graham & Trotman, 1987.
- Jr, Reynolds R.C. “Principles of powder diffraction. In: Bish, D.L; Post, J.E. Modern powder diffraction.” *Mineralogy Society of America, Reviews in Mineralogy* 20 (1989): 19-43.
- Klein, C., e B. Dutrow. *Manual de Ciência dos Minerais*. Porto Alegre: Bookman, 2012.
- Klimpel, R. R., e R. D. Hansen. “Frothers.” Em *Reagents in Mineral Technology*, por P. Somasundaran e Brij M. Moudgil. 1988.
- Krasnova, N. I., Balaganskaya, E. G., Garcia, D. “Kovdor—classic phoscorites and carbonatites. Phoscorites and Carbonatites from Mantle to Mine: the Key Example of the Kola Alkaline Province.” *Mineralogical Society*, 2004: 99-132.
- Kwitko-Ribeiro, R. “New sample preparation developments to minimize mineral segregation in process mineralogy.” *Proceedings of the 10th International Congress for Applied Mineralogy (ICAM)*. Trondheim, Norway, 2011. 411-417.
- Le Bas, M.J. “Fenites associated with carbonatites.” *Canadian Mineralogist* 46 (2008): 915-932.

- Le Maitre, R.W. *Igneous Rocks: a Classification and Glossary of Terms: Recommendations of the International Union of Geological Sciences Subcommittee on the Systematics of Igneous Rocks*. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2002.
- Leonardos, O.H, M.N Ulbrich, e J.C Gaspar. “The Mata da Corda volcanic rocks.” Edição: O.H., Meyer, H.O.A., Gaspar, J.C. Leonardos. *5th International Kimberlite Conference*. Araxá, Brazil: CPRM, 1991. 65-73.
- Lotter, N.O., Kormos, L.J., Oliveira, J.F., Fragomeni, D., Whiteman, E.,. “Modern process mineralogy: two case studies.” *Minerals Engineering*, 2011: 638-650.
- Lotter, N.O., L.J. Kormos, J.F. Oliveira, D. Fragomeni, e E. Whiteman. “Modern process mineralogy: two case studies.” *Minerals Engineering*, 2011: 638-650.
- Lottermoser, B. G., e B. M. England. “Compositional variation in pyrochlores from the Mt Weld carbonatite laterite, Western Australia.” *Mineralogy and Petrology* 38 (1988): 37-51.
- Macchiarola, K., U. Koenig, L. Gobbo, I. Campbell, A.M. McDonald, e J. Cirelli. “Modern Xray diffraction techniques for exploration and analysis of ore bodies.” *In: Proceedings of Exploration 07: Fifth Decennial International Conference on Mineral Exploration; Geochemical Case Histories & Geochemical Exploration Methods - Paper 86*. 2007. 1007-1011.
- Machado Junior, D.L. “Geologia e Aspectos Metalogenéticos do Complexo AlcalinoCarbonatítico de Catalão II (GO).” Dissertação de Mestrado, Instituto de Geociências, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1991, 101.
- Machado Junior, D.L. “Idades Rb/Sr do complexo alcalino-carbonatítico de Catalão II (GO).” *Congresso Brasileiro de Geologia*, 1992: 91-93.
- McCusker, L. B., R. B. Von Dreele, D. E. Cox, D. Louër, e P. Scardi. “Rietveld refinement guidelines.” *Journal of Applied Crystallography*, 1999: 36-50.
- Mitchell, R. H. “Carbonatites and carbonatites and carbonatites.” *The Canadian Mineralogist*, 2005a: 2049–2068.
- Mitchell, R. H. “Mineralogical and experimental constraints on the origin of niobium mineralization in carbonatites.” *In: Linnen, R.L., Samson, I.M. (Eds.), Rare Element*

- Geochemistry and Mineral Deposits. Geol. Assoc. Canada Short Course Notes*, 2005b: 201-216.
- Moita Neto J.M., Moita G.C. “Uma Introdução à Análise Exploratória de Dados Multivariados.” *Química Nova*, 1998: 469.
- Moita Neto, J.M., e G.C. Moita. “Uma Introdução à Análise Exploratória de Dados Multivariados.” *Química Nova*, 1998: 467-469.
- Morogan, V. “Ijolite versus carbonatite as sources of fenitization.” *Terra Nova* (Wiley Online Library), 1994.
- Nasraoui, M., e J.C. Waerenborgh. “Fe speciation in weathered pyrochlore-group minerals from the Lueshe and Araxa (Barreiro) carbonatites by Fe-57 Mossbauer spectroscopy.” *Canadian Mineralogist* 39 (2001): 1073-1080.
- Neumann, R, C.L Schneider, e A.A. Neto. “Caracterização Tecnológica de Minérios.” Em *Tratamento de Minérios*. Rio de Janeiro: CETEM, 2002.
- Neumann, R, C.L Schneider, e A.A. Neto. “Caracterização Tecnológica de Minérios.” Em *Tratamento de Minérios*, edição: Sampaio J.A., Almeida S.L.M. Luz A.B., 55-109. Rio de Janeiro: CETEM, 2004.
- Newcombe, B. “Lessons learned from geometallurgical investigations carried out on a nickel sulfide flotation plant.” *The first AUSIMM International Geometallurgy Conference*. Brisbane, Australia, 2011. 139-150.
- Newton, M.J., Graham, J.M. “Spatial modelling and optimisation of geometallurgical indices.” *The first AUSIMM International Geometallurgy Conference*. Brisbane, Australia, 2011. 247-261.
- Oliveira, Ítalo Lopes de. *Isótopos de Nd e Sr em minerais de diferentes séries petrogenéticas nos complexos alcalino-carbonatíticos de Salitre e Catalão I*. Dissertação de mestrado, Brasília: Universidade de Brasília, 2015.
- Palmieri, M, A.J.D Ferrari, J.A Brod, e P.A.R Barbosa. “Geologia da mina de fosfato a Copebrás no Complexo Foscorítico-Carbonatítico de Catalão I.” *43º Congresso Brasileiro de Geologia*. Aracaju, 2006.

- Palmieri, M. “Modelo Geológico e Avaliação de Recursos Minerais do Depósito de Nióbio Morro do Padre, Complexo alcalino-carbonatítico Catalão II, GO.” Dissertação de mestrado, Instituto de Geociências, Universidade de Brasília,, Brasília, 2011, 126.
- Pereira L, Birtel S, Möckel R, Michaux B, Silva AC, Gutzmer J. “Constraining the Economic Potential of By-Product Recovery by Using a Geometallurgical Approach: The Example of Rare Earth Element Recovery at Catalão I, Brazil.” *Economic Geology*, 2019.
- Pereira, Lucas. *Rare Earth elements as a possible by-product at the Catalao I Nb deposit, Brazil: a geometallurgical approach*. Dissertação Mestrado, EMerald - Erasmus Mundus Master in Georesources Engineering, 2017.
- Petruk, W. “Determining mineralogical characteristics by image analysis. In: Advanced microscopic studies of ore minerals.” *Mineralogical Association of Canada*, 1990: 409-425.
- Petruk, W. “The capabilities of the microprobe Kontron image analysis system: application to mineral beneficiation.” *Scanning microscopy* 2 (1988): 1247-1256.
- Peyerl, W. “The metallurgical implications of the mode of occurrence of platinum-group metals in the Merensky Reef and UG-2 chromitite of the Bushveld complex.” *Special Publication Geological Society South Africa*, 1983: 295–300.
- Pooler, R., e B. Dold. “Optimization and Quality Control of Automated Quantitative Mineralogy Analysis for Acid Rock Drainage Prediction.” *Minerals* 7, 2017: 12.
- Reed, S. J. B. “Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology .” *Cambridge University*, 1996: 201.
- Ribeiro, C. C, J. A Brod, T. C Junqueira-Brod, J. C Gaspar, e I. A Petrinovic. “Mineralogical and field aspects of magma fragmentation deposits in a carbonate–phosphate magma chamber: evidence from the Catalão I complex, Brazil.” *Journal of South American Earth Sciences*, 2005: 355-369.
- Ribeiro, C.C, J. A Brod, T.C Junqueira-Brod, J.C Gaspar, M Palmieri, e P.F.O Torres, M.G., Grasso, C.B., Barbosa, E.S.R., Barbosa, P.A.R., Ferrari, A.J.D., Gomide, C.S Cordeiro. “Potencial e controles metalogenéticos de ETR, Ti e Nb em províncias alcalino-carbonatíticas brasileiras.” Em *Metalogenia das Províncias Tectônicas do Brasil CPRM*, 559-589. 2014.

- Ribeiro, C.C. *Geologia, geometalurgia, controles e gênese dos depósitos de fósforo, terras raras e titânio do complexo carbonatítico Catalão I, GO*. Tese de doutorado, Brasília: Universidade de Brasília, 2008.
- Rietveld, Hugo M. “A profile refinement method for nuclear and magnetic structures.” *Journal of Applied Crystallography*, 1969: 65-71.
- Rocha, Eronaldo Bonfim, Mohamed Nasraoui, François Soubiès, Essaid Bilal, e Pierre de Parseval. “Évolution géochimique du pyrochlore au cours de l’altération météorique du gisement de Catalão II (Goiás, Brésil).” *Comptes Rendus de l’Académie des Sciences. Sciences de la Terre et des Planètes* 332 (2001): 91-98.
- Røisi, Ida, e Kurt Aasly. “The effect of graphite filler in sample preparation for automated mineralogy – a preliminary study.” *Mineralproduksjon* 8, 2018.
- Rouse, R.C., Dunn, P.J., Peacor, D.R., Wang L. “Structural studies of the natural antimonian pyrochlores: I. Mixed valency, cation site splitting, and symmetry reduction in lewisite.” *Journal of Solid State Chemistry* 141 (1998): 562-569.
- Santos, H. N., Neunmann, R., Faulstich, F. R. L. *Caracterização mineralógica de Pirocloro relacionado a carbonatitos*. XXI Jornada de Iniciação Científica, Rio de Janeiro: CETEM, 2013.
- Sgarbi, P.B.A, e J.C Gaspar. “Geochemistry of Santo Antonio da Barra Kamafugites, Goiás, Brazil.” *Journal of South American Earth Sciences* 14 (2002): 889-901.
- Sgarbi, P.B.A, L Heaman, e J.C Gaspar. “U-Pb perovskite ages for Brazilian kamafugitic rocks: Further support for a temporal link to a mantle plume hotspot track.” *Journal of South American Earth Sciences* 16 (2004): 715-724.
- Shimizu, V.K., H. Kahn, J.L Antoniassi, e C Ulsen. “Copper ore type definition from Sossego Mine using X-ray diffraction and cluster analysis technique.” *REM: Rev. Esc. Minas* 65 (2012): 561-566.
- Silva, J., D. Gonçalves, P.C. Rufino, E. Moringo, e W.A. Souza. “Produção de Nióbio a partir do Beneficiamento de Rocha Fresca da Mina Boa Vista.” *18º Simpósio de Mineração da ABM Week*, 2017: 1-16.

- Silva, V.H.R.M. “Caracterização de minerais do supergrupo do pirocloro de pegmatitos da Província Pegmatítica de São João Del Rei, Minas Gerais.” Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2020.
- Simandl, G.J, e S Paradis. “Carbonatites: Related ore deposits, resources, footprint, and exploration methods.” *Applied Earth Science, Transactions of the Institutions of Mining and Metallurgy*, 2018: 123-152.
- Somasundaran, P, e B.M. Moudgil. *Reagents in Mineral Technology, Surfactant Science Series*. Edição: Marcel Dekker. Vol. 27. New York: Marcel Dekker. Inc. , 1988.
- Sonoki, I.K, e G.M Garda. “Idades K-Ar de rochas alcalinas do Brasil meridional e Paraguai oriental: compilação e adaptação às novas constantes de decaimento.” *Série Científica 19: Boletim IG-USP*, 1988: 63-85.
- Sutherland, D. N., e P. Gottlieb. “Application of Automated Quantitative Mineralogy in Mineral Processing.” *Minerals Engineering* 4 (1991): 753-762.
- Thompson, R.N, et al. “Migrating Cretaceous-Eocene magmatism in the Serra do Mar alkaline province, SE 258 Brazil: melts from the deflected Trindade mantle plume?” *Journal of Petrology*, 1998: 1496-1526.
- Toledo, M.C.M., Lenharo, S.L.R., Ferrari, V.C., Fontan, F., Paserval, P. “The compositional evolution of apatite in the weathering profile of the Catalao I alkaline-carbonatitic complex, Goiás, Brazil.” *Canadian Mineralogist* 42 (2004): 1259-1278.
- Valadão, G.E.S., e A.C. Araujo. *Introdução ao Tratamento de Minérios*. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2007.
- Vann, J., J. Jackson, e Coward, S., Dunham, S. “The geomet curve – a model for implementation of geometallurgy.” *The first AUSIMM International Geometallurgy Conference*. Brisbane, 2011. 35-43.
- Veiga, M.M., e N.H. Porphório. *Caracterização tecnológica de minérios – Parte I*. Rio de Janeiro, 1986.
- Verplanck, P.L., e B.S Van Gosen. “Carbonatite and alkaline intrusion-related rare earth element deposits—A deposit model.” (U.S. Geological Survey) 2011: 6.

- Williams, S.R., Richardson, J.M. “Geometallurgical mapping: a new approach that reduces technical risk.” *Proceedings of the 36th Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors*. Ontario, Canadá, 2004. 241-268.
- Woolley, A. R., Kempe, D. R. C. “Carbonatites: nomenclature, average chemical compositions, and element distribution.” Em *Carbonatites: Genesis and Evolution*, por K. Bell, 1-14. London: Unwin Hyman, 1989.
- Woolley, A. R., Kjarsgaard, B. A. “Paragenetic types of carbonatite as indicated by the diversity and relative abundances of associated silicate rocks: evidence from a global database.” *The Canadian Mineralogist*, 2008: 741-752.
- Woolley, A.R. “The Spatial and Temporal Distribution of Carbonatites.” Em *Carbonatites: Genesis and Evolution*, por K. Bell, 15-37. London: Unwin Hyman, 1989.
- Yegorov, L.S.,. “Phoscorites of the Maymecha-Kotuy ijolite-carbonatite association. .” *International Geology Review*, 1993: 346-358.
- Zaitsev, A., Bell, K. “Sr and Nd isotope data of apatite, calcite and dolomite as indicators of source, and the relationships of phoscorites and carbonatites from the Kovdor massif, Kola peninsula, Russia.” *Contr. Mineral. and Petrol.* 121, 1995: 324-335.
- Zharikov V.A., Pertsev N.A., Rusinov V.L., Callegari E., Fettes D.J. “Metasomatism and metasomatic rocks.” *Recommendations by the IUGS Subcommittee on the Systematics of Metamorphic Rocks*, 2007.
- Zussman, J. “X-Ray diffraction.” Em *Physical methods in determinative mineralogy.*, 391-473. London: Academic Press, 1977.

ANEXO I – ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X - PILHAS 2019

FRX (%)	Al ₂ O ₃	BaO	CaO	Fe ₂ O ₃	MgO	MnO ₂	Na ₂ O	Nb ₂ O ₅	P ₂ O ₅	PbO	S	SiO ₂	Ta ₂ O ₅	ThO ₂	TiO ₂	U ₃ O ₈	SrO
1	3.7	2.0	20.3	16.3	6.3	0.3	0.4	1.3	2.0	0.0	0.8	19.4	0.0	0.1	2.3	0.0	1.4
2	4.6	2.4	19.8	14.5	6.2	0.3	0.4	1.1	1.7	0.0	1.4	21.2	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4
3	3.5	2.6	20.3	16.4	5.9	0.3	0.4	1.3	2.0	0.0	1.4	19.2	0.0	0.1	2.0	0.0	1.5
4	4.1	2.6	20.1	14.6	5.8	0.3	0.4	1.1	1.6	0.0	0.0	20.6	0.0	0.1	1.9	0.0	1.5
6	3.8	2.3	21.6	14.6	5.9	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	1.4	18.9	0.0	0.1	1.8	0.0	1.6
7	4.6	2.0	18.7	14.1	6.3	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	1.4	21.3	0.0	0.1	2.3	0.0	1.3
9	4.7	2.4	19.1	13.8	6.5	0.3	0.4	1.0	1.9	0.0	1.4	21.9	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4
11	4.3	2.6	19.7	14.4	6.3	0.3	0.4	1.2	1.6	0.0	1.4	20.2	0.0	0.1	2.1	0.0	1.5
12	4.5	2.7	20.6	13.1	6.3	0.3	0.4	0.9	1.6	0.0	1.5	20.9	0.0	0.1	1.7	0.0	1.5
15	4.7	2.5	20.1	12.5	6.4	0.3	0.4	1.0	1.8	0.0	1.7	22.2	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4
16	5.0	2.5	19.1	13.6	6.5	0.3	0.4	1.0	1.7	0.0	1.6	21.2	0.0	0.1	1.9	0.0	1.3
17	4.7	2.3	19.8	14.3	6.3	0.3	0.4	1.3	2.0	0.0	1.8	20.7	0.0	0.1	2.2	0.0	1.3
19	4.1	2.3	21.3	12.5	5.8	0.2	0.4	1.1	1.6	0.0	1.5	20.5	0.0	0.1	1.8	0.0	1.6
21	5.0	2.0	17.4	14.1	5.9	0.3	0.4	1.1	1.9	0.0	0.0	24.5	0.0	0.1	2.0	0.0	1.3
23	5.3	2.3	18.2	13.4	6.1	0.3	0.4	1.0	1.8	0.0	1.2	23.7	0.0	0.1	1.7	0.0	1.4
24	5.3	2.2	18.2	13.1	6.3	0.3	0.4	1.0	1.6	0.0	0.9	24.7	0.0	0.0	1.8	0.0	1.4
28	4.9	2.5	18.3	13.9	6.3	0.3	0.4	1.1	1.9	0.0	0.6	23.0	0.0	0.1	1.7	0.0	1.3
29	4.6	2.5	20.0	13.5	6.4	0.3	0.4	1.1	1.6	0.0	1.1	20.4	0.0	0.1	2.2	0.0	1.4
30	4.3	2.5	21.0	13.3	5.9	0.3	0.4	1.0	1.6	0.0	0.9	20.4	0.0	0.1	1.8	0.0	1.6
31	4.1	2.6	21.6	12.5	5.9	0.3	0.4	1.1	1.7	0.0	1.2	19.8	0.0	0.1	1.7	0.0	1.6
33	4.3	2.1	20.7	14.6	6.3	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	0.5	19.5	0.0	0.1	2.4	0.0	1.5
35	4.5	2.2	19.1	14.4	6.5	0.3	0.4	1.0	1.5	0.0	0.5	22.4	0.0	0.1	2.2	0.0	1.5
36	4.0	2.3	20.7	14.0	6.0	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	0.8	20.4	0.0	0.1	2.0	0.0	1.5
37	3.7	2.5	19.7	16.2	6.3	0.3	0.4	1.2	1.7	0.0	0.9	19.6	0.0	0.1	2.5	0.0	1.4
38	4.3	2.6	19.2	14.5	6.3	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	1.0	20.9	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
39	4.4	2.5	20.0	14.9	5.9	0.3	0.4	1.3	1.8	0.0	0.9	21.1	0.0	0.1	2.0	0.0	1.4
42	5.4	2.5	16.8	14.2	6.4	0.3	0.4	0.9	1.3	0.0	0.7	24.3	0.0	0.1	2.1	0.0	1.2
43	3.9	2.6	19.9	13.6	6.2	0.3	0.4	1.1	1.7	0.0	0.9	21.5	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4
44	4.5	2.5	18.8	14.8	6.2	0.3	0.4	1.2	1.7	0.0	1.1	21.2	0.0	0.1	1.9	0.0	1.3
45	4.4	2.6	18.1	14.9	6.6	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	1.0	22.3	0.0	0.1	2.2	0.0	1.4
46	4.4	2.4	19.6	14.7	6.4	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	1.0	20.6	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
47	4.7	2.4	18.4	14.1	6.4	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	0.0	21.2	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
48	5.1	2.3	16.6	15.2	6.7	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	1.2	23.0	0.0	0.1	2.3	0.1	1.2

ANEXO II – ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X- PILHAS 2020

FRX (%)	Al ₂ O ₃	BaO	CaO	Fe ₂ O ₃	MgO	MnO ₂	Na ₂ O	Nb ₂ O ₅	P ₂ O ₅	PbO	S	SiO ₂	Ta ₂ O ₅	ThO ₂	TiO ₂	U ₃ O ₈	SrO
1	4.4	2.5	19.0	14.3	6.4	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	1.1	21.4	0.0	0.1	2.0	0.0	1.4
3	4.5	2.4	19.4	14.3	6.3	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	0.9	21.7	0.0	0.1	1.9	0.0	1.3
4	4.5	3.1	21.7	11.0	6.3	0.2	0.4	1.0	2.4	0.0	0.2	21.9	0.0	0.1	1.4	0.0	1.6
5	4.1	2.5	20.7	14.2	6.2	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	1.2	20.1	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
7	4.8	2.2	18.4	14.2	6.1	0.3	0.4	1.2	1.7	0.0	1.3	21.5	0.0	0.1	2.0	0.0	1.2
8	5.8	2.1	16.2	13.8	6.2	0.3	0.4	1.0	1.6	0.0	0.8	25.8	0.0	0.1	2.4	0.0	1.2
9	4.0	2.7	20.7	14.4	6.3	0.3	0.4	1.3	1.7	0.0	1.5	18.7	0.0	0.1	2.2	0.0	1.5
10	4.3	2.7	20.4	13.9	6.0	0.3	0.4	1.1	1.6	0.0	1.1	20.2	0.0	0.1	1.9	0.0	1.5
12	3.5	2.8	23.1	12.9	5.7	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	1.2	18.0	0.0	0.1	1.6	0.0	1.7
13	4.3	2.8	19.4	14.5	6.1	0.3	0.4	1.1	1.7	0.0	1.3	20.9	0.0	0.1	2.1	0.0	1.5
14	4.1	2.7	21.5	13.8	5.8	0.3	0.4	1.1	1.5	0.0	1.2	19.1	0.0	0.1	1.7	0.0	1.5
15	3.8	2.1	19.6	15.7	6.5	0.3	0.3	1.2	2.0	0.0	0.5	21.1	0.0	0.1	2.1	0.0	1.4
16	3.5	2.6	22.8	13.9	5.8	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	1.3	17.2	0.0	0.1	1.9	0.0	1.6
17	4.5	2.6	19.7	14.4	6.4	0.3	0.4	1.2	1.7	0.0	1.0	20.6	0.0	0.1	2.3	0.0	1.5
18	4.3	2.5	19.8	15.6	6.1	0.3	0.4	1.3	2.0	0.0	1.3	19.7	0.0	0.1	1.9	0.0	1.3
19	4.0	2.9	21.6	14.2	6.1	0.3	0.4	1.1	1.7	0.0	1.0	19.1	0.0	0.1	2.1	0.0	1.6
20	4.3	2.4	18.8	16.0	6.7	0.3	0.3	1.2	2.1	0.0	1.0	20.8	0.0	0.1	2.2	0.0	1.3
21	3.8	2.9	20.4	13.6	5.9	0.3	0.4	1.1	1.6	0.0	1.0	20.3	0.0	0.1	2.1	0.0	1.6
22	4.2	2.5	18.7	14.6	6.6	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0		20.6	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
23	3.9	2.7	20.0	15.0	6.1	0.3	0.4	1.2	2.0	0.0	1.2	19.5	0.0	0.1	2.2	0.0	1.5
24	4.0	2.2	21.2	14.8	6.0	0.3	0.4	1.1	2.0	0.0	1.2	18.8	0.0	0.1	2.0	0.0	1.4
25	4.5	2.4	19.2	14.7	6.2	0.3	0.4	1.2	1.9	0.0	1.1	20.3	0.0	0.1	2.1	0.0	1.4
27	4.4	2.6	19.4	13.7	6.0	0.3	0.4	1.1	1.7	0.0	1.3	21.2	0.0	0.1	2.0	0.0	1.4
28	3.9	2.5	20.6	14.5	6.2	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	0.7	20.1	0.0	0.1	1.9	0.0	1.5
29	3.8	2.9	20.8	13.9	5.9	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	0.8	20.1	0.0	0.1	1.9	0.0	1.7
30	4.4	2.4	20.0	13.9	6.0	0.3	0.4	1.3	1.7	0.0	1.3	20.4	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4
31	4.2	2.6	20.4	13.9	5.9	0.3	0.4	1.1	1.7	0.0	1.4	20.1	0.0	0.1	2.0	0.0	1.5
32	4.0	2.8	20.5	14.2	5.9	0.3	0.4	1.2	2.0	0.0	1.0	20.0	0.0	0.1	1.9	0.0	1.7
33	4.3	2.5	19.2	14.6	6.1	0.3	0.4	1.2	1.9	0.0	1.2	21.9	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
34	4.0	2.7	17.6	13.6	5.6	0.3	0.4	1.2	1.5	0.0	0.0	21.0	0.0	0.1	1.6	0.0	1.4
35	3.6	2.6	22.2	14.0	6.0	0.3	0.3	1.1	1.9	0.0	1.0	19.6	0.0	0.1	1.7	0.0	1.6
36	4.3	2.7	20.6	13.7	5.7	0.3	0.4	1.2	1.8	0.0	0.9	20.6	0.0	0.1	1.8	0.0	1.5
37	4.4	2.8	18.7	13.7	6.4	0.3	0.4	1.2	1.6	0.0	0.6	22.3	0.0	0.1	1.8	0.0	1.5
38	4.0	3.0	20.5	13.9	6.3	0.3	0.4	1.1	1.8	0.0	0.6	20.3	0.0	0.1	1.6	0.0	1.6
39	3.8	2.4	20.5	14.5	6.7	0.3	0.5	1.2	1.8	0.0	0.4	20.8	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4
40	4.1	2.7	20.3	14.8	5.9	0.3	1.7	1.2	1.9	0.0	0.7	20.5	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
41	3.9	2.6	19.3	14.4	6.8	0.3	0.5	1.1	1.8	0.0	0.6	21.9	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4
42	3.9	2.5	20.0	13.7	6.3	0.3	0.4	1.2	1.7	0.0	0.5	21.7	0.0	0.1	1.9	0.0	1.5
43	3.9	2.9	18.5	13.6	6.0	0.3	0.3	1.2	1.6	0.0	0.6	21.5	0.0	0.1	1.9	0.0	1.4
44	4.0	2.9	21.1	12.9	6.1	0.3	0.3	1.0	1.8	0.0	0.6	20.0	0.0	0.1	1.7	0.0	1.6
45	3.9	2.9	20.0	14.1	6.2	0.3	0.3	1.2	1.8	0.0	0.6	20.1	0.0	0.1	1.9	0.0	1.7
46	3.9	2.7	20.3	14.6	6.1	0.3	0.3	1.1	1.8	0.0	0.6	20.2	0.0	0.1	1.9	0.0	1.5
47	3.9	2.7	20.3	14.9	6.3	0.3	0.3	1.2	1.8	0.0	0.6	20.3	0.0	0.1	1.9	0.0	1.5
48	4.4	2.4	19.5	13.6	6.6	0.3	0.3	1.1	1.9	0.0	0.7	21.2	0.0	0.1	1.7	0.0	1.3
49	3.9	2.2	20.3	15.0	6.0	0.3	0.3	1.1	2.0	0.0	0.7	20.8	0.0	0.1	1.7	0.0	1.2
50	3.6	2.6	20.1	15.4	6.7	0.3	0.3	1.2	2.0	0.0	0.7	20.0	0.0	0.1	1.8	0.0	1.4

ANEXO III – QUANTIFICAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X - PILHAS 2019

PILHAS 2019	Magnetite	Ilmenite	Rutile/Anatase	Pyrochlore I	Pyrochlore II	Calcite	Dolomite	Ankerite	Strontianite	Siderite	Norsethite	Fluorapatite I	Barite	Quartz	Orthoclase	Microcline	Actinolite	Tetraferriphlogopite	Biotite	Phlogopite
1	7.70	2.17	0.88	0.99	1.67	22.48	3.98	6.81	1.20	1.08	1.30	5.64	2.25	2.40	8.61	4.71	4.48	8.17	6.77	6.73
2	7.16	1.63	0.98	0.85	1.39	22.58	5.38	6.37	1.30	0.98	1.27	5.12	2.77	2.07	11.38	5.30	3.89	7.53	7.25	4.80
3	8.50	1.72	1.26	1.02	1.42	21.46	3.62	7.78	1.24	1.29	1.22	5.31	3.06	2.37	9.57	4.67	4.27	8.66	5.23	6.34
4	6.27	1.47	0.95	0.89	1.31	22.18	4.82	7.94	1.29	0.96	1.16	4.69	3.27	2.20	11.05	5.66	4.21	7.96	5.78	5.97
6	5.55	1.77	0.88	0.83	1.22	26.17	3.32	6.45	1.23	0.97	1.29	5.31	2.69	1.93	9.26	4.80	4.13	7.82	8.27	6.12
7	5.34	1.90	1.17	0.91	1.37	20.19	4.55	7.27	1.26	1.15	1.10	4.61	2.70	2.75	12.15	5.21	4.77	8.19	7.87	5.56
9	6.03	1.52	1.07	0.90	1.45	20.25	3.41	8.07	1.27	1.14	1.13	4.89	3.29	2.69	11.04	5.61	4.13	8.23	8.15	5.76
11	6.84	1.59	1.02	0.69	1.45	23.86	3.23	8.26	1.38	1.10	1.13	4.56	3.21	1.79	9.75	5.12	4.11	7.19	9.04	4.68
12	5.83	1.12	1.22	0.97	1.09	24.24	4.28	7.08	1.40	0.85	1.20	4.50	2.69	1.96	12.08	4.88	3.36	8.53	7.60	5.12
15	5.11	1.47	0.92	0.65	1.44	23.62	4.57	7.52	1.26	0.78	1.14	4.89	3.15	2.23	12.11	5.56	4.27	5.78	6.14	7.41
16	5.75	1.60	0.96	0.61	1.22	23.47	4.27	7.62	1.40	0.92	0.91	4.73	3.18	1.61	11.18	6.47	3.98	6.42	8.35	5.38
17	5.98	2.18	1.00	0.72	1.55	23.64	4.19	7.41	1.22	1.08	1.03	5.34	3.02	2.10	9.93	4.99	4.29	6.72	7.64	5.97
19	4.97	1.41	0.92	0.83	1.24	28.55	3.78	7.84	1.39	0.84	1.21	4.67	2.70	2.17	9.46	4.33	4.24	6.38	7.35	5.72
21	6.29	2.11	1.20	0.76	1.41	20.17	4.22	6.11	1.15	0.92	1.08	5.27	2.51	2.87	13.79	5.87	4.52	7.31	7.11	5.34
23	6.13	1.53	0.99	0.84	1.30	19.71	4.54	6.66	1.29	1.00	1.22	5.01	2.91	2.48	11.18	6.44	4.44	7.65	8.62	6.07
24	5.10	1.50	1.27	0.96	1.28	20.43	4.57	6.47	1.10	0.58	1.33	5.11	2.39	2.24	12.62	5.91	3.87	9.20	8.09	5.99
28	6.55	1.35	0.86	0.78	1.27	19.33	4.40	5.81	1.02	0.65	1.31	5.11	2.74	1.56	12.17	5.98	3.48	9.62	10.55	5.46
29	5.37	2.15	0.94	1.13	1.21	25.02	4.19	6.45	1.26	0.58	1.44	4.54	2.56	1.83	9.25	4.20	3.06	7.83	8.99	8.02
30	5.16	1.43	1.19	0.98	1.17	26.04	3.42	7.01	1.62	0.89	1.29	4.43	2.80	2.62	10.26	4.48	3.77	7.69	8.05	5.71
31	5.40	1.25	1.03	0.93	1.30	25.74	3.90	7.36	1.31	0.85	1.26	4.70	2.87	2.08	10.28	4.64	3.79	7.89	6.31	7.11
33	6.33	2.30	1.08	0.94	1.27	23.57	4.10	5.58	1.12	0.56	1.50	5.23	1.86	1.96	11.24	4.77	3.69	7.75	8.55	6.59
35	6.21	1.71	0.99	1.03	1.11	22.45	4.45	5.47	1.22	0.58	1.33	4.73	1.83	1.67	12.36	4.50	3.67	8.78	8.40	7.51
36	6.62	2.15	1.02	0.74	1.23	24.05	4.51	6.27	1.35	0.80	1.18	4.77	2.59	1.95	11.34	4.52	4.30	6.99	8.22	5.40
37	7.46	2.46	0.99	0.86	1.31	23.13	4.19	7.21	1.22	1.16	1.07	4.89	2.84	1.77	8.56	3.97	4.73	6.89	8.94	6.37
38	7.12	1.68	1.03	0.94	1.50	21.14	4.37	6.88	1.21	0.95	1.26	5.52	2.83	1.93	10.06	4.79	4.57	7.11	8.98	6.13
39	6.01	1.96	1.17	0.71	1.15	20.50	4.51	6.75	1.20	1.05	0.98	4.37	2.73	2.37	14.28	5.47	5.25	6.06	8.73	4.76
42	6.91	2.24	0.97	0.98	1.41	18.69	4.00	8.50	1.15	0.88	1.12	4.30	3.08	2.35	11.98	5.59	4.18	7.22	7.28	7.17
43	6.28	1.52	0.99	0.69	1.41	22.84	4.65	6.53	1.30	1.02	1.00	4.16	2.96	2.01	12.06	4.43	4.84	7.07	7.97	6.29
44	6.15	0.99	1.22	0.80	1.54	20.76	3.95	7.34	1.31	0.99	1.22	5.10	2.74	1.87	12.52	5.41	4.76	7.43	8.33	5.59
45	6.88	2.15	1.07	0.85	1.50	18.71	4.44	7.36	1.41	1.01	1.19	4.69	2.99	1.88	11.97	5.33	3.78	7.84	8.65	6.31
46	7.47	1.71	0.95	0.72	1.46	23.84	3.61	6.84	1.22	0.70	1.24	5.62	2.50	1.54	10.24	4.65	3.68	7.60	8.31	6.10
47	6.12	1.50	0.85	0.78	1.42	21.31	4.90	7.14	1.25	1.02	1.29	5.23	2.87	1.75	9.18	5.99	3.90	8.50	8.61	6.39
48	8.05	1.91	1.06	0.76	1.35	16.36	3.38	6.65	1.28	1.20	0.87	4.42	3.02	1.79	12.77	3.82	3.38	12.55	10.98	4.41

ANEXO IV – QUANTIFICAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X – PILHAS 2020

PILHAS 2020	Magnetite	Ilmenite	Rutile/Anatase	Pyrochlore I	Pyrochlore II	Calcite	Dolomite	Ankerite	Strontianite	Siderite	Norsethite	Fluorapatite I	Barite	Quartz	Orthoclase	Microcline	Actinolite	Tetraferriphlogopite	Biotite	Phlogopite
1	7.00	1.69	0.78	0.85	1.54	19.24	4.92	6.55	1.21	0.81	1.28	5.08	3.17	2.10	11.09	6.00	3.87	9.70	8.25	4.86
3	5.43	2.59	1.01	0.91	1.31	23.79	4.18	6.24	1.43	0.86	1.54	4.67	2.53	1.87	10.44	4.84	3.84	8.52	8.90	5.12
4	6.09	1.90	1.04	1.02	1.43	24.50	3.47	7.12	1.22	0.92	1.30	5.21	2.82	2.33	9.65	4.19	3.85	7.94	6.96	7.06
5	6.51	1.20	0.96	1.00	1.41	24.24	4.39	6.12	1.20	0.66	1.46	4.61	3.22	2.26	9.04	5.13	3.93	8.66	6.61	7.38
7	6.25	1.30	0.84	0.88	1.67	20.09	4.23	7.29	1.19	0.99	1.29	4.92	3.20	2.53	9.83	6.15	4.13	7.75	10.05	5.42
8	6.50	2.02	0.74	0.80	1.58	20.88	4.57	7.42	1.23	1.16	1.06	4.74	3.34	1.73	8.81	6.00	3.34	8.32	7.70	8.05
9	5.59	1.53	1.03	0.80	1.52	22.88	5.15	7.35	1.49	0.90	1.31	4.79	3.49	1.70	7.95	5.30	3.27	8.63	8.63	6.73
10	6.71	1.74	1.05	1.04	1.45	21.65	3.38	7.90	1.31	1.11	1.19	4.56	2.78	2.79	10.77	5.03	4.30	7.30	7.71	6.23
12	6.84	1.17	0.98	1.04	1.51	26.55	2.57	7.67	1.54	0.97	1.45	4.34	3.23	2.05	8.43	3.79	3.93	8.88	7.11	5.95
13	5.74	2.11	0.86	0.82	1.43	20.76	3.30	7.81	1.65	1.31	1.03	4.02	3.49	1.78	11.33	3.44	3.95	12.14	6.87	6.16
14	5.52	1.24	0.95	0.98	1.27	27.37	4.09	7.40	1.43	1.01	1.22	4.28	3.19	1.68	9.92	4.36	3.93	5.47	6.70	8.01
15	7.39	1.70	0.73	0.90	1.35	22.08	4.11	5.88	1.16	1.16	1.21	4.99	1.71	1.33	10.67	4.90	4.36	7.57	9.75	7.08
16	7.17	1.54	0.76	0.79	1.38	27.21	5.52	6.92	1.44	1.18	1.22	4.82	2.97	2.23	7.27	4.79	3.59	6.88	5.43	6.89
17	5.90	2.52	1.10	0.85	1.64	19.81	4.36	7.56	1.42	1.19	1.32	3.84	3.13	2.30	9.81	4.02	3.95	8.81	9.78	6.72
18	7.05	1.83	0.96	0.77	1.22	23.82	4.27	7.08	1.32	0.88	1.39	5.46	3.11	1.81	9.39	4.49	3.52	7.41	6.96	7.28
19	7.80	2.37	0.87	0.72	1.38	24.61	4.23	7.17	1.29	1.02	1.10	4.99	3.57	2.09	7.67	5.04	3.57	7.49	6.43	6.61
20	8.12	1.93	0.81	0.83	1.35	20.92	4.24	5.79	1.07	0.59	1.52	6.39	2.42	1.42	8.04	5.49	3.69	8.14	9.52	7.71
21	6.60	1.66	1.06	1.00	1.23	21.65	4.82	6.14	1.55	0.95	1.29	4.79	3.43	1.55	9.11	4.77	4.07	8.04	6.83	8.35
22	6.46	1.60	0.63	1.02	1.25	21.73	3.80	6.29	1.09	0.80	1.44	4.86	2.97	2.09	11.08	5.68	4.09	8.86	7.14	7.14
23	6.70	1.84	0.94	0.76	1.51	23.87	3.51	7.67	1.25	0.76	1.62	5.45	3.16	1.73	8.66	4.10	3.83	7.31	7.71	7.62
24	7.03	1.17	0.98	0.82	1.52	25.35	3.90	7.47	1.44	1.25	0.84	6.01	2.65	1.44	7.49	4.52	6.08	7.28	9.47	6.08
25	5.95	1.49	0.84	0.83	1.41	21.39	4.59	7.60	1.15	1.10	1.25	5.28	3.25	1.76	9.61	5.10	3.42	7.53	10.93	5.53
27	5.97	1.73	1.27	0.90	1.23	21.98	3.45	6.78	1.33	0.89	1.31	4.52	3.49	3.16	11.20	5.76	4.70	6.08	7.89	6.37
28	6.16	1.90	1.12	1.04	1.40	21.74	1.19	9.09	1.15	1.14	1.14	5.60	2.98	2.67	11.18	4.68	4.33	6.24	8.62	6.65
29	6.34	1.87	1.56	0.88	1.50	20.72	3.64	9.22	1.68	1.29	1.19	5.11	3.59	2.94	9.67	4.27	4.19	7.87	7.13	5.35
30	6.32	1.95	0.83	0.71	1.28	25.17	4.69	6.58	1.14	0.92	1.36	4.63	2.70	1.57	10.44	4.62	4.11	6.82	9.27	4.89
31	7.17	1.01	0.77	0.84	1.51	24.52	3.51	7.12	1.27	0.71	1.37	5.25	3.69	1.82	10.48	4.44	3.95	6.97	8.37	5.24
32	6.53	1.07	1.27	0.79	1.55	22.78	3.57	8.64	1.47	0.89	1.25	6.10	3.50	2.24	10.45	4.24	3.16	7.66	5.90	6.96
33	7.21	1.17	0.93	0.61	1.20	22.70	4.06	6.19	1.30	0.84	1.25	5.13	3.19	2.56	12.06	4.92	3.93	7.19	6.18	7.39
34	6.62	1.86	0.75	0.92	1.52	21.67	4.21	7.66	1.18	0.92	1.28	4.74	3.22	2.32	10.07	5.23	3.94	8.11	6.47	7.31
35	6.82	1.12	1.08	0.80	1.52	24.87	4.14	8.30	1.50	1.19	1.33	5.24	3.13	1.80	9.76	4.02	4.36	6.77	6.64	5.60
36	5.75	1.65	0.90	0.93	1.42	23.06	4.17	7.23	1.30	0.85	1.30	5.18	3.07	1.95	10.40	4.72	4.31	8.59	6.53	6.69
37	5.59	0.98	1.10	0.72	1.44	20.34	4.29	8.66	1.57	1.42	1.13	4.83	3.61	2.31	12.43	5.25	4.58	7.11	7.10	5.57
38	6.15	1.00	1.07	0.83	1.14	23.23	4.05	7.97	1.35	0.87	1.24	5.16	3.27	1.84	10.80	4.75	4.58	6.42	8.02	6.26
39	6.60	2.12	1.06	0.92	1.07	23.58	4.48	6.80	1.25	0.79	1.44	5.28	2.54	1.93	9.01	4.82	3.63	6.90	8.35	7.45
40	6.43	1.19	0.74	0.91	1.41	23.01	4.65	7.66	1.29	1.06	1.31	5.54	3.55	3.02	9.55	5.66	3.93	6.51	6.16	6.44
41	5.63	1.51	0.96	0.99	1.19	21.91	4.64	5.55	1.12	0.93	1.32	5.09	2.77	1.66	11.89	5.05	4.28	7.57	7.59	8.36
42	6.30	2.25	1.04	0.65	1.32	24.16	4.72	7.28	1.28	0.86	1.20	4.44	3.32	1.74	10.48	4.93	3.39	6.64	7.14	6.86
43	5.91	1.50	1.12	0.77	1.39	20.86	4.36	8.63	1.51	1.29	1.10	4.52	3.84	2.65	10.18	5.51	4.76	7.15	7.40	5.57
44	5.95	1.27	1.06	0.87	1.16	24.06	4.29	7.79	1.48	1.15	1.36	4.70	3.06	1.82	9.96	4.69	3.82	7.52	8.04	5.96
45	5.75	1.14	1.11	0.78	1.11	23.47	4.70	8.93	1.52	1.14	1.22	4.69	3.58	2.01	9.61	4.56	3.61	7.80	7.86	5.42
46	6.09	1.42	0.86	0.80	1.50	23.25	5.05	7.43	1.36	0.84	1.28	4.90	3.29	2.65	10.91	4.79	4.00	6.24	7.85	5.50
47	7.58	1.67	0.87	0.71	1.57	23.51	4.49	6.42	1.33	1.23	1.27	4.95	3.04	1.80	9.87	4.74	3.84	6.57	8.87	5.67
48	6.26	1.37	0.85	0.79	1.22	21.30	2.98	7.11	1.34	1.06	1.01	4.27	2.68	1.58	10.99	3.15	4.13	11.55	10.04	6.31
49	8.04	1.60	1.01	0.62	1.36	26.67	4.00	5.76	1.05	0.82	0.99	5.22	2.63	1.74	10.46	4.07	3.72	5.76	7.62	6.89
50	6.68	0.95	0.93	0.73	1.79	23.18	4.70	5.60	1.47	1.23	1.48	5.57	3.08	1.15	8.67	3.77	2.48	10.35	10.19	6.02

ANEXO V – RECUPERAÇÃO DE Nb₂O₅ – PILHAS 2019

Pilhas 2019	RECUPERAÇÃO Nb ₂ O ₅					Global
	Deslamagem	Flot. Silicatos	Flot. Carbonatos	Sep. Magnético	Flot. Nióbio	
1	94.4	94.3	90.0	96.9	88.1	68.4
2	90.9	96.5	98.7	97.1	87.8	73.7
3	90.3	92.1	87.7	96.1	78.2	54.8
4	93.6	97.1	97.1	95.0	80.0	67.1
6	91.7	95.1	95.7	96.9	85.8	69.4
7	90.9	94.7	93.7	96.5	89.0	69.2
9	93.7	92.6	86.6	98.2	86.9	64.2
11	92.4	95.3	92.6	96.3	77.4	60.9
12	92.5	95.2	91.9	96.0	85.6	66.5
15	91.6	97.2	98.3	96.5	87.0	73.5
16	92.1	95.5	88.7	96.5	79.0	59.5
17	86.3	91.8	90.0	97.2	88.1	61.1
19	90.1	98.5	87.2	96.8	75.2	56.2
21	88.8	94.2	94.3	96.8	80.6	61.6
23	84.5	92.6	94.7	97.2	82.2	59.3
24	91.7	96.1	96.5	96.9	75.8	62.5
28	91.2	96.7	87.6	96.8	80.6	60.3
29	92.8	97.9	82.2	96.9	75.3	54.5
30	88.7	96.7	90.5	97.2	65.5	49.4
31	90.5	98.0	90.2	97.0	78.6	61.0
33	93.4	92.3	96.6	95.7	91.1	72.6
35	93.3	97.1	85.2	97.0	73.0	54.6
36	92.6	90.4	89.4	96.1	74.9	53.9
37	93.2	92.0	90.0	95.6	56.3	41.5
38	93.5	96.8	91.4	97.2	70.2	56.4
39	90.5	92.8	90.5	97.1	55.9	41.2
42	93.2	94.3	91.0	96.1	75.5	58.1
43	93.7	96.7	89.4	96.9	64.9	50.9
44	92.9	93.7	90.5	96.8	84.7	64.6
45	93.4	96.3	91.9	97.6	87.6	70.7
46	93.3	96.0	89.1	96.2	85.1	65.3
47	93.6	95.0	87.5	96.7	82.5	62.0
48	93.6	95.5	90.1	96.5	69.8	54.2

ANEXO VI – RECUPERAÇÃO DE Nb₂O₅ – PILHAS 2020

Pilhas 2020	RECUPERAÇÃO Nb ₂ O ₅					Global
	Deslamagem	Flot. Silicatos	Flot. Carbonatos	Sep. Magnético	Flot. Niobatos	
1	92.6	97.1	87.7	96.9	73.4	56.1
3	93.3	97.0	88.5	96.4	65.9	50.9
4	92.5	97.8	93.6	98.0	69.3	57.5
5	94.6	91.8	89.9	95.6	86.9	64.9
7	92.8	92.3	87.6	97.6	87.9	64.3
8	93.8	91.1	94.3	97.7	88.5	69.6
9	94.8	96.5	80.0	98.5	75.6	54.5
10	93.8	96.6	94.7	98.4	74.5	63.0
12	94.3	93.5	85.4	98.0	87.1	64.3
13	94.4	91.6	82.2	94.3	61.2	41.0
14	92.4	96.5	87.4	97.8	70.5	53.8
15	94.6	98.3	89.2	93.5	75.2	58.4
16	93.5	95.7	79.2	98.0	65.0	45.2
17	93.1	94.7	81.7	97.3	84.0	58.8
18	93.3	98.2	90.6	98.1	69.0	56.2
19	92.5	95.1	92.5	98.5	81.4	65.3
20	93.7	96.1	92.6	97.4	66.4	53.9
21	91.6	93.7	94.5	98.1	70.7	56.2
22	93.4	92.6	92.4	97.6	75.3	58.8
23	92.9	90.5	95.7	97.8	86.6	68.1
24	93.8	94.4	94.1	97.3	77.0	62.5
25	91.4	92.4	78.8	97.2	74.0	47.9
27	90.6	89.2	90.6	98.3	32.9	23.7
28	93.0	96.4	90.7	97.7	80.5	63.9
29	93.5	88.4	93.7	98.0	79.1	60.0
30	95.5	91.8	85.6	97.8	78.6	57.7
31	93.6	96.8	90.4	98.5	85.6	69.1
32	94.2	95.4	96.5	98.6	53.8	46.0
33	93.6	96.2	94.2	96.3	77.8	63.5
34	92.7	95.6	95.9	97.9	84.9	70.6
35	93.1	95.5	95.3	95.3	72.7	58.7
36	94.1	92.5	95.1	98.3	67.3	54.7
37	96.3	96.4	98.0	97.8	41.9	37.3
38	93.9	95.6	94.0	97.6	82.9	68.2
39	92.4	95.2	89.2	98.0	84.6	65.0
40	92.3	95.9	88.5	97.3	76.3	58.1
41	93.2	91.0	96.5	98.4	74.4	60.0
42	93.9	93.4	95.6	98.1	73.9	60.8
43	93.2	95.5	95.4	98.3	87.8	73.3
44	93.9	93.8	94.4	97.0	86.6	69.8
45	95.0	97.4	98.1	98.8	61.3	55.0
46	93.3	81.8	93.0	98.3	76.9	53.7
47	93.7	92.4	91.9	96.1	94.0	71.9
48	94.3	94.3	94.4	98.2	85.4	70.4
49	94.9	95.7	87.5	96.3	89.5	68.5
50	91.6	97.4	95.8	97.9	73.6	61.6