

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS

DEDALUS - Acervo - IGC



30900024301

**CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA EM BAUXITAS
DE PORTO TROMBETAS, PA**

Juliana Lívi Antoniassi



Orientadora: Profa. Dra. Lilia Mascarenhas Sant'Agostino
Instituto de Geociências - USP

**MONOGRAFIA DE TRABALHO DE FORMATURA
(TF / 06 - 27)**

São Paulo

2006

**Projeto: CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA EM BAUXITAS DE PORTO
TROMBETAS, PA**

TF / 06 - 27 - Monografia de Trabalho de Formatura

De acordo com,

Profa. Dra. Lilia Mascarenhas Sant'Agostino (orientadora)

Juliana Livi Antoniassi

Juliana Livi Antoniassi (aluna)

“É muito mais fácil reconhecer o erro do que encontrar a verdade; aquele está na superfície e por isso é fácil erradicá-lo; esta repousa no fundo, e não é qualquer um que pode investigá-la”.

Goethe

AGRADECIMENTOS

Agradeço inicialmente aos meus pais, Marcos e Alice.

Às conversas e conselhos perfeitos, às risadas e consolos, à confiança e incentivo.

À admiração pela profissão que escolhi para minha vida.

Agradeço à Daniela, mais que uma irmã... minha melhor amiga.

Às grandes amizades que conquistei na Geologia: Larga, Dog, Kama, Drê, Nulo, Dé, Yuri, Fê, Rã, Poli, Oni, Rafa... Vocês são maravilhosos e para sempre.

Ao Fabio, meu grande companheiro e amigo, que esteve sempre presente nas horas difíceis e que fez parte dos meus melhores momentos.

Aos novos colegas do LCT, especialmente à Mariane pela ajuda e paciência.

À MRN - Mineração Rio do Norte por ter possibilitado a realização deste projeto, fornecendo o material de estudo.

À FUSP - Fundação de Apoio à Universidade de São Paulo pela bolsa de iniciação científica.

Por fim, à professora Lília pela oportunidade de trabalho e excelente orientação.

RESUMO

Este projeto compreendeu determinação quantitativa da composição mineralógica em bauxitas de Porto Trombetas, PA, visando comparar resultados por separações minerais com apoio de análises químicas e termodiferenciais, com aqueles determinados por difração de raios X com método de Rietveld, propondo-se à validação desta última metodologia.

Preliminarmente, definiram-se tipos mineralógicos de minérios com recursos de análise grupal para um conjunto de 60 amostras, ferramenta interessante para tratamento de grande número de dados agrupando por semelhanças químicas e difratométricas (softwares *MVSP* e *High Score Plus*, respectivamente).

As bauxitas analisadas são compostas por gibbsita, caolinita (caolinita e nacrita), óxidos de ferro (hematita e goethita), anatásio e quartzo, em seqüência decrescente de proporções.

A caracterização mineralógica foi executada separadamente para amostras da usina de beneficiamento e da pesquisa mineral fornecidas para estudo. Foi observada ampla homogeneidade mineralógica nas amostras da planta, as quais contêm gibbsita acima de 84%. Tal resultado determina o produto objetivado pela mineradora, que além de homogêneo fornece o caráter econômico ao minério, visto que a gibbsita corresponde à alumina aproveitável das bauxitas.

A composição mineralógica obtida pelas duas metodologias mostrou-se similar, sendo que as proporções dos minerais maiores constituintes mostraram elevada correlação linear (R^2 entre 0,9303 e 0,9776). Por outro lado, foi observada excelente correlação ($R^2=0,9776$) entre %gibbsita e % Al_2O_3 aproveitável e da mineralogia em geral com análises químicas, que se constituem na prática de apoio à operação de lavra e beneficiamento.

Análises por DRX-Rietveld são adequadas para bauxita, compreendendo ferramenta ágil e confiável quando trabalhada de maneira adequada e específica.

ABSTRACT

This project concerns the determination of the mineralogical composition of bauxites from Porto Trombetas, PA, in order to compare the mineralogical composition obtained by mineral separations supported by chemical and DTA-DTG analysis, as well as by X-ray diffraction with Rietveld refinement, aiming to validate the last methodology.

Previously, a definition of mineralogical types was provided by cluster analysis of a 60 samples set, an interesting tool to evaluate a large number of data clustering by chemical and diffraction similarities (MVSP and High Score Plus software, respectively).

The bauxites analyzed are basically composed by gibbsite, clay minerals (kaolinite and nacrite), iron minerals (hematite e goethite), anatase and quartz, in decreasing proportions.

The mineralogical characterization was separately executed for processing and prospecting samples provided to study. A remarkable mineralogical homogeneity was observed in the processing samples, with gibbsite higher than 84%.

This fact provides the mining target product, with besides homogeneous reveals the ore economical meaning, as gibbsite carry out the bauxite profitable aluminum.

The mineralogical composition obtained by the two different methodologies was quite similar, with high linear correlations (R^2 between 0,9303 and 0,9776) for the major minerals proportions. Also excellent correlation ($R^2 = 0,9776$) was observed between %gibbsite and % Al_2O_3 profitable and between general mineralogy and chemical analysis, which are the mining practical tool.

XRD-Rietveld analysis is adequate for bauxites, being a fast and reliable tool if applied adequately for each case.

ÍNDICE

I - INTRODUÇÃO	1
II - OBJETIVOS E RELEVÂNCIA DO PROJETO.....	1
III - LEVANTAMENTO BIBLIOGRÁFICO	2
III. 1 - CONTEXTO GEOLÓGICO.....	3
III. 2 - MÉTODO ESTATÍSTICO DE ANÁLISE GRUPAL.....	5
III. 3 - MÉTODO ANALÍTICO DE DRX	7
III. 4 - MÉTODO ANALÍTICO DE DRX-RIETVELD.....	8
IV - MATERIAIS E MÉTODOS	9
V - DESENVOLVIMENTO DAS ATIVIDADES	15
VI - RESULTADOS OBTIDOS E INTERPRETAÇÕES	16
VI. 1 - AGRUPAMENTO DE AMOSTRAS	16
VI. 2 - ESTUDOS MINERALÓGICOS NAS AMOSTRAS SELECIONADAS.....	25
VI.3 - QUANTIFICAÇÃO POR DRX NAS AMOSTRAS SELECIONADAS	31
VI.4 - COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS E VALIDAÇÃO DA TÉCNICA.....	32
VII - CONCLUSÕES.....	34
VIII - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	35

ANEXOS

ANEXO 1 - RESULTADOS DE ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS
ANEXO 2 - FOTOS
ANEXO 3 - DENDOGRAMAS <i>MVSP</i>
ANEXO 4 - DENDOGRAMAS <i>HIGH SCORE PLUS</i>
ANEXO 5 - RESULTADOS DE DTA-DTG
ANEXO 6 - DIFRATOGRAMAS QUANTITATIVOS (<i>HIGH SCORE PLUS</i>)

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Mapa de localização do Rio Trombetas, PA.	3
Figura 2 - Perfil de bauxitas de Porto Trombetas.	4
Figura 3 - Agrupamentos Hierárquicos.	6
Figura 4 - Agrupamentos Particionais.	6
Figura 5 - Exemplos de características dos espectros refinados em função de fatores físicos, instrumentais ou de preparação de amostra, nos quais se observa a diferença entre os padrões calculados e observados.	8
Figura 6 - Fluxograma definindo as etapas de preparação de amostras.	11
Figura 7 - Esquema de procedimentos das etapas de estudos mineralógicos	13
Figura 8 - Fluxograma definindo as etapas de refinamento DRX-Rietveld aplicadas as amostras de bauxita.	14
Figura 9 - Cronograma de atividades executadas no projeto.	15
Figura 10 - Diferenciação entre agrupamentos de amostras da pesquisa em função de suas características químicas.	20
Figura 10A - Diferenciação entre agrupamentos de amostras da pesquisa em função de suas características químicas.	21
Figura 11 e 12 - Variação da composição química média entre os agrupamentos formados (análise grupal) para amostras da planta de beneficiamento.	21
Figura 13 - Diferenciação entre agrupamentos de amostras da planta em função de suas características químicas.	22
Figura 14 - Exemplos de gráficos químicos de amostras da pesquisa apontando a área de resultados químicos das amostras da planta.	23
Figura 15 - Modelo de padrão difratométrico - amostra SAL 18/01.	23
Figura 16 - Comparação gráfica entre resultados quantitativos de fases minerais obtidos por cálculos estequiométricos e DRX-Rietveld.	32
Figura 17 - Visualização de dados químicos fornecidos pela CVRD comparados às quantificações minerais executadas.	33

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Resultado de Teste Especial.....	16
Tabela 2 - Análise grupal de amostras da pesquisa em função de dados químicos.....	18
Tabela 3 - Análise grupal de amostras da planta em função de dados químicos.....	19
Tabela 4 - Resultado da análise grupal dos difratogramas	24
Tabela 5 - Amostras selecionadas para estudos mineralógicos.....	25
Tabela 6 - Balanço de massa da classificação granulométrica, teores e distribuição dos óxidos	26
Tabela 7 - Balanço de massa da separação em meio denso, teores e distribuição dos óxidos.....	28
Tabela 8 - Estimativa da composição mineralógica nas amostras selecionadas.	29
Tabela 9 - Resultado da quantificação mineral por DRX-Rietveld.....	31

I - INTRODUÇÃO

O interesse econômico de minério de bauxita depende de sua composição mineralógica, fundamentalmente das proporções de gibbsita contida, que na prática é avaliada através de análises químicas ou de análises mineralógicas em estudos mais detalhados.

Análises químicas com procedimentos especiais fornecem os teores de alumina aproveitável e de sílica reativa e se constituem em prática rotineira de acompanhamento da pesquisa mineral e de processamento do minério. Análises mineralógicas por métodos clássicos determinam proporções minerais, sendo realizadas em apoio à pesquisa e desenvolvimento de processo de beneficiamento.

O trabalho de formatura compreende estudos mineralógicos em amostras de bauxita de origem sedimentar, especificamente as de ocorrência em Porto Trombetas, PA, visando comparar resultados de composição mineralógica obtidos por diferentes técnicas analíticas. As técnicas aplicadas serão separações minerais com apoio de análises químicas e de análises termodiferenciais, bem como difração de raios X com refinamento do difratograma por método de Rietveld.

O TF está inserido no contexto de um projeto mais amplo de avaliação da técnica DRX-Rietveld para a quantificação de bauxita, no qual é desenvolvido um procedimento prévio de validação da técnica, desde que a metodologia se apoia nas características de estrutura cristalina e cristalinidade dos minerais componentes do minério as quais são peculiares em cada depósito mineral (Sant'Agostino *et al.*, 2005). A validação da técnica, a ser feita no presente trabalho para as bauxitas de Porto Trombetas, é obtida por comparação com resultados obtidos por outros métodos de determinação da composição mineralógica.

Os trabalhos contemplarão também, como etapa preliminar a seleção de amostras a serem caracterizadas mineralogicamente, a definição de tipos mineralógicos de minérios a partir de um banco de dados de amostras de poços de pesquisa e de produtos da planta de beneficiamento disponíveis para os estudos.

II - OBJETIVOS E RELEVÂNCIA DO PROJETO

Este projeto tem em vista a determinação da composição mineralógica em bauxitas de Porto Trombetas, PA, por diferentes metodologias para aferir os mesmos dados quantitativos obtidos por difração de raios X e método de Rietveld, com vistas à validação desta metodologia.

A meta do projeto é verificar a aplicabilidade da difração de raios X em apoio à pesquisa mineral e ao beneficiamento de bauxitas em áreas de direitos minerários da Companhia Vale do Rio Doce (CVRD).

O objetivo básico é verificar o desempenho da técnica de difração de raios X, com apoio de programas de computação com recursos de análise grupal e de refinamento de Rietveld, na diferenciação de tipos mineralógicos de minérios e na quantificação das proporções minerais dos mesmos, especificamente em relação ao conteúdo de gibbsita, caulinita, quartzo e óxidos de ferro.

Atualmente, a determinação da qualidade das referidas bauxitas é feita através de análises químicas via fluorescência de raios X para teores totais de Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 e TiO_2 e por via úmida em métodos especiais para determinação de Al_2O_3 aproveitável e SiO_2 reativa, realizada nos laboratórios da Mina em Porto Trombetas. Desta forma são obtidos valores quantitativos de gibbsita (alumina aproveitável) e de quartzo (sílica não reativa), dados fundamentais na avaliação da qualidade do minério e dos produtos de beneficiamento.

As análises via úmida envolvem procedimentos trabalhosos e morosos, constituindo-se em tópico crítico no desenvolvimento principalmente da pesquisa mineral, por imprimir um ritmo bastante inferior ao dos trabalhos de campo na avaliação de frentes de lavra e de novos prospectos. Alternativamente têm sido aplicados cálculos estequiométricos empíricos para, a partir dos teores totais, serem estimados os conteúdos de Al_2O_3 aproveitável e SiO_2 reativa (Ferret & Roy, 2001) com base em composições químicas teóricas das espécies minerais e de uma taxa de solubilidade constante nas análises via úmida dos argilominerais associados ao minério. Este método apresenta aceitável confiabilidade para acompanhamento da usina de beneficiamento onde o minério de alimentação da usina tem características controladas, sendo uma mistura (blendagem) de diferentes tipos de minérios; entretanto, não tem se mostrado confiável e suficiente na pesquisa de novas áreas e novos tipos de minério.

Desta forma, no atual projeto buscam-se verificar alternativas de substituição do método analítico atualmente praticado por análises mais ágeis e precisas.

III - LEVANTAMENTO BIBLIOGRÁFICO

A etapa de levantamento bibliográfico compreendeu a uma sucinta descrição dos temas: contexto geológico referente às bauxitas de Porto Trombetas, PA, e levantamentos de métodos estatísticos de análise grupal, DRX e Rietveld.

III. 1 - CONTEXTO GEOLÓGICO

Segundo Melfi (1997), apesar de estarem amplamente espalhados pelo território brasileiro, os depósitos de bauxitas concentram-se nas regiões Amazônica, Quadrilátero Ferrífero e Província da Mantiqueira Central e, por fim, na região sul-sudeste do país.

Especificamente 97% desses depósitos estão concentrados na região Amazônica onde são desenvolvidos, com exceção a região de Carajás, a partir de rochas clásticas sedimentares (origem laterítica), através de modelos poligenéticos.

Condições climáticas tropicais úmidas e geomorfológicas ideais, associadas ao tempo, são os fatores mais importantes para o desenvolvimento desses depósitos. No caso das lateritas amazônicas, este desenvolvimento refere-se a enriquecimentos de rochas areníticas ou quartzíticas em alumínio (gibbsita, caolinita, boehmita) e minerais de ferro (goethita, hematita).

Inserido na denominada Bacia Amazônica Baixa (Boulangé & Carvalho, 1997), o depósito de bauxita de Porto Trombetas, PA, localiza-se na borda do Rio Trombetas, a aproximadamente 900 km a oeste da cidade de Belém (Figura 1).

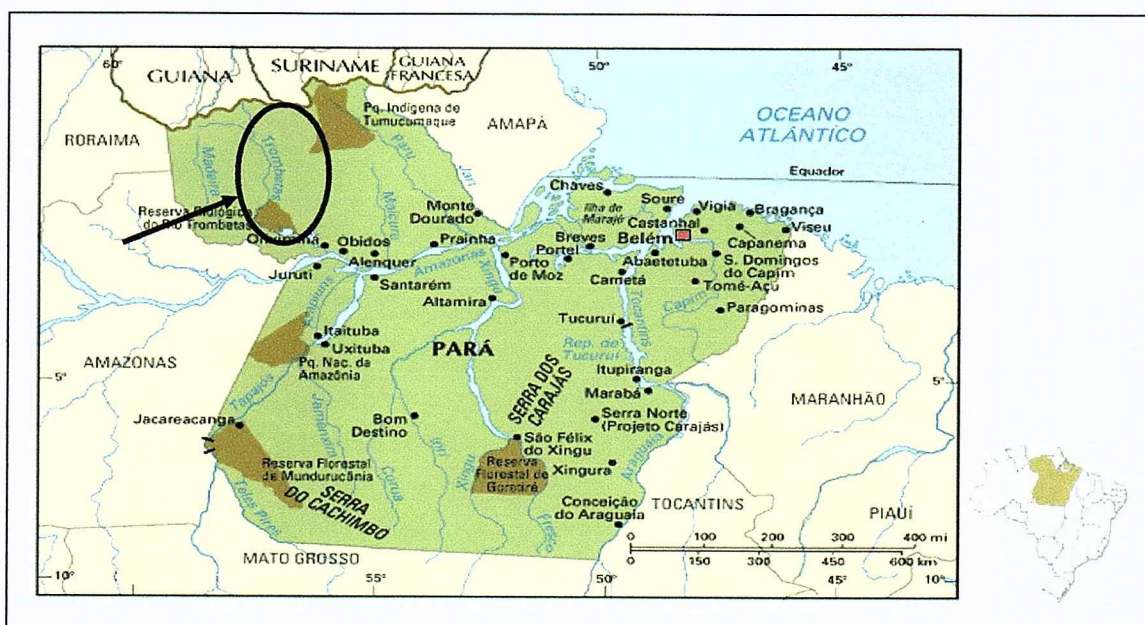


Figura 1 - Mapa de localização do Rio Trombetas, PA.

Cobrindo uma área de pelo menos 2,2 km² e com espessuras variando de 6 a 10 metros, o depósito é considerado homogêneo em seu perfil vertical e apresenta a mesma seqüência de horizontes em praticamente toda sua extensão. Essa seqüência, não muito diferente de outros depósitos encontrados na Amazônia, é descrita do topo para a base como, Leito Superior de Caolinita, Leito de Bauxita Nodular, Leito Ferruginoso Nodular, Leito de Bauxita, Leito Inferior de Caolinita e Sedimentos Basais (Figura 2).

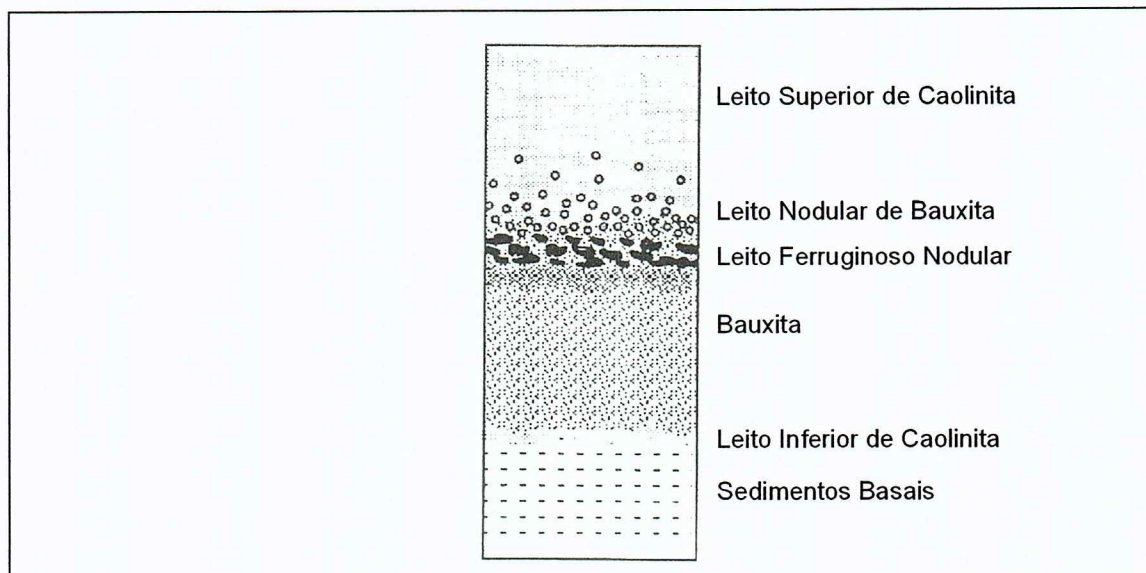


Figura 2 - Perfil de bauxitas de Porto Trombetas (Boulangé & Carvalho, 1997).

O leito superior de caolinita é homogêneo e sem aparente estratificação. Com cores amareladas a avermelhadas, compõe-se principalmente de caolinita (80%), gibbsita (10%) e quartzo (10%), sendo que as proporções de caolinita/gibbsita tendem a se inverter na direção das porções inferiores da unidade. Apresentando uma gradual transição para o leito de bauxita nodular, ainda nesta unidade encontram-se nas porções basais pequenos nódulos (< 8 mm) de quartzo, gibbsita e minerais de ferro (hematita ou goethita). Características desses nódulos, como por exemplo, grãos angulares de quartzo com fissuras e cavidades de dissolução preenchidas por materiais argilosos da matriz ou por produtos avermelhados de hematita, indicam que eles não foram transportados, e sim originados por transformações *in situ* de bauxitas. Nestes processos estariam inclusas desferruginização, com a transformação da hematita para goethita, e a dissolução da gibbsita, onde parte da alumina sofreria silicificação para a formação da caolinita e o resto seria transferido para a bauxita subjacente.

O leito de bauxita nodular corresponde a nódulos heterogêneos, de formas irregulares (< 5 cm), formados por pequenos cristais de gibbsita. Eles aparecem imersos numa matriz argilosa de composição caolinítica, amarelo-avermelhada. Na porção inferior da unidade aparecem também nódulos ferruginosos. O contato com o horizonte inferior é também transicional.

No leito ferruginoso nodular, nódulos ferruginosos com aproximadamente 10 cm aparecem cimentados por uma matriz fina gibbsítica, por vezes argilosa. Em análise microscópica, esses nódulos correspondem a uma matriz hematítica porosa e avermelhada. Os poros são vazios ou preenchidos por cristalizações de gibbsita ou por quartzo reliquiar.

Aparentemente eles resultam da ferruginização de um material bastante quartzoso, submetido a uma considerável dissolução seguida de acumulação de gibbsita.

No leito de bauxita podem ser distinguidos dois horizontes. A porção superior é alumino - ferruginosa compacta e maciça, já a porção inferior é formada por bauxita porosa e friável e apresenta grandes blocos e fragmentos residuais de rocha, materiais argilosos e avermelhados. Na unidade são encontrados níveis ferruginosos com variáveis tons de vermelho. Em análise microscópica, a bauxita aparece na forma de cristalizações de gibbsita, localmente de hematita.

O leito inferior de caolinita corresponde a um horizonte com cores que variam de amarelo a marrom, composto por nódulos reliquiais de gibbsita e hematita, dispostos numa matriz argilosa. Nódulos de bauxita reliquiar são constituídos por grandes cristais de gibbsita, por vezes associados com quartzo. Os grãos de quartzo são fraturados e, irregulares, marcados por feições de dissolução. As fraturas aparecem preenchidas por cristais de gibbsita. Aqui os grãos de quartzo também parecem ser residuais a matriz argilosa. O contato entre a gibbsita e caolinita indicaria a dissolução e resilição da gibbsita, particularmente uma desilicificação da caolinita.

Sedimentos basais, na base de toda esta seqüência, aparecem estratificados compostos por quartzo e argilominerais. Os grãos de quartzo, dispostos em milimétricas laminações, apresentam feições de dissolução penetradas por materiais argilosos.

III. 2 - MÉTODO ESTATÍSTICO DE ANÁLISE GRUPAL

A análise grupal é uma ferramenta de análise exploratória de dados que visa ordenar diferentes objetos em grupos, de maneira que o grau de associação e semelhança entre dois objetos seja máximo quando pertencentes ao mesmo grupo, e mínimo quando pertencentes a grupos diferentes (Stcluan, 1984-2004).

O método tem como propósito agrupar objetos de acordo com as propriedades que os descrevem em respectivas categorias, considerando alguns algoritmos e critérios, medidas de similaridade ou dissimilaridades (distância), informações que descrevem e comparam objetos.

Como aplicação, pode ser usado para descobrir estruturas em dados, sem fornecer explicações e interpretações. É um típico teste estatístico que, tendo uma coleção de diferentes algoritmos, agrupa objetos conforme regras de similaridades definidas, não exigindo conhecimentos prévios dos dados, sendo assim, usado em fase exploratória de pesquisa de dados.

Com relação aos algoritmos escolhidos, correspondem a grupos de regras que servem como critério para agrupar ou separar itens, definindo assim, *medidas de distância* entre eles. A seleção de algoritmos é feita pelo operador, cabendo a ele a escolha da melhor maneira de lidar com seus dados, pensando em específicas aplicações posteriores.

As medidas de distância podem basear-se em uma única ou múltiplas dimensões, como por exemplo: distância *Euclidiana* que considera a geometria multidimensional; distância *Manhatan* que considera a média desses valores geométricos multidimensionais; distância *Chebychev* que distingue objetos quando se diferem em mais de uma dimensão, distância *Power*, que considera pesos baseados em dimensões ou proporções de objetos nos grupos etc.

Definidas as medidas de distância, os agrupamentos podem ser formados. Os resultados obtidos pela Análise Grupal podem ser gerados a partir de algoritmos hierárquicos ou particionais (Figura 3 e 4, respectivamente).

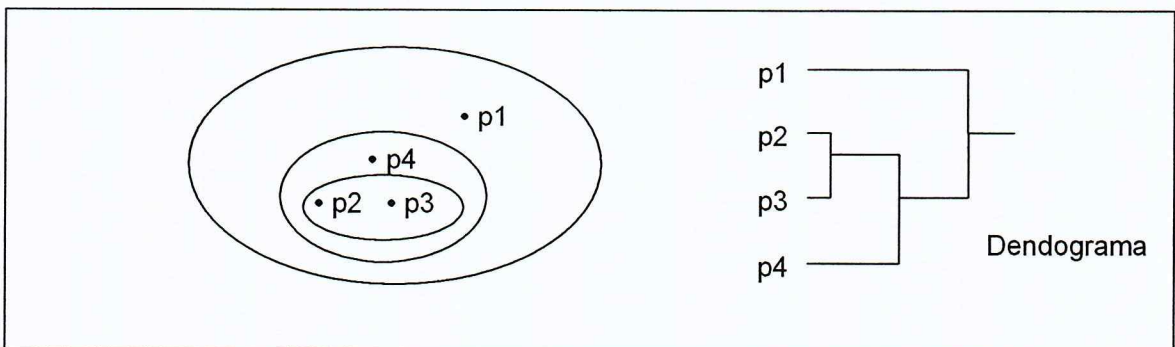


Figura 3 - Agrupamentos Hierárquicos (Tan *et al.*, 2005).

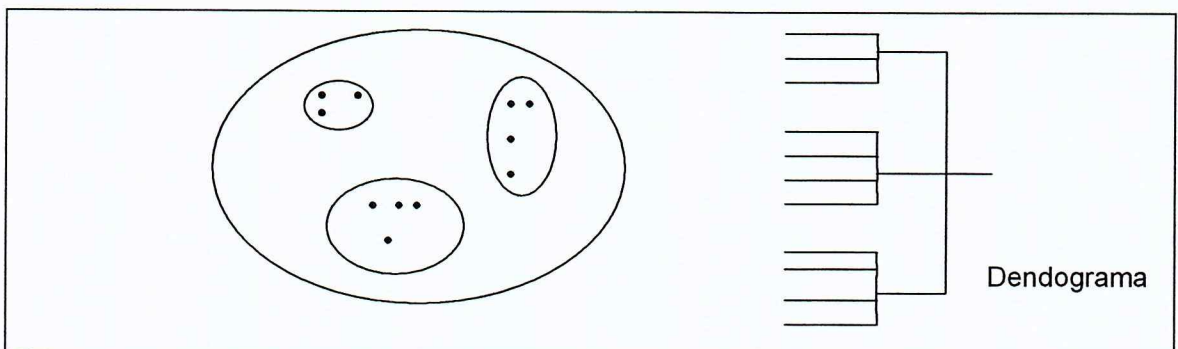


Figura 4 - Agrupamentos Particionais (Tan *et al.*, 2005).

Algoritmos **hierárquicos** encontram agrupamentos a partir de grupos previamente estabelecidos, já os algoritmos **particionais**, utilizados para grande número de dados, determinam todos os grupos de uma só vez, partindo de que cada dado inicialmente comporta-se como um grupo diferenciado (Stcluan, 1984-2004).

A forma mais comum de representação gráfica de resultados de análise grupal dá-se por **dendogramas**. No denominado dendograma, o eixo horizontal denota a distância das ligações, possibilitando a observação deste critério para cada novo grupo formado.

III. 3 - MÉTODO ANALÍTICO DE DRX

Metodologia que permite a determinação das fases/espécies minerais a partir de espectro gerado por sua estrutura cristalina sob incidência de um feixe de raios X.

O princípio da difração desenvolvido por W.L. Bragg consiste em submeter amostras a radiações X, de comprimento de onda λ , e se verificar a disposição e intensidade dos planos paralelos de reflexão. A locação dos planos refletidos está relacionada às dimensões das celas unitárias e às orientações dos planos interatômicos *hkl* de específico material cristalino (Reynolds, 1989). A intensidade difratada, dentre outros fatores, é dependente do número de elétrons no átomo; adicionalmente, os átomos são distribuídos no espaço, de tal forma que vários planos de uma estrutura cristalina possuem diferentes densidades de átomos ou elétrons, fazendo com que as intensidades difratadas sejam, por consequência, distintas para os diversos planos cristalinos (Reynolds, 1989 op. Cit. Kahn, 2000).

A equação de Bragg referente a esse princípio é: $n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$, onde λ corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente, "n" a um número inteiro, "d" à distância interplanar para o conjunto de planos *hkl* e θ ao ângulo de incidência e reflexão do feixe de raios X.

Os planos de difração e suas respectivas distâncias interplanares, bem como as densidades de átomos (elétrons) ao longo de cada plano cristalino, são características específicas e únicas de cada substância cristalina, da mesma forma que o padrão difratométrico gerado (equivalente a uma impressão digital).

Um banco de dados, contendo informações cristalográficas básicas e algumas propriedades físicas de mais de 140.000 compostos cristalinos, é mantido e continuamente atualizado pelo ICDD, *International Center for Diffraction Data*, com sede nos EUA. A partir da década de 90, sistemas automáticos de microcomputadores passaram a ser amplamente empregados no auxílio à identificação de fases cristalinas, onde no procedimento, os picos mais intensos de cada fase presente no bando de dados são comparados com o difratograma da amostra, atribuindo-se créditos e penalidades para cada pico difratado, no que se refere à presença/ausência de fases, intensidade difratada e deslocamento da distância interplanar (Reynolds, 1989 op. Cit. Kahn, 2000).

III. 4 - MÉTODO ANALÍTICO DE DRX-RIETVELD

Segundo Gobbo (2003), o método de Rietveld tem por base a simulação de todo um perfil difratométrico a partir de parâmetros estruturais das fases constituintes de uma amostra, permitindo refinar parâmetros de natureza instrumental e cristalográfica.

O termo refinamento pelo método de Rietveld (Fancio, 1999) refere-se ao processo de ajuste do modelo de parâmetros utilizados no cálculo de um padrão de difração, que seja o mais próximo do observado. O refinamento é conduzido pela minimização da soma das diferenças entre as intensidades calculadas e observadas, a cada passo angular do padrão de difração. A comparação do difratograma calculado com o observado (Gobbo, 2003) e a redução das diferenças através do método de mínimos quadrados permitem a obtenção de **resultados quantitativos**.

Durante o refinamento, os seguintes parâmetros variáveis são considerados, calculados e refinados: fator de escala, linha de base (background), perfil de pico, parâmetros de cela, fator de estrutura, deslocamentos e orientação preferencial.

McCusker et al. (1999) *apud* Gobbo (2003) elaborou um guia de refinamento pelo método de Rietveld, no qual são apresentadas as contribuições de cada um dos parâmetros de refinamento. O trabalho apresenta graficamente características das diferenças de padrão calculado e padrão observado, permitindo através de análise visual identificar o tipo de parâmetro mais importante para cada etapa de refinamento. A Figura 5 apresenta alguns exemplos de características dos espectros refinados gerados em função de fatores físicos, instrumentais ou preparação de amostra.

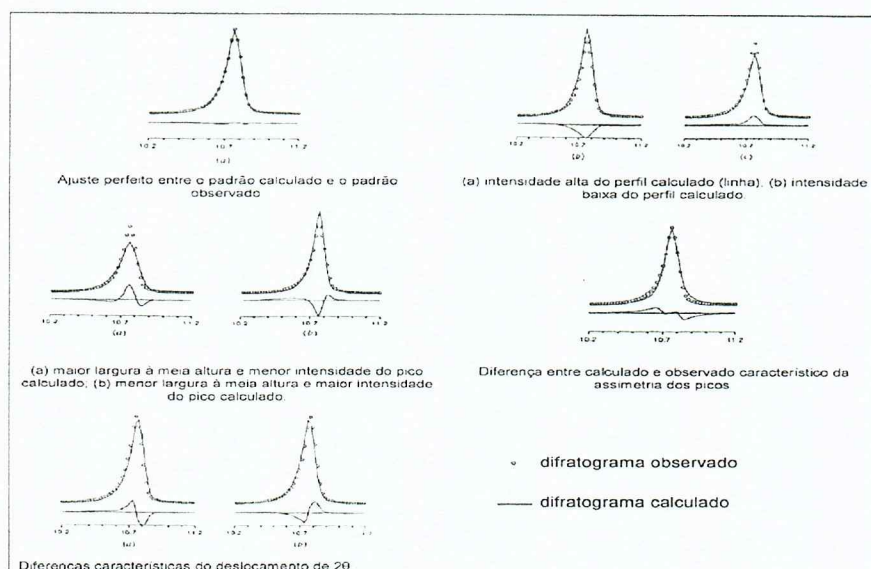


Figura 5 - Exemplos de características dos espectros refinados em função de fatores físicos, instrumentais ou de preparação de amostra, segundo McCusker et al. (1999) *apud* Gobbo (2003), nos quais se observa a diferença entre os padrões calculados e observados.

Para que o refinamento seja considerado perfeito, a linha que representa o difratograma calculado deve se sobrepor à linha que representa o difratograma observado, e a linha de diferença deve equivaler a uma reta.

A qualidade do refinamento é verificada através de indicadores estatísticos numéricos, que são utilizados durante o processo iterativo (cálculos) e após o término deste, para verificar se o refinamento está se procedendo de modo satisfatório. Do ponto de vista matemático, R_{wp} e *gof* (*goodness-of-fit*) são índices que melhor refletem o progresso do refinamento. Na prática, valores inferiores a cinco caracterizam refinamentos otimizados.

IV - MATERIAIS E MÉTODOS

As bauxitas disponíveis para este estudo referem-se a amostras da pesquisa mineral (30 amostras) e de produtos da usina de beneficiamento (30 amostras) fornecidas pela CVRD. Tais amostras estiveram submetidas a três etapas principais de atividades: agrupamento de amostras, estudos mineralógicos em amostras selecionadas e quantificações minerais por DRX-Rietveld. A metodologia de execução destas atividades aparece descrita a seguir.

Para facilitar a avaliação e diferenciação de resultados, em praticamente todas as análises deste projeto, as amostras foram tratadas separadamente, as 30 amostras da pesquisa mineral e as 30 amostras da planta da usina de beneficiamento.

✓ Agrupamento de amostras

Esta etapa de estudos compreendeu as seguintes atividades:

- Tratamento dos dados de análises químicas;
- Preparação das 60 (sessenta) amostras na forma de britagem abaixo de 28# (6 mm), quarteamento para obter alíquotas em massas adequadas;
- Pulverização das alíquotas e montagem de pastilhas para DRX;
- Difração de raios X em todas as amostras;
- Análise grupal utilizando os difratogramas;
- Definição de tipos mineralógicos de minério;
- Seleção de 10 (dez) amostras para os estudos detalhados.

Inicialmente foi feita uma avaliação de tipos de minérios com composição química diferenciada a partir do **tratamento de dados de análises químicas** (totais e específicas) fornecidas pela CVRD, utilizando-se programa de análise grupal e diagramas binários em planilhas Excel.

O *software* utilizado na análise grupal foi o MVSP (Multivariate Statistical Analysis Program, free version 2006), e os agrupamentos foram realizados a partir de testes de adequação de algoritmos e métodos (UPGMA, WPGMA, MEDIAN e CENTROID), e medidas de dissimilaridades (Chi-squared, % Similarity, Spearman Coefficient e Average Distance).

A execução de vários testes de adequação é recomendada anteriormente à definição dos agrupamentos já que a análise grupal é uma ferramenta de tratamento inicial para grande número de dados, ou seja, não define agrupamentos precisos de imediato. Assim, os testes obtidos neste estudo foram analisados, tratados e ajustados com base nos resultados químicos, possibilitando a definição final dos agrupamentos.

Dando continuidade as atividades, foi feita a **preparação das amostras para DRX**. O processo demandou bastante tempo e minuciosos cuidados necessários para uma boa amostragem, sem perda de material e sem contaminações.

Todas as sessenta (60) amostras, as quais apresentavam em média 1,5 kg e granulação aproximada entre 5 e 20 mm, foram britadas e moídas abaixo de 28# (6 mm) utilizando-se um moinho de rolos com abertura de aproximadamente 2 a 3 mm.

Em seqüência, os materiais foram submetidos a um quarteador centrífugo mecânico (FRITSCH Rotary Sample Divider – laborette 27 n°. 27.141/629) visando à redução de massa de maneira homogênea e representativa do volume inicial de cada uma delas. A massa final objetivada para cada amostra foi 15 g, definida com base em testes prévios de pulverização para obtenção da granulometria ideal visando boa qualidade de difratogramas; tais testes foram realizados no contexto do projeto maior que engloba este TF não estando incluídos no mesmo.

Assim, as alíquotas de 15 g de cada amostra foram encaminhadas à pulverização, visando à diminuição da granulação para um diâmetro D50~11,6 µm (resultado obtido por análise de tamanho de partículas, Anexo 1, utilizando-se o equipamento MALVERN Mastersizer S long bed Ver. 2.19 n°. 33544-299) considerada adequada à difração de raios X.

A pulverização foi realizada no pulverizador de rotação tipo moinho planetário (FRITSCH Pulverizette 05.202 n°. 3286), utilizando-se painéis de aço de volume 300 ml, com meio moedor de bolas de aço, 4 com diâmetro 20 mm e 3 com diâmetro 30 mm.

A rotação aplicada teve intensidade 7, durante 10 min, e a condição de moagem foi via úmida com etanol (proporção 50% em peso). A escolha de tais equipamentos e condições de trabalho, também foi feita com base nos resultados em testes de pulverização previamente realizados.

Após a pulverização, as amostras foram encaminhadas à prensagem hidráulica com 1,5 t durante 5 s em suportes vazados, tipo anel, e, posteriormente, encaminhadas à **DRX** no equipamento MPD X'Ceerator PANalytical.

As condições para obtenção dos difratogramas foram:

- Tubo de Cu, 45 kV e 40 mA, filtro de Ni no feixe difratado;
- Fenda incidente fixa de 0,125 e máscara de 10 mm;
- Rotação de 1 rps (*spinner*);
- Faixa de ângulo de 3 a 60°, passo de 0,02°;
- Tempo de 5" por passo, totalizando 2'40" por difratograma.

A Figura 6 representa um fluxograma com as etapas citadas de preparação de amostras, e o Anexo 2 expõe fotos dos equipamentos conforme a preparação das amostras.

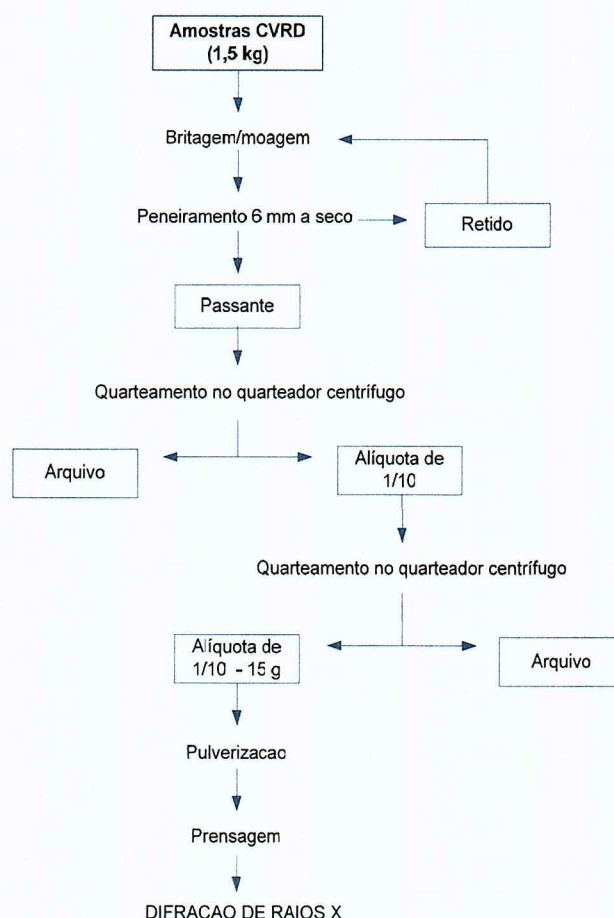


Figura 6 - Fluxograma definindo as etapas de preparação de amostras.

Após a obtenção dos difratogramas, novamente realizou-se a avaliação de tipos de minérios, agora empregando a **análise grupal em função dos padrões difratométricos das amostras**, utilizando-se o recurso da PANalytical: programa de tratamento de dados *High Score Plus* que dispõe de facilidades para *cluster analysis* e refinamento de Rietveld.

Os agrupamentos novamente foram obtidos com base em testes de adequação de métodos (Average Linkage e UPMG) e medidas de distância mais ou menos restritivas em relação ao número de grupos que originam (KGS ou MANUAL).

Definidos e avaliados os tipos de minério de bauxitas, dez (10) amostras foram selecionadas para a realização de estudos mineralógicos detalhados, com vistas à determinação da composição mineralógica dos materiais.

- ✓ Estudos mineralógicos nas amostras selecionadas

Estes estudos foram desenvolvidos segundo as atividades:

- Classificação granulométrica por peneiramento a úmido (400# ou 0,037 mm), análise química nas frações geradas;
- Separações em líquido denso ($d=2,5 \text{ g/cm}^3$) na fração retida em 0,037 mm, análise química dos produtos gerados;
- DTA-DTG e determinações mineralógicas em produtos gerados;
- Estimativa da composição mineralógica.

A Figura 7 representa um fluxograma com as etapas de estudos mineralógicos executados.

A **classificação granulométrica** por peneiramento a úmido foi realizada com o objetivo de individualizar frações granulométricas minerais, segundo uma peneira de malha 400# ou 0,037mm, auxiliando assim a determinação da distribuição da composição mineral das bauxitas. As frações obtidas, passantes e retidas na peneira, inicialmente foram submetidas à análise química com dosagem de Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 e Perda ao fogo, além de alumina aproveitável e sílica reativa.

Em seqüência, as frações retidas em 400# foram submetidas à **separação em meio denso**. Esta técnica é efetuada para concentrar espécies minerais através da diferença de densidade entre elas, com vista ao detalhamento da investigação de suas propriedades. Para isso, utilizou-se o líquido bromofórmio corrigido para $d=2,5 \text{ g/cm}^3$ e uma centrífuga para agilizar a separação, obtendo-se produtos afundados e flutuados em relação a ele. Tais produtos gerados foram encaminhados novamente para análise química.

As análises termodiferencial e termogravimétrica diferencial, **DTA-DTG**, têm a função de analisar o comportamento de propriedades de substâncias quando submetidas a aquecimento controlado de temperatura. O objetivo principal da aplicação desta técnica nas presentes amostras foi acompanhar o perfil da gibbsita no produto flutuado da fração +400# e o perfil da caolinita na fração fina -400#, colaborando assim com o conhecimento das propriedades minerais das amostras. Para esta análise foi utilizado o equipamento NETZSCH STA 409 PC/PG.

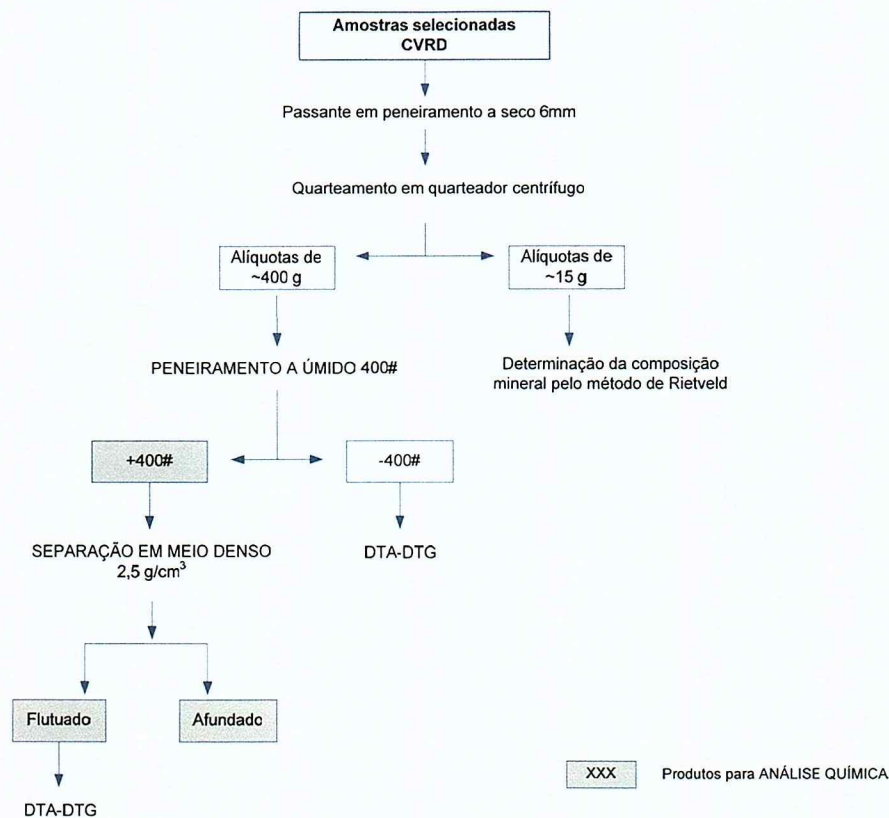


Figura 7 - Esquema de procedimentos das etapas de estudos mineralógicos executados.

Obtidos e tratados os resultados químicos citados, foi realizada a estimativa da composição mineralógica das amostras através de cálculos estequiométricos, ou seja, os dados químicos foram tratados a partir da composição teórica dos principais minerais constituintes das bauxitas em estudo.

✓ Quantificação por DRX nas amostras selecionadas

Para determinação das proporções minerais diretamente por refinamento da varredura por difração de raios X utilizando-se o Método de Rietveld, foram realizadas as seguintes atividades:

- Identificação das fases componentes no difratograma das amostras Tal Qual;
- Escolha das estruturas cristalinas adequadas a cada fase;
- Refinamento por Rietveld para quantificação das fases.

A **identificação das fases componentes** foi de importância fundamental para a escolha das estruturas adequadas para o refinamento e posterior análise quantitativa das amostras. Para tal identificação foi utilizado o recurso *High Score Plus* (PANalytical software, version 2.2).

Para a **escolha das estruturas cristalinas adequadas** utilizou-se o recurso da PANanalytical *High Score Plus* PDF4 (ICSD, International Center of Standard Database), versão mais atual banco de dados que possui os dados estruturais associados aos padrões difratométricos. Com tal recurso pode ser utilizada a estrutura de cada fase indicada na análise qualitativa, ou pelo menos, fornece um número pequeno de possibilidades de escolha para estas estruturas.

Definidas e inseridas as estruturas, iniciou-se o **refinamento pelo método de Rietveld** para a quantificação das fases. Esta atividade foi realizada por etapas. Cada amostra esteve sujeita a uma seqüência de parâmetros refinados para o melhor acompanhamento dos resultados, juntamente com o acompanhamento do valor de *gof* e da qualidade dos gráficos obtidos, garantindo assim a eficiência do refinamento.

A Figura 8 apresenta um fluxograma das etapas de refinamento adotadas. Cabe ressaltar que a ordem de refinamento desses parâmetros não foi seguida rigidamente para todas as amostras, já que cada um deles responde de maneira diferente a cada difratograma.

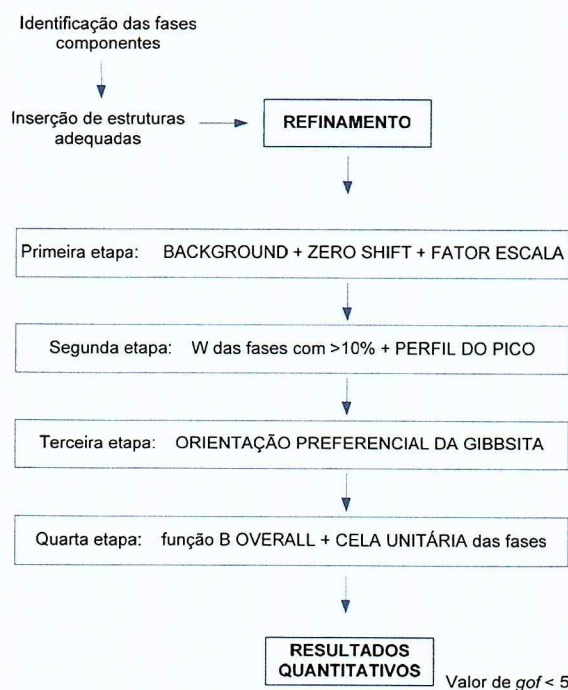


Figura 8 - Fluxograma definindo as etapas de refinamento DRX-Rietveld aplicadas as amostras de bauxita.

O início do refinamento tratou das funções de linha de base do difratograma (*Background*), constantes do difratômetro (*Zero Shift*) e das proporções entre os padrões difratométricos calculado e observado (Fator Escala). A partir da segunda etapa, as fases foram refinadas uma a uma, de acordo com a sua influência no difratograma.

Foram considerados parâmetros de largura à meia altura (W) e modelamento de perfis. Em seguida, foi corrigida a orientação preferencial das fases (preferencialmente da gibbsita), problema inevitavelmente gerado no processo de preparação das amostras sem adições.

Na última etapa de refinamento foram avaliadas as funções B OVERALL (coeficiente de temperatura que age sobre a cela unitária das fases) e a Cela Unitária das fases que leva em conta os parâmetros de cela (a , b , c , α , β , γ) e as intensidades dos padrões calculados.

- ✓ Comparação dos resultados obtidos e validação da técnica.

Como última etapa de trabalho, os resultados obtidos pelos diferentes métodos descritos (agrupamento de amostras, estudos mineralógicos detalhados e quantificações por DRX) foram comparados para verificação da viabilidade/confiabilidade da determinação da composição mineralógica do minério por meio desta última metodologia descrita, a DRX-Rietveld.

V - DESENVOLVIMENTO DAS ATIVIDADES

A seguir estão discriminadas as etapas de atividades efetivamente desenvolvidas no projeto, juntamente com suas respectivas datas de execução (Figura 9).

Atividades / Data de Execução	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov
Levantamento Bibliográfico								
Agrupamento de amostras								
Estudos mineralógicos								
Quantificação por DRX								
Avaliação dos Resultados								
Relatório Parcial								
Relatório Final								


 Atividades realizadas

Figura 9 - Cronograma de atividades executadas no projeto.

Com relação às dificuldades encontradas durante o andamento do projeto, inicialmente demandou bastante tempo a atividade de preparação das 60 amostras para a DRX, porém tal quantidade de material foi considerada adequada e necessária para as atividades e análises propostas.

Outro ponto que exigiu atenção foi o tratamento dos refinamentos para a quantificação por Rietveld. A necessidade de um bom grau de aproximação das fases minerais observadas e calculadas, e a obtenção de dados difratométricos de boa qualidade foram fundamentais para a obtenção de resultados confiáveis.

VI - RESULTADOS OBTIDOS E INTERPRETAÇÕES

VI. 1 - AGRUPAMENTO DE AMOSTRAS

O tratamento de dados de análises químicas fornecidas pela CVRD utilizando-se programa de análise grupal (software MVSP) e diagramas binários, juntamente com a análise grupal dos difratogramas das amostras (programa *High Score Plus*) definiram tipos de minério dentre as bauxitas estudadas.

Inicialmente, a Tabela 1 descreve os resultados das 60 análises químicas recebidas, em função das variáveis SiO₂ total e reativa, Al₂O₃ total e aproveitável, Fe₂O₃ e TiO₂.

CVRD

TABELA 1 - RESULTADO DE TESTE ESPECIAL

ALÍQUOTA	SiO ₂ reativa	Al ₂ O ₃ aproveitável	ALTOT	Fe ₂ O ₃	SITOT	TiO ₂
GR/AMT-01 Granulado Planta	4,41	48,47	54,40	10,61	5,05	1,59
GR/AMT-02 Granulado Planta	4,36	49,27	54,93	8,90	5,00	1,65
GR/AMT-03 Granulado Planta	4,68	48,94	55,87	8,28	5,81	1,53
GR/AMT-04 Granulado Planta	4,63	49,27	55,62	9,78	4,85	1,58
GR/AMT-05 Granulado Planta	5,65	47,88	54,84	9,68	5,73	1,62
GR/AMT-06 Granulado Planta	4,94	48,35	53,58	10,80	5,11	1,58
GR/AMT-07 Granulado Planta	4,58	48,90	56,01	9,75	5,17	1,55
GR/AMT-08 Granulado Planta	4,16	48,92	55,45	9,40	5,36	1,51
GR/AMT-09 Granulado Planta	4,69	48,07	53,38	11,12	5,11	1,51
GR/AMT-10 Granulado Planta	5,02	48,41	55,74	9,40	5,42	1,53
GR/AMT-11 Granulado Planta	5,37	46,30	53,85	11,53	5,89	1,64
GR/AMT-12 Granulado Planta	4,45	47,72	54,18	10,50	5,44	1,48
GR/AMT-13 Granulado Planta	5,51	45,77	55,57	8,82	6,21	1,59
GR/AMT-14 Granulado Planta	4,96	48,04	54,32	9,94	5,63	1,55
GR/AMT-15 Granulado Planta	5,05	47,68	55,06	9,54	6,05	1,52
GR/AMT-16 Granulado Planta	4,52	47,66	54,31	10,46	5,77	1,53
GR/AMT-17 Granulado Planta	4,75	49,29	53,73	10,69	4,74	1,50
GR/AMT-18 Granulado Planta	5,13	48,47	55,76	9,86	5,13	1,58
GR/AMT-19 Granulado Planta	4,49	48,92	54,00	10,80	4,68	1,54
GR/AMT-20 Granulado Planta	5,25	48,66	55,92	9,29	5,15	1,58
GR/AMT-21 Granulado Planta	4,54	50,67	55,92	8,55	4,68	1,53
GR/AMT-22 Granulado Planta	4,20	49,29	54,87	10,85	4,63	1,52
GR/AMT-23 Granulado Planta	4,97	49,06	54,73	9,93	5,07	1,48
GR/AMT-24 Granulado Planta	5,36	48,90	54,26	8,76	5,51	1,60
GR/AMT-25 Granulado Planta	4,75	47,48	53,98	11,19	5,48	1,53
GR/AMT-26 Granulado Planta	4,45	48,43	54,54	10,49	5,14	1,56
GR/AMT-27 Granulado Planta	5,78	48,05	55,09	8,82	5,80	1,58

CVRD TABELA 1 - RESULTADO DE TESTE ESPECIAL (continuação)

ALÍQUOTA	SiO ₂ reativa	Al ₂ O ₃ aproveitável	ALTOT	Fe ₂ O ₃	SITOT	TiO ₂
GR/AMT-28 Granulado Planta	5,33	47,60	54,47	10,96	5,53	1,67
GR/AMT-29 Granulado Planta	4,86	49,04	54,33	10,10	4,84	1,48
GR/AMT-30 Granulado Planta	4,73	48,90	54,75	10,51	5,15	1,49
PQS/SAL-18/AMT-01 Pesquisa	1,85	51,73	56,07	12,47	2,27	1,45
PQS/SAL-18/AMT-02 Pesquisa	1,47	51,30	52,70	14,80	1,87	1,90
PQS/SAL-18/AMT-03 Pesquisa	1,02	54,13	55,74	12,08	1,33	1,90
PQS/SAL-18/AMT-04 Pesquisa	2,66	52,93	56,21	9,56	3,22	1,93
PQS/SAL-18/AMT-05 Pesquisa	1,55	53,46	55,33	11,56	2,13	1,69
PQS/SAL-18/AMT-06 Pesquisa	1,42	54,66	55,36	10,44	1,80	1,84
PQS/SAL-18/AMT-07 Pesquisa	2,66	52,54	54,96	9,87	3,51	2,07
PQS/SAL-18/AMT-08 Pesquisa	8,13	42,10	51,10	10,24	10,00	2,04
PQS/SAL-18/AMT-09 Pesquisa	15,21	35,47	50,63	7,64	15,48	2,14
PQS/SAL-18/AMT-10 Pesquisa	24,18	25,83	47,93	4,24	22,38	1,92
PQS/SAL-18/AMT-11 Pesquisa	26,54	20,97	45,70	5,75	25,86	1,93
PQS/SAL-18/AMT-12 Pesquisa	29,47	10,28	45,18	5,04	28,74	2,06
PQS/SAL-18/AMT-13 Pesquisa	21,68	27,86	47,98	6,51	21,02	2,16
PQS/SAL-18/AMT-14 Pesquisa	7,19	41,15	50,52	12,96	10,08	1,81
PQS/SAL-32/AMT-15 Pesquisa	4,08	46,76	51,01	13,94	5,78	1,79
PQS/SAL-32/AMT-16 Pesquisa	17,37	34,68	51,84	3,07	19,72	1,94
PQS/SAL-32/AMT-17 Pesquisa	5,02	45,12	52,52	10,64	8,01	1,86
PQS/SAL-32/AMT-18 Pesquisa	15,40	37,24	51,81	7,85	14,73	1,90
PQS/SAL-33/AMT-19 Pesquisa	4,01	45,42	50,42	15,80	5,21	2,17
PQS/SAL-33/AMT-20 Pesquisa	3,00	46,70	51,78	14,97	4,01	2,47
PQS/SAL-33/AMT-21 Pesquisa	5,21	44,67	49,91	14,33	6,81	2,52
PQS/SAL-33/AMT-22 Pesquisa	2,94	50,97	54,94	10,48	3,89	2,23
PQS/SAL-33/AMT-23 Pesquisa	3,51	44,73	48,14	18,98	4,96	2,23
PQS/SAL-33/AMT-24 Pesquisa	4,89	44,85	47,77	15,45	7,28	2,35
PQS/SAL-33/AMT-25 Pesquisa	12,45	33,38	43,33	17,42	13,57	2,62
PQS/SAL-33/AMT-26 Pesquisa	10,78	35,45	43,15	17,86	12,41	1,91
PQS/GAL-231/AMT-27 Pesquisa	8,30	37,99	44,70	18,24	10,30	2,41
PQS/GAL-231/AMT-28 Pesquisa	7,05	48,61	55,12	5,75	7,67	2,51
PQS/GAL-261/AMT-29 Pesquisa	3,85	43,28	46,23	20,46	5,02	2,21
PQS/GAL-261/AMT-30 Pesquisa	3,81	48,96	53,28	11,85	4,86	2,14

ALTOT: Al₂O₃ totalSITOT: SiO₂ total

A partir de tais dados, a **análise grupal em função da composição química** das amostras determinou um total de 6 grupos de semelhança dentre as amostras da pesquisa mineral e 8 grupos dentre as amostras da planta da usina de beneficiamento, estes últimos com pequena variabilidade de suas características.

As Tabelas 2 e 3, respectivamente relacionadas as amostras da pesquisa mineral e da planta de beneficiamento, apresentam as mesmas amostras já dispostas em seus grupos. Nelas estão também expostos os agrupamentos (A, B, C...) obtidos nos testes de adequação anteriormente executados, os quais possibilitaram delinear o agrupamento final em função da composição química. Todos os dendogramas (MVSP) realizados encontram-se no Anexo 3.

TABELA 2 - ANÁLISE GRUPAL DE AMOSTRAS DA PESQUISA EM FUNÇÃO DE DADOS QUÍMICOS.

ALÍQUOTA	SiO ₂ REATIVA	SiO ₂ TOTAL	Al ₂ O ₃ APROVEITÁVEL	Al ₂ O ₃ TOTAL	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂ NÃO REATIVA	Al ₂ O ₃ NÃO APROVEITÁVEL	Fe ₂ O ₃ + TiO ₂	GRUPO	AGRUPAMENTOS TESTES						
											Chi-squared		% Similarity		Spearman Coefficient		
											UPGMA	WPGMA	UPGMA	WPGMA	UPGMA	WPGMA	
SAL-1B/AMIT-10	24,2	22,4	25,8	47,9	4,2	1,9	-1,8	22,1	6,2	I	A	A1	A	A	B	B	
SAL-1B/AMIT-11	26,5	25,9	21,0	45,7	5,8	1,9	-0,7	24,7	7,7		A	A1	A	A	A	A	A
SAL-1B/AMIT-12	29,5	28,7	10,3	45,2	5,0	2,1	-0,7	34,9	7,1		A	A1	A	A	A	A	A
SAL-1B/AMIT-13	21,7	21,0	27,9	48,0	6,5	2,2	-0,7	20,1	8,7		A	A1	A	A	A	B	B
SAL-1B/AMIT-09	15,2	15,5	35,5	50,6	7,6	2,1	0,3	15,2	9,8	II	B	A2	C	C	B	A	
SAL-32/AMIT-16	17,4	19,7	34,7	51,8	3,1	1,9	2,4	17,2	5,0		B	A2	C	C	B	B	B
SAL-32/AMIT-18	15,4	14,7	37,2	51,8	7,9	1,9	-0,7	14,6	9,8		B	A2	C	C	B	B	B
SAL-33/AMIT-25	12,5	13,6	33,4	43,3	17,4	2,6	1,1	10,0	20,0	III	C	C	B	B	D	D	
SAL-33/AMIT-26	10,8	12,4	35,5	43,2	17,9	1,9	1,6	7,7	19,8		C	C	B	B	D	D	D
GAL-231/AMIT-27	8,3	10,3	38,0	44,7	18,2	2,4	2,0	6,7	20,7		C	C	B	B	D	D	D
SAL-1B/AMIT-08	8,1	10,0	42,1	51,1	10,2	2,0	1,9	9,0	12,3	IV	D	D	D1	D	D	D	
SAL-1B/AMIT-14	7,2	10,1	41,2	50,5	13,0	1,8	2,9	9,4	14,8		D	D	D1	D	D	D	
SAL-32/AMIT-17	5,0	8,0	45,1	52,5	10,6	1,9	3,0	7,4	12,5		D	D	D1	D	D	D	
SAL-231/AMIT-28	7,1	7,7	48,6	55,1	5,8	2,5	0,6	6,5	8,3		D	D	D	D	D	A	
SAL-32/AMIT-15	4,1	5,8	46,8	51,0	13,9	1,8	1,7	4,3	15,7	V	E1	E1	D1	E1	D	D	
SAL-33/AMIT-19	4,0	5,2	45,4	50,4	15,9	2,2	1,2	5,0	18,0		E1	E1	D1	E1	D	D	
SAL-33/AMIT-20	3,0	4,0	46,7	51,8	15,0	2,5	1,0	5,1	17,4		E1	E1	D1	E1	D	D	
SAL-33/AMIT-21	5,2	6,8	44,7	49,9	14,3	2,5	1,6	5,2	16,9		E1	E1	D1	E1	D	D	
SAL-33/AMIT-23	3,5	5,0	44,7	48,1	19,0	2,2	1,5	3,4	21,2		E1	E1	D1	E1	D	D	
SAL-33/AMIT-24	4,9	7,3	44,9	47,8	15,5	2,4	2,4	2,9	17,8		E1	E1	D1	E1	D	D	
GAL-261/AMIT-29	3,9	5,0	43,3	46,2	20,5	2,2	1,2	3,0	22,7	E1	E1	D1	E1	B	C		
SAL-1B/AMIT-01	1,9	2,3	51,7	56,1	12,5	1,5	0,4	4,3	13,9	VI	E2	E2	D2	E2	D	D	
SAL-1B/AMIT-02	1,5	1,9	51,3	52,7	14,8	1,9	0,4	1,4	16,7		E2	E2	D2	E2	C	C	
SAL-1B/AMIT-03	1,0	1,3	54,1	55,7	12,1	1,9	0,3	1,6	14,0		E2	E2	D2	E2	C	C	
SAL-1B/AMIT-04	2,7	3,2	52,9	56,2	9,6	1,9	0,6	3,3	11,5		E2	E2	D2	E2	D	D	
SAL-1B/AMIT-05	1,6	2,1	53,5	55,3	11,6	1,7	0,6	1,9	13,3		E2	E2	D2	E2	D	D	
SAL-1B/AMIT-06	1,4	1,8	54,7	55,4	10,4	1,8	0,4	0,7	12,3		E2	E2	D2	E2	C	C	
SAL-1B/AMIT-07	2,7	3,5	52,5	55,0	9,9	2,1	0,9	2,4	11,9		E2	E2	D2	E2	D	D	
SAL-33/AMIT-22	2,9	3,9	51,0	54,9	10,5	2,2	1,0	4,0	12,7		E2	E2	D2	E2	D	D	
SAL-261/AMIT-30	3,8	4,9	49,0	53,3	11,9	2,1	1,1	4,3	14,0		E2	E2	D2	E2	D	D	

TABLETA 3 - ANÁLISE GRUPAL DE AMOSTRAS DA PLANTA EM FUNÇÃO DE DADOS QUÍMICOS.

ALIQUOTA	SiO ₂ REATIVA	SiO ₂ TOTAL	Al ₂ O ₃ APROVEITÁVEL	Al ₂ O ₃ TOTAL	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂ NÃO REATIVA	Al ₂ O ₃ NÃO APROVEITÁVEL	Fe ₂ O ₃ + TiO ₂	GRUPO	AGRUPAMENTOS TESTES						
											Chi-squared			% Similarity			Average Distance
											MEDIAN	CENTROID	WFGMA	UPGMA	CENTROID	CENTROID	
AMT-06	4,9	5,1	48,4	53,6	10,8	1,6	0,2	5,2	12,4	I	B	C	D	C2	A	B	
AMT-09	4,7	5,1	48,1	53,4	11,1	1,5	0,4	5,3	12,6	I	B	C	D	C2	A	B	
AMT-17	4,8	4,7	49,3	53,7	10,7	1,5	0,0	4,4	12,2	I	B	A	D	C2	A	B	
AMT-19	4,5	4,7	48,9	54,0	10,8	1,5	0,2	5,1	12,3	I	B	C	D	C2	A	B	
AMT-22	4,2	4,6	49,3	54,9	10,9	1,5	0,4	5,6	12,4	I	B	C	D	C2	A	B	
AMT-30	4,7	4,8	48,9	54,8	10,5	1,5	0,1	5,9	12,0	I	B	C	D	C2	A	B	
AMT-03	4,7	5,8	48,9	55,9	8,3	1,5	1,1	6,9	9,8	II	B	B	B	B2	B1	A	
AMT-04	4,6	4,9	49,3	55,6	9,8	1,6	0,2	6,3	11,4	II	A	C	A	B2	B1	B	
AMT-07	4,6	5,2	48,9	56,0	9,6	1,6	0,6	7,1	11,3	II	A	B	A	B2	B1	B	
AMT-08	4,2	5,4	48,9	55,5	9,4	1,5	1,2	6,6	10,9	II	B	B	A	B2	B1	B	
AMT-29	4,9	4,8	49,0	54,3	10,1	1,5	0,0	5,3	11,6	II	B	C	D	C2	B1	B	
AMT-02	4,4	5,0	49,3	54,9	8,9	1,7	0,6	5,7	10,6	III	B	A	C	B1	B2	A	
AMT-23	5,0	5,1	49,1	54,7	9,9	1,5	0,1	5,7	11,4	III	B	C	D	C2	B2	A	
AMT-24	5,4	5,5	48,9	54,3	8,8	1,6	0,1	5,4	10,4	III	B	A	C	B1	B2	B	
AMT-10	5,0	5,4	48,4	55,7	9,4	1,5	0,4	7,3	10,9	IV	A	B	A	B2	C1	B	
AMT-16	5,1	6,1	47,7	55,1	9,5	1,5	1,0	7,4	11,1	IV	A	B	A	B2	C1	B	
AMT-18	5,1	5,1	48,5	55,8	9,9	1,6	0,0	7,3	11,4	IV	A	B	A	B2	C1	B	
AMT-20	5,3	5,2	48,7	55,9	9,3	1,6	-0,1	7,3	10,9	IV	A	B	A	B2	C1	B	
AMT-05	5,7	5,7	47,9	54,8	9,7	1,6	0,1	7,0	11,3	IV	A	B	B	B2	C2	B	
AMT-27	5,8	5,1	48,1	55,1	8,9	1,6	-0,6	7,0	10,4	IV	A	B	B	B2	C2	B	
AMT-11	5,4	5,9	46,3	53,9	11,5	1,6	0,5	7,6	13,2	V	A	B	A	A	A	D1	
AMT-26	4,8	5,5	47,5	54,0	11,2	1,5	0,7	6,5	12,7	V	A	B	A	A	C1	D1	
AMT-28	5,3	5,5	47,6	54,5	11,0	1,7	0,2	6,9	12,6	V	A	B	A	A	C1	D1	
AMT-01	4,4	5,1	48,5	54,4	10,6	1,6	0,6	5,9	12,2	VI	B	C	C	C2	D2	B	
AMT-12	4,5	5,4	47,7	54,2	10,5	1,5	1,0	6,5	12,0	VI	A	C	A	C1	D2	B	
AMT-14	5,0	5,8	48,0	54,3	9,9	1,6	0,7	6,3	11,5	VI	A	C	A	C1	D1	B	
AMT-16	4,5	5,8	47,7	54,3	10,5	1,5	1,3	6,7	12,0	VI	A	C	A	C1	D2	B	
AMT-26	4,5	5,1	48,4	54,5	10,5	1,6	0,7	6,1	12,1	VI	B	C	D	C2	D2	B	
AMT-13	5,5	6,2	45,8	55,6	8,8	1,6	0,7	9,8	10,4	VII				A	A	C2	
AMT-21	4,5	4,7	50,7	55,9	8,6	1,5	0,1	5,3	10,1	VIII	B	A	C	B1	B1	C2	

A observação da análise grupal em função da composição química das amostras sugere de imediato que as amostras da pesquisa mineral apresentam uma ampla variação de dados químicos, fato que reflete na diferenciação dos agrupamentos. Tais grupos originados, apesar de bastante distintos entre si, não são muito restritivos/seletivos na química das amostras que os compõem, o que pode ser visto, por exemplo, no Grupo I, onde o teor de SiO_2 reativa varia entre 21,7 e 29,5.

As amostras da planta da usina de beneficiamento, ao contrário, se mostraram bastantes homogêneas na sua química, e, portanto, muito seletivas na formação de grupos. Pequenas variações em teores foram suficientes para originar novos deles, como, por exemplo, os Grupos VII e VIII que são compostos por apenas uma amostra cada.

Os **diagramas binários** expostos a seguir foram realizados para o melhor entendimento e visualização dos dados, e suas variações em relação à composição química dos agrupamentos formados.

Para as amostras de pesquisa temos as seguintes correlações entre os grupos formados e suas características químicas (Figuras 10 e 10A):

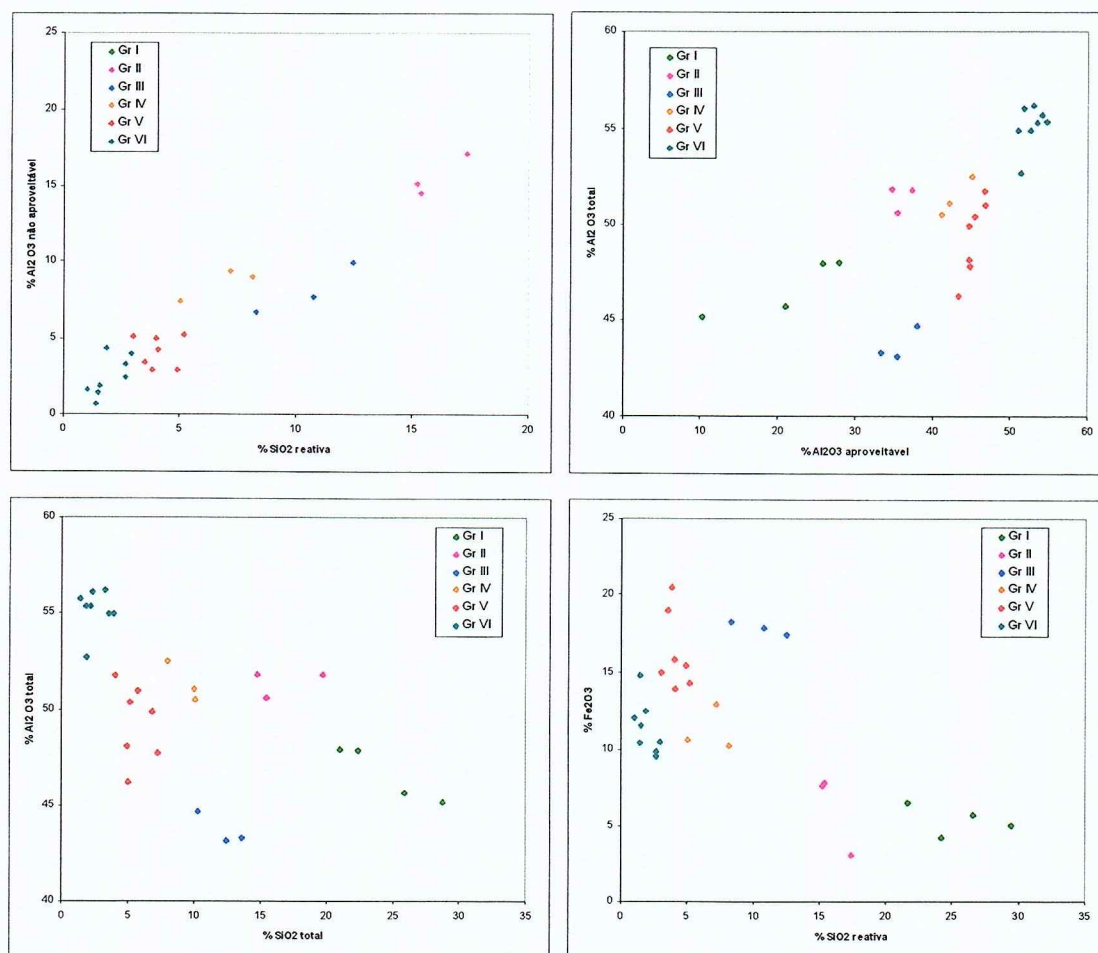


Figura 10 - Diferenciação entre agrupamentos de amostras da pesquisa em função de suas características químicas.

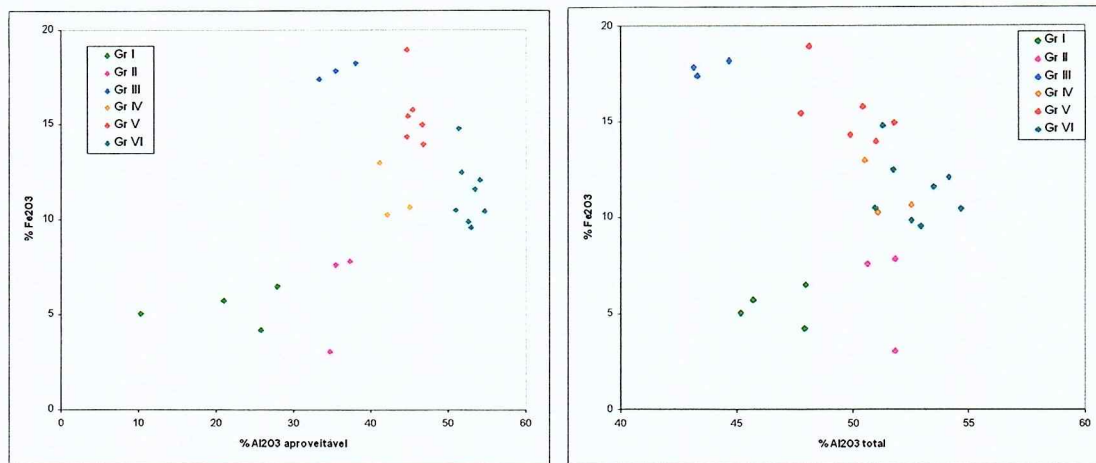


Figura 10A - Diferenciação entre agrupamentos de amostras da pesquisa em função de suas características químicas.

No caso das amostras de produto da planta, conforme já comentado, observou-se uma pequena variação de resultados químicos entre os grupos estipulados, o que pode ser visualizado nas Figuras 11 e 12, ao se considerar a média dos valores de cada composto analisado. Tal homogeneidade de valores refere-se, quando pensamos na aplicação dos dados químicos, ao material de interesse da mineradora CVRD no local, produto da planta de beneficiamento que por conter essencialmente processos de classificação granulométrica necessita de homogeneidade do minério de alimentação.

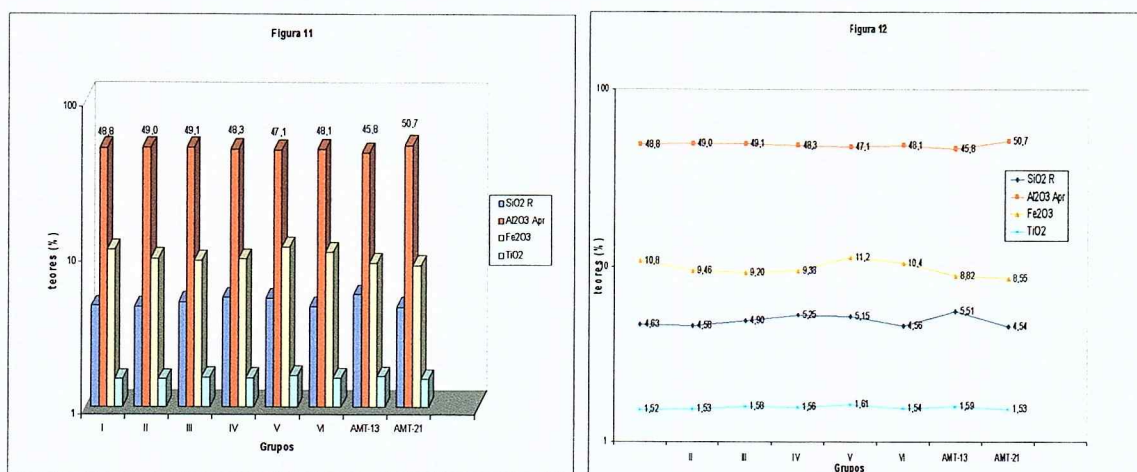


Figura 11 e 12 - Variação da composição química média entre os agrupamentos formados (análise grupal) para amostras da planta de beneficiamento.

Este produto de exploração da planta também pode ser identificado quimicamente como apresentado nos gráficos binários seguintes (Figura 13). Nota-se que tal composição

não é nitidamente observada nas amostras analisadas da pesquisa, ou seja, o material de pesquisa difere quimicamente do material de interesse da planta (Figura 14).

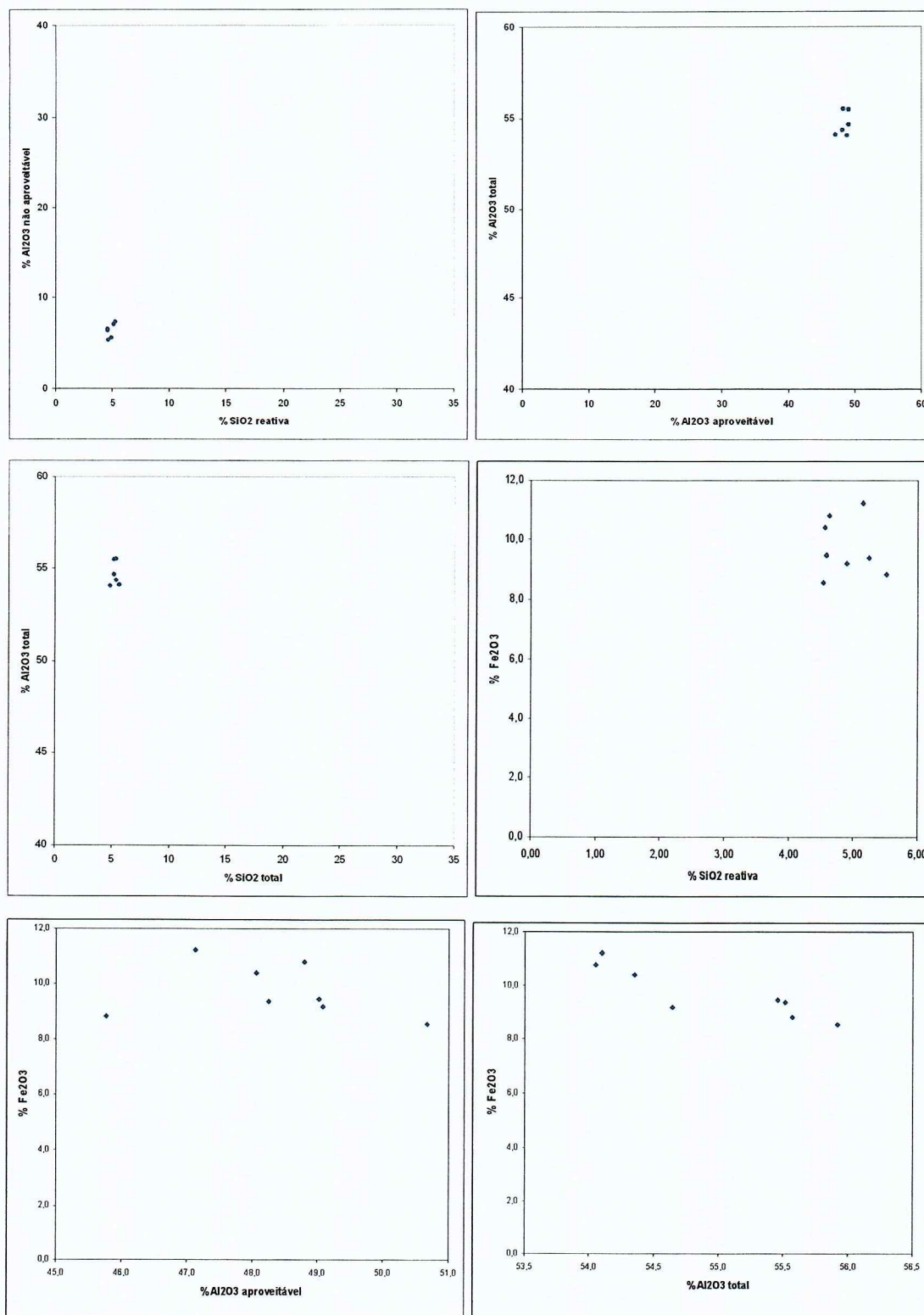


Figura 13 - Diferenciação entre agrupamentos de amostras da planta em função de suas características químicas.

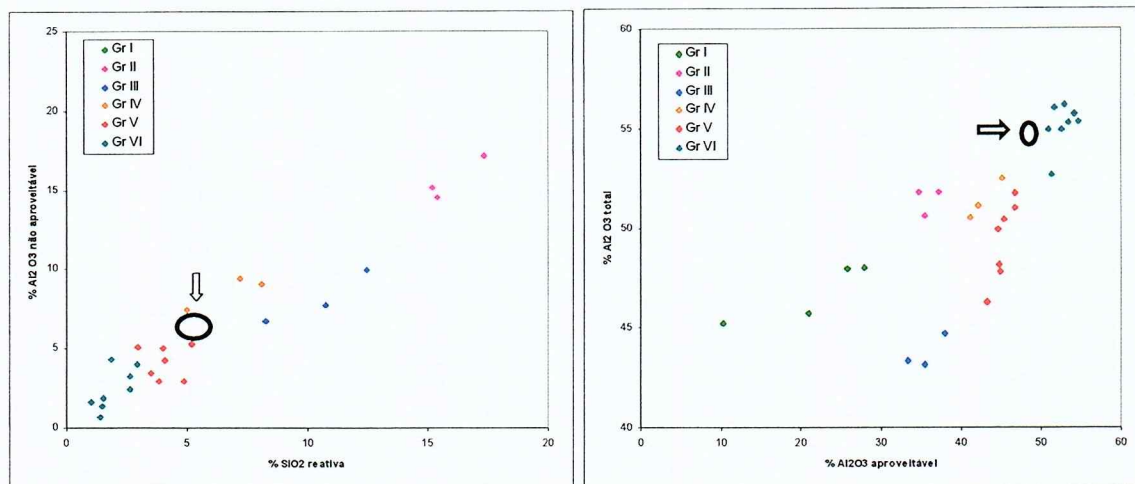


Figura 14 - Exemplos de gráficos químicos de amostras da pesquisa apontando a área de resultados químicos das amostras da planta. Resultados não coincidem.

Com relação à **análise grupal dos difratogramas**, foram obtidos agrupamentos diferentes dos encontrados pela análise grupal a partir dos dados químicos. Tal resultado é relevante quando se entende que a química reflete a mineralogia, porém, ao mesmo tempo deve-se considerar que diferentes combinações químicas produzem mineralogias distintas.

Para a obtenção dos agrupamentos foi escolhida a medida de distância KGS, a qual deu origem a 8 grupos de amostras da pesquisa mineral e 4 de amostras da planta de beneficiamento.

A Figura 15 exibe a interpretação de um dos sessenta (60) difratogramas gerados, mostrando a mineralogia comumente observada.

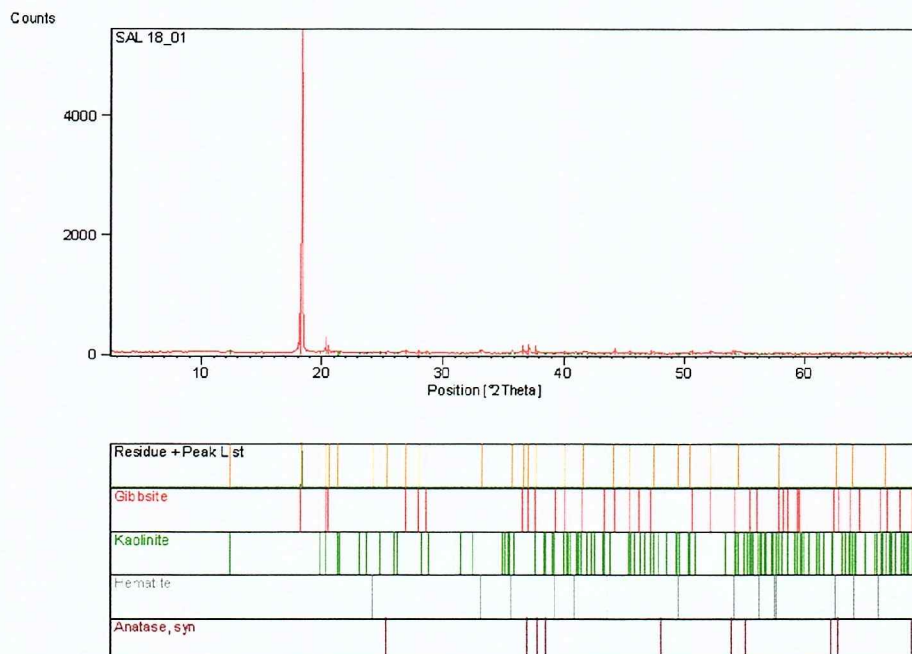


Figura 15 - Modelo de padrão difratométrico - amostra SAL 18/01.

Apesar de terem sido agrupados com base em dissimilaridades, os difratogramas das amostras, de maneira geral, apresentaram uma significativa semelhança em termos de mineralogia. Os principais minerais identificados foram: gibbsita, caolinita e minerais de ferro (hematita e goethita) e titânio (anastásio).

A diferenciação dos padrões difratométricos, principalmente observada em função das intensidades, deslocamentos e diferenças de picos, relaciona-se basicamente às diferentes proporções mineralógicas presentes nas amostras.

A Tabela 4 apresenta os testes de adequação executados, bem como os agrupamentos definidos em função dos difratogramas (1, 2, 3...). Os dendogramas realizados (*High Score Plus*) estão expostos no Anexo 04.

TABELA 4 - RESULTADO DA ANÁLISE GRUPAL DOS DIFRATOGRAMAS DAS AMOSTRAS DA PESQUISA E DA PLANTA DA USINA DE BENEFICIAMENTO

PESQUISA				PLANTA			
ALÍQUOTA	GRUPO	DRX		ALÍQUOTA	GRUPO	DRX	
		KGS	Manual			KGS	Manual
SAL-32/AMT-15	I	1	2	AMT-06	I	1	1
SAL-33/AMT-19		1	2	AMT-09		1	1
SAL-33/AMT-24		1	2	AMT-11		1	1
SAL-33/AMT-22		1	2	AMT-18		1	1
SAL-261/AMT-30		1	2	AMT-22		1	1
SAL-33/AMT-20		1	5	AMT-10		1	2
SAL-33/AMT-21		1	5	AMT-12		1	2
SAL-18/AMT-01		1	5	AMT-14		1	2
SAL-18/AMT-02		1	5	AMT-15		1	2
SAL-18/AMT-03		1	5	AMT-16		1	2
SAL-18/AMT-04		1	5	AMT-19		1	2
SAL-18/AMT-05		1	5	AMT-20		1	2
SAL-18/AMT-06		1	5	AMT-30		1	2
SAL-18/AMT-07		1	5	AMT-02		1	5
SAL-18/AMT-09		II	2	1		AMT-28	1
SAL-32/AMT-16	2		1	AMT-03	II	2	3
SAL-32/AMT-18	2		6	AMT-04		2	3
SAL-18/AMT-14	2		6	AMT-07		2	3
SAL-18/AMT-08	III	3	4	AMT-08		2	3
SAL-32/AMT-17		3	4	AMT-13		2	3
SAL-231/AMT-28		3	3	AMT-23		2	3
SAL-33/AMT-23	IV	4	3	AMT-24		2	3
GAL-261/AMT-29		4		AMT-26		2	3
SAL-18/AMT-10	V	5	4	AMT-05		2	0
SAL-18/AMT-13		5	4	AMT-21		III	3
SAL-33/AMT-25	VI	6	6	AMT-27	3		4
SAL-33/AMT-26		6	6	AMT-29	3		4
SAL-18/AMT-11	VIII	0	0	AMT-01	IV	0	0
SAL-18/AMT-12		0	0	AMT-17		0	0
				AMT-25		0	0

Os agrupamentos definidos pela análise grupal a partir dos difratogramas foram considerados os de maior importância para o referente projeto, desde que seu objetivo básico é avaliar a aplicabilidade da técnica de difração de raios X na quantificação da mineralogia.

Definidos, portanto, os tipos mineralógicos de bauxitas com base na DRX, em seqüência realizou-se a seleção de 10 das amostras, priorizando a variedade mineralógica entre elas, para a realização dos estudos posteriores. De maneira geral, das amostras escolhidas, 7 são representativas das amostras da pesquisa mineral, e 3 representativas das amostras da planta de beneficiamento. A Tabela 5 expõe as amostras selecionadas.

TABELA 5 - AMOSTRAS SELECIONADAS PARA ESTUDOS SEGUINTE

PESQUISA	SAL-18/AMT-12, SAL-18/AMT-13, SAL-32/AMT-17, SAL-32/AMT-18, SAL-33/AMT-20, SAL-33/AMT-26, GAL-261/AMT-29
PLANTA	AMT-06, AMT-13, AMT-21

VI. 2 - ESTUDOS MINERALÓGICOS NAS AMOSTRAS SELECIONADAS

As 10 amostras selecionadas foram encaminhadas para as seguintes metodologias de caracterização com o intuito de se estimar a composição mineralógica dos materiais: classificação granulométrica, separações em líquido denso e técnicas de DTA-DTG, acompanhadas de análises químicas por fluorescência de raios X das dosagens de Al_2O_3 total e aproveitável, SiO_2 total e reativa, Fe_2O_3 e TiO_2 .

Os resultados das análises de alumina aproveitável e SiO_2 reativa não foram obtidos para todas as frações e produtos gerados em função da insuficiência de material amostrado, apesar disso a estimativa da composição mineralógica não foi prejudicada já que tais dados apenas colaboraram com a interpretação dos outros óxidos analisados.

A Tabela 6 apresenta o balanço de massa obtido na **classificação granulométrica**, bem como os teores e a distribuição dos óxidos. Nela também estão expostos os resultados químicos fornecidos pela CVRD (Tabela 1) para uma simples comparação entre resultados químicos provindos de diferentes laboratórios.

Com base nos resultados expostos nesta tabela, observa-se que o Al_2O_3 total é o composto de maior teor nas amostras, variando entre 40,4 e 55,8% da composição total das mesmas.

Considerando sua distribuição nas frações geradas, mais de 60% do Al_2O_3 total das amostras aparece contido em $+0,037mm$, chegando a 80,7% na amostra GAL-261/29. Como exceção, a amostra SAL-18/AMT-12 contém 72,6% do seu Al_2O_3 total em $-0,037mm$.

Este fato pode estar relacionado à % em massa de suas frações geradas, o que é bastante diferente das outras amostras, ou mesmo estar relacionado à grande quantidade de alumina não aproveitável contida na amostra (teor = 36,4 - 3,1 = 33,3%).

TABELA 6 - BALANÇO DE MASSA OBTIDO NA CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA, TEORES E DISTRIBUIÇÃO DOS ÓXIDOS.

Amostra	Fração (mm)	% em Massa	Teores (%)							Distribuição no ensaio (%)			
			Al ₂ O ₃ total	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ total	TiO ₂	PF	Al ₂ O ₃ aproveitável	SiO ₂ reativa	Al ₂ O ₃ total	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ total	TiO ₂
SAL-18/ ATM-12	+0,037	19,4	57,1	3,47	9,42	1,11	29,8			27,4	12,9	5,30	10,9
	-0,037	80,6	36,4	5,63	40,5	2,18	15,3	3,10	41,0	72,6	87,1	94,7	89,1
	Total calc.	100	40,4	5,21	34,5	1,97	18,1	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	45,2	5,04	28,8	2,06	--	10,3	29,5				
SAL-18/ ATM-13	+0,037	49,3	57,3	4,16	7,77	1,01	29,5			61,2	29,0	17,7	25,5
	-0,037	50,7	35,3	9,91	35,0	2,87	16,4	8,58	31,9	38,8	71,0	82,3	74,5
	Total calc.	100	46,2	7,08	21,6	1,95	22,9	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	48,0	6,51	21,0	2,16	--	27,9	21,6				
SAL-32/ ATM-17	+0,037	68,7	56,2	7,53	4,65	0,79	30,5			75,8	46,2	38,2	33,4
	-0,037	31,3	39,3	19,2	16,5	3,45	21,1	26,7	14,8	24,2	53,8	61,8	66,6
	Total calc.	100	50,9	11,2	8,36	1,62	27,6	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	52,5	10,6	8,01	1,86	--	45,1	5,02				
SAL-32/ ATM-18	+0,037	53,4	60,4	4,95	3,85	0,63	31,5			63,1	32,5	13,8	18,3
	-0,037	46,6	40,5	11,8	27,6	3,21	18,9	15,5	27,4	36,9	67,5	86,2	81,7
	Total calc.	100	51,1	8,13	14,9	1,83	25,6	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	51,8	7,85	14,7	1,90	--	37,2	15,4				
SAL-33/ ATM-20	+0,037	68,8	56,5	10,2	2,36	1,77	30,4			75,0	47,1	40,1	52,3
	-0,037	31,2	41,5	25,1	7,74	3,55	23,9	34,2	7,43	25,0	52,9	59,9	47,7
	Total calc.	100	51,8	14,8	4,04	2,33	28,3	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	49,9	14,3	6,81	2,52	--	44,7	5,21				
SAL-33/ ATM-26	+0,037	60,5	52,6	13,4	4,38	0,79	28,7			71,1	49,4	20,5	28,2
	-0,037	39,5	32,7	20,9	26,0	3,09	16,8	12,8	25,3	28,9	50,6	79,5	71,8
	Total calc.	100	44,8	16,3	12,9	1,70	24,0	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	43,2	17,9	12,4	1,91	--	35,5	10,8				
GAL-261/ ATM-29	+0,037	70,2	54,9	12,7	2,30	1,07	29,5			80,7	43,4	36,7	38,4
	-0,037	29,8	30,9	39,2	9,35	4,04	17,4	22,0	9,06	19,3	56,6	63,3	61,6
	Total calc.	100	47,8	20,6	4,40	1,95	25,9	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	46,2	20,5	5,02	2,21	--	43,3	3,85				
ATM-06	+0,037	73,7	57,5	8,42	4,22	1,22	30,6			78,1	54,0	57,6	58,0
	-0,037	26,3	45,1	20,1	8,72	2,48	24,3	36,7	8,13	21,9	46,0	42,4	42,0
	Total calc.	100	54,2	11,5	5,41	1,55	28,9	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	53,6	10,8	5,11	1,58	--	48,4	4,94				
ATM-13	+0,037	69,1	58,3	5,44	4,97	1,24	30,6	53,0	3,92	72,8	47,2	47,0	52,0
	-0,037	30,9	48,7	13,6	12,5	2,56	24,6	36,4	3,79	27,2	52,8	53,0	48,0
	Total calc.	100	55,4	7,95	7,31	1,65	28,8	47,8	3,9	100	100	100	100
	Total CVRD	100	55,6	8,82	6,21	1,59	--	45,8	5,51				
ATM-21	+0,037	71,6	59,0	6,63	4,07	1,14	31,0			75,7	49,6	51,3	52,4
	-0,037	28,4	47,7	17,0	9,74	2,61	24,6	37,1	9,11	24,3	50,4	48,7	47,6
	Total calc.	100	55,8	9,58	5,69	1,56	29,2	-	-	100	100	100	100
	Total CVRD	100	55,9	8,55	4,68	1,53	--	50,7	4,54				

PF - Perda ao fogo

- Impossibilidade de cálculo

□ Não analisado

-- Não informado pela CVRD

O teor de SiO_2 total presente nas amostras é variável, sendo mínimo na amostra SAL-33/AMT-20 (4,04%) e máximo na amostra SAL-18/AMT-12 (34,5%). Cálculos de distribuição mostram que a fração -0,037mm contém a maior parte do SiO_2 total das amostras, chegando a 94,7% na amostra SAL-18/AMT-12.

Como informação adicional, os resultados dos teores de SiO_2 reativa da fração -0,037mm equivalem aos teores de SiO_2 total, ou seja, praticamente inexistente SiO_2 livre (quartzo) na fração, ou contém apenas traços do mineral.

Os teores de óxido de ferro são significativos nas amostras, variando entre 5,21 e 20,6%. Sua distribuição aparece principalmente concentrada na fração -0,037mm.

Os teores de óxido de titânio nas amostras são bastante discretos (1,55 a 2,33%) e também prevalecem em concentração na fração -0,037mm.

Com relação aos valores químicos dosados fornecidos pela CVRD e já tratados anteriormente, nota-se que não houveram resultados discrepantes comparados com as análises agora realizadas (Tabela 6). Deve-se considerar, porém, que pequenas variações químicas em função de técnicas laboratoriais distintas, podem proporcionar e propagar erros consideráveis quando se tem em vista uma estimativa mineralógica com base em cálculos estequiométricos.

A seguinte metodologia de caracterização executada foi **separação em meio denso**. A Tabela 7 apresenta o balanço de massa obtido na separação em meio denso, bem como os teores e a distribuição dos óxidos.

Analisando-se apenas a fração +0,037mm, é observado que Al_2O_3 total e SiO_2 total aparecem em maior concentração no produto flutuado das amostras (distribuição no ensaio). Apesar de sua densidade ($d > 2,5 \text{ g/cm}^3$), o SiO_2 aparece no produto flutuado quase que totalmente sob a forma de SiO_2 reativa, indicando uma presença insignificante de SiO_2 livre (quartzo).

Com relação ao produto afundado de algumas amostras, os dados expostos de SiO_2 reativa mostram que existe uma pequena porcentagem de SiO_2 livre (quartzo) presente, chegando a teores de 3% (amostra AMT-21).

As informações de alumina aproveitável mostram que os teores encontrados se aproximam bastante dos teores de Al_2O_3 total, tanto no produto flutuado como no afundado das amostras. Ou seja, a concentração de alumina não aproveitável em ambos os produtos é pequena.

Os altos teores de óxido de ferro concentram-se no produto afundado, conforme previsto ($d > 2,5 \text{ g/cm}^3$), chegando a 40% no produto afundado da amostra SAL-18/AMT-13.

Os teores de óxido de titânio, mais discretos que o Fe_2O_3 , também prevalecem no produto afundado ($d > 2,5 \text{ g/cm}^3$), chegando a 10% no afundado da amostra SAL-18/AMT-12.

TABELA 7 - BALANÇO DE MASSA OBTIDO NA SEPARAÇÃO EM MEIO DENSO, TEORES E DISTRIBUIÇÃO DOS ÓXIDOS.

Amostra	Fração (mm)	Produto	% em Massa		Teores (%)						Distribuição no ensaio (%)						Distribuição na amostra (%)					
			ensaio	amostra	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	PF	Al ₂ O ₃ aproveitável	SiO ₂ reativa	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃ aproveitável	SiO ₂ reativa	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	
SAL 18:12	+0,037	Flutuado	95,3	18,5	59,5	1,87	9,06	0,66	29,4	49,8	9,11	98,0	53,9	93,9	56,8	-	-	26,9	6,97	4,98	6,18	
		Atundado	4,70	0,91	24,2	32,5	12,0	10,2	16,9	-	-	1,96	46,1	6,13	43,2	-	-	0,54	5,97	0,32	4,70	
		Total calc.	100	19,4	57,8	3,31	9,20	1,11	28,8	-	-	-	100	100	100	100	-	-	27,4	12,9	5,30	10,9
SAL 18:13	+0,037	Flutuado	95,8	47,2	61,0	2,23	6,68	0,82	30,3	49,3	6,35	98,2	55,1	92,1	83,3	-	-	80,1	16,3	16,3	21,2	
		Atundado	4,2	2,05	26,1	40,0	13,1	3,78	17,0	-	-	1,83	43,9	7,88	16,7	-	-	1,12	12,7	1,40	4,27	
		Total calc.	100	49,3	59,5	3,81	6,95	0,94	29,7	-	-	-	100	100	100	100	-	-	61,2	29,0	17,7	25,5
SAL 32:17	+0,037	Flutuado	90,4	62,1	61,6	3,83	2,34	0,83	32,3	57,9	2,29	94,6	49,7	77,9	82,9	95,3	80,5	71,8	22,5	29,7	27,7	
		Atundado	9,6	6,6	33,1	38,2	6,29	1,62	20,9	26,9	5,24	5,38	51,3	22,1	17,1	4,7	19,5	4,08	23,7	8,46	5,72	
		Total calc.	100	68,7	58,9	7,12	2,72	0,91	31,2	54,9	2,6	100	100	100	100	100	100	75,8	46,2	38,2	33,4	
SAL 32:18	+0,037	Flutuado	93,2	49,7	62,4	2,31	3,44	0,58	31,7	56,8	3,29	96,1	45,3	92,5	88,6	-	-	80,6	14,7	12,7	16,2	
		Atundado	6,8	3,62	34,8	38,3	3,84	1,03	21,1	-	-	3,90	54,7	7,51	11,4	-	-	2,46	17,7	1,03	2,09	
		Total calc.	100	53,4	60,5	4,75	3,47	0,61	31,0	-	-	-	100	100	100	100	-	-	63,1	32,5	13,8	18,3
SAL 33:20	+0,037	Flutuado	73,7	50,6	60,7	3,81	2,02	1,60	32,0	58,1	1,88	79,5	27,4	70,0	65,6	80,9	80,3	59,6	12,9	28,1	34,3	
		Atundado	26,3	18,1	43,7	28,3	2,42	2,35	24,3	38,3	1,29	20,5	72,6	30,0	34,4	19,1	19,7	15,3	34,2	12,0	18,0	
		Total calc.	100	68,8	56,2	10,3	2,13	1,80	30,0	52,9	1,7	100	100	100	100	100	100	75,0	47,1	40,1	52,3	
SAL 33:26	+0,037	Flutuado	81,1	49,1	61,2	2,96	3,72	0,72	31,5	57,3	3,49	90,8	19,7	77,0	73,1	91,8	82,6	64,6	9,73	15,8	20,6	
		Atundado	18,9	11,4	26,7	52,0	4,78	1,14	16,9	22,0	3,17	9,20	80,3	23,0	26,9	8,2	17,4	6,5	39,7	4,7	7,6	
		Total calc.	100	60,5	54,7	12,2	3,92	0,80	28,7	50,6	3,4	100	100	100	100	100	100	71,1	49,4	20,5	28,2	
GAL 26:129	+0,037	Flutuado	56,1	40,8	61,5	3,48	1,86	0,86	32,4	59,6	1,74	65,2	16,1	50,0	47,9	65,7	58,8	52,6	6,98	18,3	18,4	
		Atundado	41,9	29,4	45,6	25,2	2,58	1,30	25,4	43,2	1,69	34,8	69,9	50,0	52,1	34,3	41,2	28,1	36,4	18,3	20,0	
		Total calc.	100	70,2	54,8	12,6	2,16	1,04	29,5	52,8	1,7	100	100	100	100	100	100	80,7	43,4	36,7	38,4	
Granulato 06	+0,037	Flutuado	76,5	56,4	62,0	2,49	3,88	1,14	31,2	48,5	3,65	82,5	23,0	74,3	71,8	79,8	82,8	64,4	12,4	42,8	41,6	
		Atundado	23,5	17,3	42,9	27,1	4,36	1,46	24,2	39,8	2,47	17,5	77,0	25,7	28,2	20,2	17,2	13,7	41,6	14,8	16,4	
		Total calc.	100	73,7	57,5	8,27	3,99	1,22	29,6	46,4	3,4	100	100	100	100	100	100	78,1	54,0	57,6	58,0	
Granulato 13	+0,037	Flutuado	83,6	57,7	60,9	1,93	4,12	1,13	32,1	-	-	87,7	30,6	72,3	77,6	-	-	63,9	14,4	34,0	40,4	
		Atundado	16,4	11,3	43,4	22,3	8,05	1,66	24,5	-	-	12,3	69,4	27,7	22,4	-	-	8,94	32,8	13,0	11,6	
		Total calc.	100	69,1	58,0	5,27	4,77	1,22	30,9	-	-	100	100	100	100	-	-	72,8	47,2	47,0	52,0	
Granulato 21	+0,037	Flutuado	87,1	62,3	61,6	2,40	3,55	1,08	31,6	57,6	3,40	91,6	32,7	80,8	82,8	92,0	88,9	69,3	16,2	41,5	43,4	
		Atundado	12,9	9,3	38,0	33,3	5,66	1,51	22,4	33,5	2,87	8,40	67,3	19,2	17,2	8,0	11,1	6,36	33,4	9,82	9,02	
		Total calc.	100	71,6	58,5	6,40	3,82	1,14	30,4	54,5	3,3	100	100	100	100	100	100	75,7	49,6	51,3	52,4	

Impossibilidade de cálculo

Não analisado

Em seqüência, a **técnica de DTA-DTG** foi aplicada a algumas frações e produtos gerados a partir das amostras. Todos os resultados das análises encontram-se no Anexo 5.

Inicialmente foi acompanhado o perfil da gibbsita em produtos fluviados da fração +0,037mm das amostras, sendo as seguintes amostras analisadas: SAL-18/AMT-12, SAL-32/AMT-18, SAL-33/AMT-20, GAL-261/AMT-29, e AMT-21. Os resultados obtidos indicam que o produto apresenta baixa concentração de caolinita comparada à gibbsita. Além disso, é observada certa influência da quantidade de ferro das amostras na temperatura de destruição da estrutura da gibbsita. Aparentemente, maiores porcentagens de ferro diminuem tal temperatura de quebra do mineral.

Com relação ao perfil da caolinita observado na fração -0,037mm das amostras SAL-18/AMT-12 e SAL-32/AMT-18, observa-se que a temperatura de quebra da gibbsita é alterada (diminui) quando aumentam as concentrações de caolinita.

Maior investigação e detalhamento dessas análises seria necessária para a confirmação dessas interferências entre minerais.

Caracterizadas as amostras com base nas metodologias propostas, foi possível se **estimar a composição mineralógica** das bauxitas em estudo a partir de cálculos estequiométricos. A Tabela 8 apresenta a estimativa mineral obtida, baseada na composição química das amostras.

TABELA 8 - ESTIMATIVA DA COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA NAS AMOSTRAS SELECIONADAS.

Amostra	Fração (mm)	% Peso	% Mineral				
			gibbsita	caolinita	quartzo	óx. ferro	anatásio
SAL-18/AMT-12	+0,037	19	76	19	0	3	1
	-0,037	81	4	88	0	6	2
	Total amostra	100	18	75	0	5	2
SAL-18/AMT-13	+0,037	49	79	15	0	4	1
	-0,037	51	33	48	4	11	3
	Total amostra	100	56	32	2	8	2
SAL-32/AMT-17	+0,037	69	83	6	0	7	1
	-0,037	31	43	32	2	20	4
	Total amostra	100	70	14	1	11	2
SAL-32/AMT-18	+0,037	53	88	7	0	5	1
	-0,037	47	27	58	0	12	3
	Total amostra	100	60	31	0	8	2
SAL-33/AMT-20	+0,037	69	84	5	0	10	2
	-0,037	31	55	16	0	25	4
	Total amostra	100	75	8	0	15	2
SAL-33/AMT-26	+0,037	61	76	8	0	12	1
	-0,037	39	19	56	1	22	3
	Total amostra	100	53	27	0	16	2
SAL-261/AMT-29	+0,037	70	82	5	0	13	1
	-0,037	30	36	20	0	40	4
	Total amostra	100	68	9	0	21	2
AMT-06	+0,037	74	83	8	0	8	1
	-0,037	26	59	17	1	20	2
	Total amostra	100	77	11	0	11	2
AMT-13	+0,037	69	84	10	1	5	1
	-0,037	31	68	8	8	13	2
	Total amostra	100	79	9	3	8	2
AMT-21	+0,037	72	86	8	0	6	1
	-0,037	28	61	19	1	17	3
	Total amostra	100	79	11	0	9	2

As porcentagens minerais expostas, corroborando com a discussão dos resultados químicos das Tabelas 6 e 7, definem as seguintes características minerais presentes nas amostras selecionadas:

- Gibbsita: Mineral de maior concentração nas bauxitas em estudo, variando de 53 a 79%, com exceção a amostra SAL-18/AMT-12 que apresentou apenas 18%. Aparece contido principalmente no produto flutuado da fração +0,037mm e representa a quase totalidade de alumina aproveitável das bauxitas.

- Caolinita: A caolinita é um mineral de bastante importância nas amostras, visto que sua porcentagem variou entre 8 e 32%, atingindo 75% na SAL-18/AMT-12. Aparece contida principalmente na fração -0,037mm e representa a alumina não aproveitável, juntamente com a sílica reativa. Ressalta-se que uma parcela reduzida da caolinita pode ser solubilizada no procedimento de determinação de alumina aproveitável, parcela esta variável em função da cristalinidade da caolinita.

- Óxidos de ferro: Representam de 5 a 21% das amostras e estão contidos principalmente na fração -0,037mm, aparecendo também no produto afundado da fração +0,037mm, chegando a 40% na amostra SAL-18/AMT-12.

- Anatásio: Principal óxido de titânio identificado em difratogramas testes, fazendo com que toda a concentração de TiO_2 obtida fosse correlacionada a sua presença. O anatásio representa 2% de todas as amostras analisadas e está concentrado principalmente na fração -0,037mm, aparecendo também no produto afundado da fração +0,037mm, chegando a 10% na amostra SAL 18/12.

- Quartzo: As porcentagens de quartzo presente nas amostras foram mínimas, sendo <1% na maioria delas e chegou a 3% na amostra AMT-13. O mineral aparece contido na fração -0,037mm e muito restritamente, como mineral traço, no produto afundado da fração +0,037mm.

A estimativa mineralógica obtida demonstrou que o minério de bauxita da CVRD fornecedor das amostras é bastante homogêneo e, que seu conteúdo em alumínio tem expressivo valor econômico quando consideramos os resultados de gibbsita (alumina aproveitável).

Considerando as amostras da planta de beneficiamento e as amostras da pesquisa mineral separadamente, conforme já discutido na etapa de agrupamento de amostras, as primeiras se mostram muito homogêneas, ou seja, a química refletiu na mineralogia das mesmas. O material da planta de beneficiamento contém aproximadamente 78% de gibbsita, 10% de caolinita, 0-3% de quartzo, 10% de minerais de ferro e 2% de minerais de titânio.

VI.3 - QUANTIFICAÇÃO POR DRX NAS AMOSTRAS SELECIONADAS

A primeira etapa da quantificação mineral por DRX-Rietveld contemplou a **identificação das fases minerais componentes** das amostras. Como resultados foram observados: gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$), hematita (Fe_2O_3), quartzo (SiO_2), anatásio (TiO_2), goethita (FeOOH), nacrita ($\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$) e caolinita ($\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$).

A **quantificação das fases**, obtida através da inserção de estruturas cristalinas adequadas e refinamento das mesmas, está exposta na Tabela 9. Nela também estão especificados os valores *gof* alcançados, os quais garantem juntamente com a qualidade dos gráficos obtidos, a eficiência do processo.

A identificação das fases componentes, bem como o ajuste dos perfis observado e calculado estão expostos nos difratogramas refinados, Anexo 6.

TABELA 9 - RESULTADO DA QUANTIFICAÇÃO MINERAL POR DRX-RIETVELD

Amostra	gof	% Mineral						
		gibbsita	nacrita	caolinita	hematita	goethita	anatásio	quartzo
SAL-18/AMT-12	2,35	26	71	-	1	-	2	<1
SAL-18/AMT-13	2,21	56	1	39	4	<1	<1	-
SAL-32/AMT-17	2,67	76	18	-	2	-	1	<1
SAL-32/AMT-18	2,12	63	2	30	2	1	2	-
SAL-33/AMT-20	1,53	80	2	7	9	1	2	-
SAL-33/AMT-26	1,48	56	2	34	6	1	1	-
GAL-261/AMT-29	2,29	75	13	-	8	4	1	<1
AMT-06	1,87	84	-	10	5	<1	1	-
AMT-13	2,32	87	-	8	4	-	2	-
AMT-21	1,80	85	-	10	4	<1	1	-

- menor que o limite de detecção

Conforme exposto, a gibbsita é o mineral em maior porcentagem nas amostras selecionadas, chegando a 87% na amostra AMT-13. Como exceção está a amostra SAL-18/AMT-12 que contém apenas 26% do mineral.

A nacrita e a caolinita juntas, ambos argilominerais do grupo da caolinita, compõem significativas porcentagens nas amostras, chegando a 40 e 71% na SAL-18/AMT-13 e SAL-18/AMT-12, respectivamente.

Os minerais de ferro, hematita e goethita, juntos representam também porcentagens consideráveis, chegando a 12% na amostra SAL-261/AMT-29.

O anatásio aparece em pequenas porcentagens (0,6 a 1,8%), diferentemente do quartzo que quando presente não ultrapassa 0,3%.

VI.4 - COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS E VALIDAÇÃO DA TÉCNICA

A comparação das quantificações obtidas pelas diferentes metodologias propostas, pode ser visualizada na Figura 16, onde o alinhamento de amostras segundo uma reta linear representaria a total semelhança entre resultados comparados.

Para tal tratamento de dados foram considerados apenas os minerais de maiores proporções nas amostras: gibbsita, caolinita (caolinita e nacrita) e minerais de ferro (hematita e goethita).

Conforme exposto, existe uma significativa similaridade entre os resultados, conforme os altos valores de correlação linear (R^2) obtidos, o que valida o método de Rietveld testado. A pequena divergência observada diz respeito à porcentagem de óxido de ferro presente nas amostras, sendo que praticamente todas elas apresentaram maiores teores (~5%) quando analisadas a partir dos cálculos estequiométricos (vide que a reta não passa pelo ponto (0,0) do gráfico). Este fato pode ser justificado pela possível presença de ferro contido na estrutura da caolinita/nacrita.

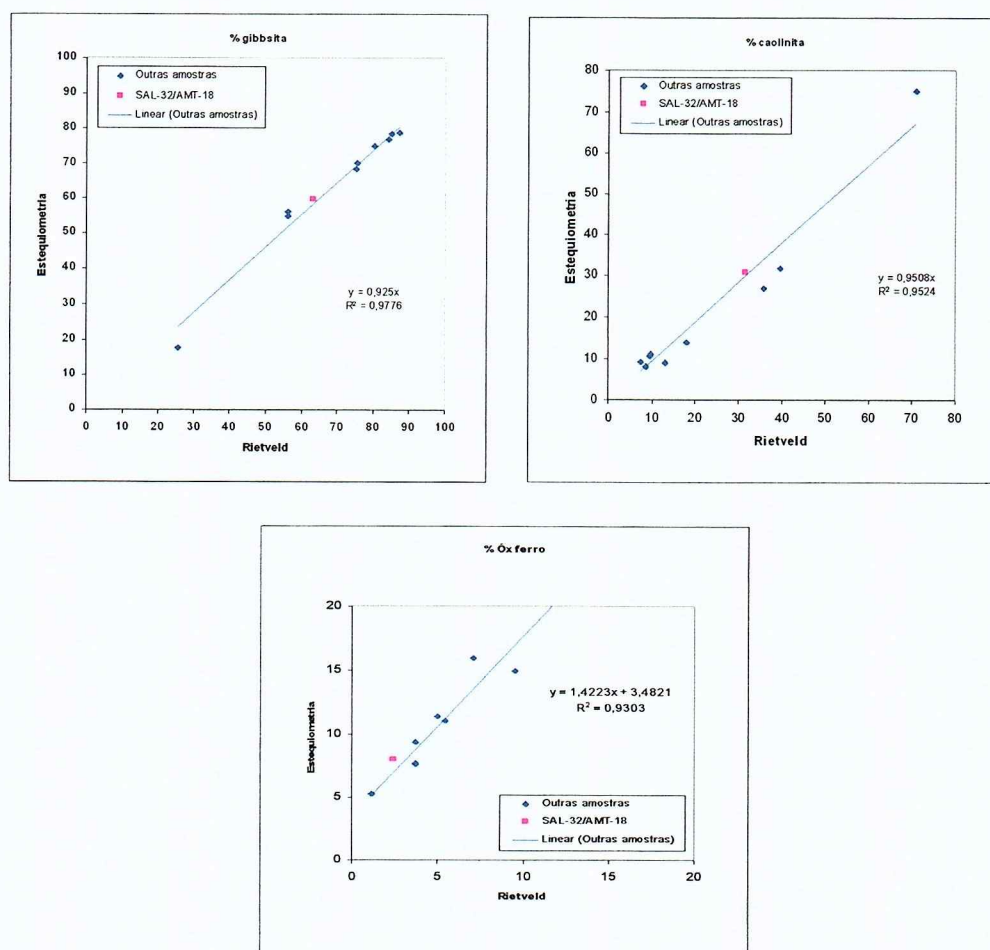


Figura 16 - Comparação gráfica entre resultados quantitativos de fases minerais obtidos por cálculos estequiométricos e DRX-Rietveld.

Excelente correlação linear ($R^2=0,9776$) foi também observada entre %gibbsita e teores de Al_2O_3 aproveitável fornecidos pela CRVD, igualmente para a %caolinita e teores de alumina não aproveitável. A Figura 17 mostra tais correlações.

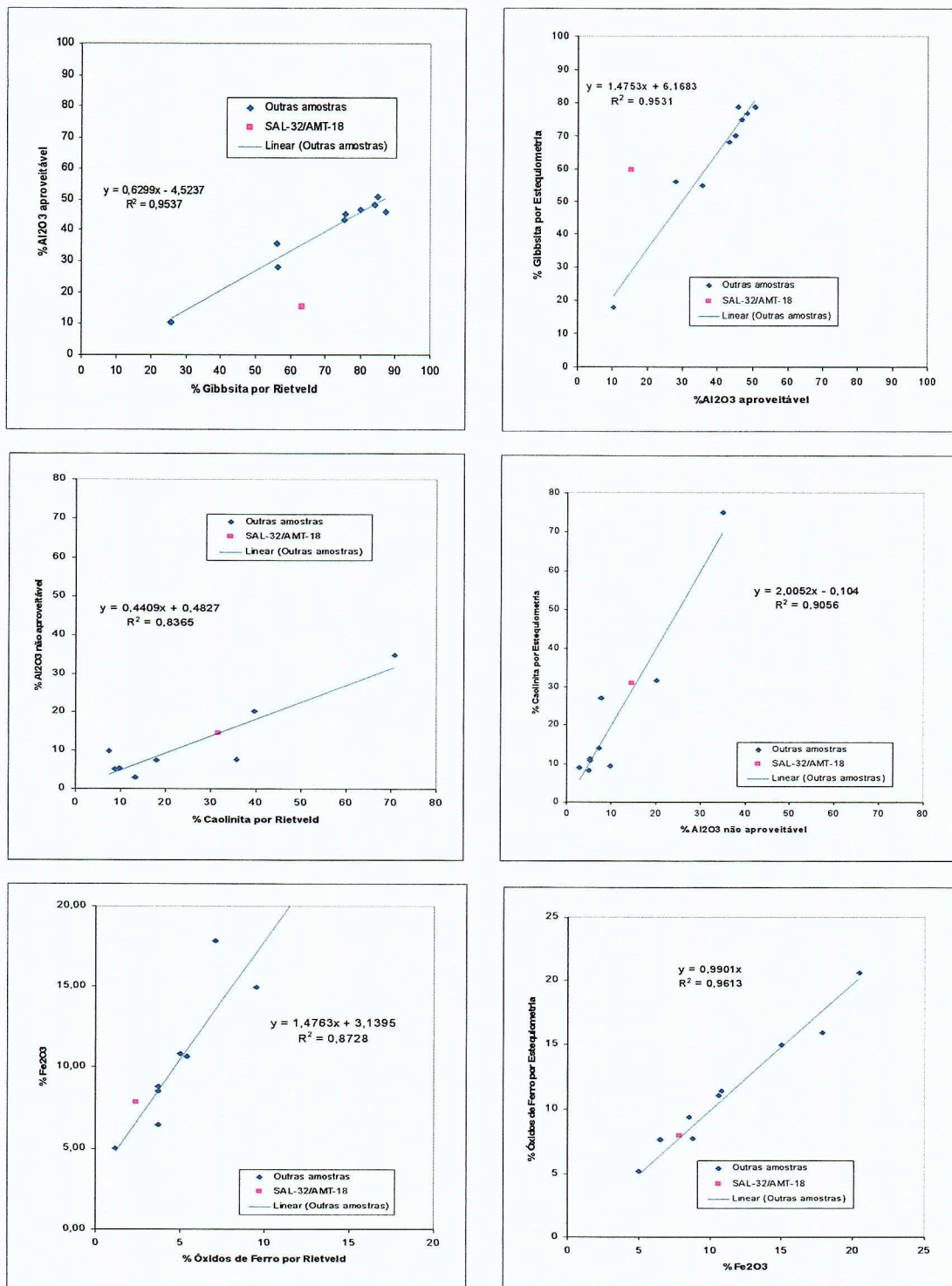


Figura 17 - Visualização de dados químicos fornecidos pela CVRD comparados às quantificações minerais executadas.

A amostra SAL-32/AMT-18 foi destacada nos gráficos propostos em função da não correspondência de valores fornecidos de alumina aproveitável com as metodologias aplicadas, portanto, esta amostra foi desconsiderada para a definição das correlações lineares com os dados de análises químicas.

O refinamento por Rietveld demonstrou-se igualmente eficiente comparado com outras técnicas de quantificação de fases minerais, sendo que da mesma forma que estas últimas, a técnica por Rietveld pode proporcionar resultados irrealistas ou muito dispersivos se não operada de forma adequada e específica.

VII - CONCLUSÕES

Conforme proposto, foram obtidas quantificações minerais em bauxitas de Porto Trombetas, PA, através de duas metodologias distintas, cálculos estequiométricos e DRX-Rietveld.

As bauxitas analisadas são compostas por gibbsita, caolinita (caolinita e nacrita), óxidos de ferro (hematita e goethita), anatásio e quartzo, em seqüência decrescente de proporções. Ressalta-se que as quantidades de quartzo são inferiores a 1% em todas as amostras estudadas.

Foram estudados produtos da usina de beneficiamento e amostras da pesquisa mineral, em um total de 60 amostras. De maneira geral, as amostras da usina se mostraram bastantes homogêneas química e mineralogicamente, comparativamente com as amostras da pesquisa mineral.

A definição de tipos mineralógicos de minério utilizando recursos de análise grupal mostrou-se viável para execução de avaliações preliminares em grande número de dados, sendo necessário o acompanhamento do operador para discussão e modelamento dos resultados de acordo com específicas aplicações, bem como a utilização de outras técnicas para validar os resultados.

A classificação em agrupamentos semelhantes de amostras facilita a aplicação de uma seqüência específica de etapas de refinamento de estrutura cristalina por Rietveld adequada a todas elas, a partir da escolha de um único grupo de estruturas condizentes. Esta facilidade torna as quantificações muito mais precisas quando se considera a uniformidade da metodologia aplicada a um determinado tipo de material.

A análise grupal utilizando os padrões difratométricos das amostras complementou a definição de tipos de minério delineada com agrupamento feito com base nas análises químicas. Por outro lado, a análise grupal propiciou uma melhor seleção de amostras representativas dos tipos de minérios para desenvolvimento dos estudos mineralógicos.

Os estudos de separações minerais, análises químicas e as técnicas de DTA-DTG aplicadas colaboraram para a caracterização do comportamento e aparição das fases minerais constituintes das amostras selecionadas. A técnica de quantificação pelo método de Rietveld aplicada as amostras selecionadas se mostrou eficiente e válida, exigindo bastante detalhamento do refinamento para a obtenção de bons resultados.

A composição mineralógica obtida pelas duas metodologias mostrou-se similar, sendo que as proporções dos minerais maiores constituintes mostraram elevada correlação linear: gibbsita, $R^2=0,9776$; caolinita, $R^2=0,9524$ e óxidos de ferro, $R^2=0,9303$. Conclui-se que as duas técnicas fornecem os mesmos resultados para os maiores constituintes, sendo que para os menores constituintes ambas apresentam limitações.

Desde que o controle da operação de mina e usina é tradicionalmente feito com base em análises químicas, procurou-se aferir estes dados com a mineralogia obtida por DRX-Rietveld, como objetivo básico do TF. Para a %gibbsita & % alumina aproveitável obteve-se correlação linear com $R^2=0,9537$, a alumina restante mostrou correlação com as proporções de caolinita ($R^2=0,8365$). Destaca-se que para o Fe_2O_3 há um deslocamento da reta obtida indicando que parte deste óxido deve estar associada à estrutura cristalina de outras fases minerais e não apenas à hematita/goethita.

Análises por DRX-Rietveld são eficientes para a determinação da composição mineralógica de bauxitas, fornecendo resultados compatíveis com aqueles obtidos por investigações tradicionais de mineralogia, além de refletirem adequadamente os dados de análises químicas tradicionais de controle de mina. É uma ferramenta ágil e confiável quando trabalhada de maneira adequada e específica.

VIII - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BISH, D.L. & DUFFY, C.J. (1990) - Thermogravimetric Analysis of Minerals: in CMS Workshop Lectures, Vol.3, Thermal Analysis in Clay Science, J.W. Stucki, D.I.Bish and F.A.Mumpton, eds.. The Clay Minerals Society, Boulder, Colorado. p. 95.

BOULANGÉ, B. & CARVALHO, A. (1997) - The Bauxites of Porto Trombetas. In: CARVALHO, A.; BOULANGÉ, B.; MELFI, A.J.; LUCAS, Y.. Brazilian Bauxites. São Paulo-Paris. p. 55-72.

FANCIO, E. (1999) - Aplicação do método de Rietveld para análise quantitativa de fases dos polimorfos da zircônia por difração de raios X. São Paulo. Disponível em: <<http://labcacc.iq.unesp.br/beth.pdf>>. Acesso em: outubro 2006.

FERET, F.R. & ROY, D. (2001) - Determination of quartz in bauxite by a combined X-ray diffraction and X-ray fluorescence method. *Spectrochimica Acta Part B* 57, Canadá. p.551-9.

GOBBO, L. A. (2003) - Os compostos de clínquer Portland: sua caracterização por difração de raios X e quantificações por refinamento de Rietveld. São Paulo. p.20-27.

KAHN, H. (2000) - Difração de Raios X - Apostila de disciplina PMI-2201: Técnicas de Caracterização de Materiais.

MELFI, A.J. (1997) - Brazilian Bauxites Deposits: A Review. In: CARVALHO, A.; BOULANGÉ, B.; MELFI, A.J.; LUCAS, Y.. *Brazilian Bauxites*. p. 3-19.

REYNOLDS, R.C., Jr. (1989) - Principles of Powder Diffraction. In: BISH, D.L. & POST, J.E.. *Modern Powder Diffraction*. Washington, vol.20, p.1-17.

SANT'AGOSTINO, L.M.; KAHN, H. (1997) - Metodologia para a caracterização tecnológica de matérias primas minerais. BT/PMI/069, São Paulo.

SANT'AGOSTINO, L.M., GOBBO, L.A., BRUMATTI, M. (2005) - A difração de raios x e método de Rietveld em apoio a estudos de bauxita. *Anais do XXI ENTM - Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*. Natal, vol. 1, p.85-92.

STCLUAN - Copyright StatSoft, Inc., 1984-2004 - Cluster Analysis. In: *STATISTICA BY STATSOFT*. Disponível em: <statsoft.com/textbook/stcluan.html>. Acesso em: maio de 2006.

TAN, P., STEINBACH, M., KUMAR, V. (2005) - Introduction to Data Mining Cluster Analysis – Basic Concepts and Algorithms. CAP 8 , p.487-568. Disponível em: <www-users.cs.umn.edu/~kumar/dmbook/index.php>. Acesso em: junho 2006.

ANEXOS

ANEXO 1 - RESULTADO DE ANÁLISE DE TAMANHO DE
PARTÍCULAS

MALVERN - Resultados de Análise de Tamanho de Partículas



Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

Laboratório de Caracterização Tecnológica - LCT
Av Prof Melo Moraes, 2573 - CEP 05508-900 São Paulo - SP e-mail: lct@poli.usp.br
TEL: (0XX11) 3091-5151 FAX (0XX11) 3815-5785



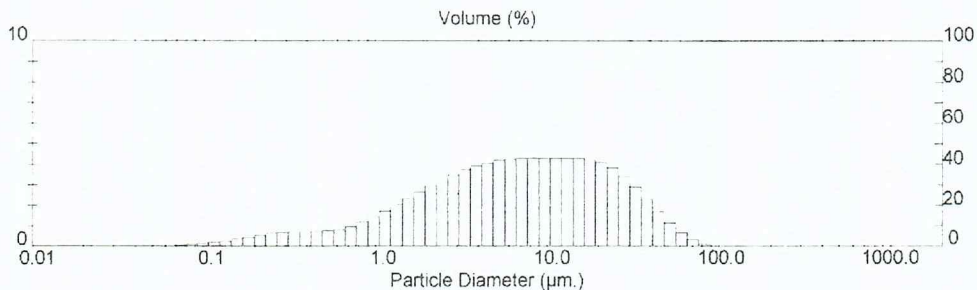
RESULTADOS DE ANÁLISE DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

Detalhes da Amostra		
Histórico: Certificado: 438/06	Run Number: 15	Medida:
Arquivo: 438	Record Number: 31	Análise: 27 Mar 2006 16:46PM
Sample Path: C:\SIZERS\DATA\2006\		Fonte de Resultados: Média
Notas: AMOSTRA: 21 Granulado M15-t10-I07 Pg		
CLIENTE: HENRIQUE KAHN		
Meio de Dispersão: água deionizada Dispersante: calgon		
Veloc. bomba: 70% ultrassom: 1 min.		

Detalhes do Sistema			
Range Lens: 300RF mm	Beam Length: 2.40 mm	Sampler:	Obscuration: 14.0 %
Presentation: 3QHD	[Particle R.I. = (1.7290, 0.1000);	Dispersant R.I. = 1.3300]	Residual: 0.580 %
Analysis Model: Polydisperse	Modifications: None		

Resultados Estatísticos			
Tipo de Distribuição: Volume	Concentração= 0.0055 %Vol	Densidade= 2.650 g / cub. cm	Área Superf. Espec.= 1.1701 sq. m / g
Diâmetros Médios:	D (v, 0.1) = 0.96 um	D (v, 0.5) = 6.73 um	D (v, 0.9) = 29.34 um
D [4, 3] = 11.60 um	D [3, 2] = 1.93 um	Span = 4.218E+00	Uniformidade = 1.309E+00

Diâm. Inferior (um)	No Intervalo %	Diâm. Superior (um)	Acum. Abaixo %	Diâm. Inferior (um)	No Intervalo %	Diâm. Superior (um)	Acum. Abaixo %
0.05	0.01	0.06	0.01	6.63	4.28	7.72	53.86
0.06	0.04	0.07	0.05	7.72	4.29	9.00	58.16
0.07	0.07	0.08	0.12	9.00	4.29	10.48	62.45
0.08	0.11	0.09	0.22	10.48	4.29	12.21	66.74
0.09	0.16	0.11	0.38	12.21	4.29	14.22	71.03
0.11	0.22	0.13	0.61	14.22	4.28	16.57	75.31
0.13	0.29	0.15	0.90	16.57	4.23	19.31	79.54
0.15	0.37	0.17	1.27	19.31	4.08	22.49	83.62
0.17	0.46	0.20	1.73	22.49	3.81	26.20	87.43
0.20	0.56	0.23	2.29	26.20	3.41	30.53	90.84
0.23	0.65	0.27	2.94	30.53	2.89	35.56	93.73
0.27	0.70	0.31	3.64	35.56	2.29	41.43	96.02
0.31	0.71	0.36	4.35	41.43	1.69	48.27	97.70
0.36	0.70	0.42	5.05	48.27	1.13	56.23	98.84
0.42	0.73	0.49	5.78	56.23	0.68	65.51	99.51
0.49	0.77	0.58	6.56	65.51	0.34	76.32	99.86
0.58	0.84	0.67	7.39	76.32	0.13	88.91	99.98
0.67	0.97	0.78	8.36	88.91	0.01	103.58	100.00
0.78	1.20	0.91	9.56	103.58	0.00	120.67	100.00
0.91	1.45	1.06	11.01	120.67	0.00	140.58	100.00
1.06	1.73	1.24	12.75	140.58	0.00	163.77	100.00
1.24	2.04	1.44	14.78	163.77	0.00	190.80	100.00
1.44	2.34	1.68	17.12	190.80	0.00	222.28	100.00
1.68	2.64	1.95	19.76	222.28	0.00	258.95	100.00
1.95	2.95	2.28	22.71	258.95	0.00	301.68	100.00
2.28	3.23	2.65	25.95	301.68	0.00	351.46	100.00
2.65	3.49	3.09	29.44	351.46	0.00	409.45	100.00
3.09	3.72	3.60	33.16	409.45	0.00	477.01	100.00
3.60	3.92	4.19	37.08	477.01	0.00	555.71	100.00
4.19	4.07	4.88	41.15	555.71	0.00	647.41	100.00
4.88	4.18	5.69	45.33	647.41	0.00	754.23	100.00
5.69	4.25	6.63	49.58	754.23	0.00	878.67	100.00



ANEXO 2 - FOTOS

(preparação de amostras para DRX)



MOINHO DE ROLOS



QUARTEADOR CENTRÍFUGO MECÂNICO



PULVERIZADOR TIPO MOINHO DE ROLOS



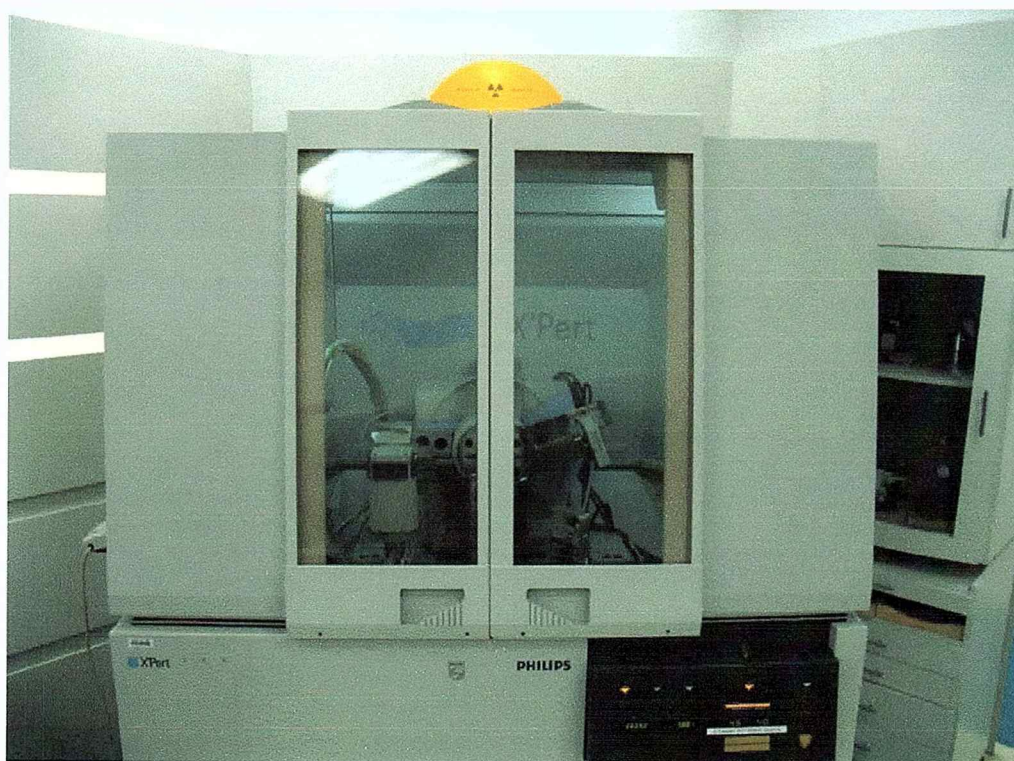
PANELAS E BOLAS DE AÇO



PRENSA DE AMOSTRAS

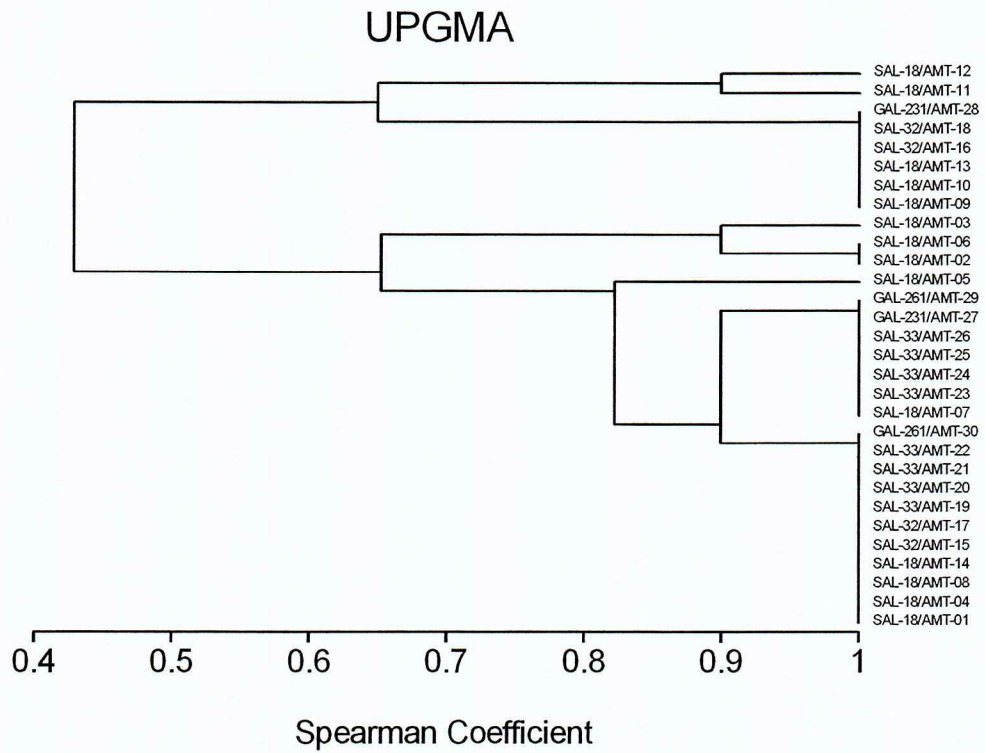
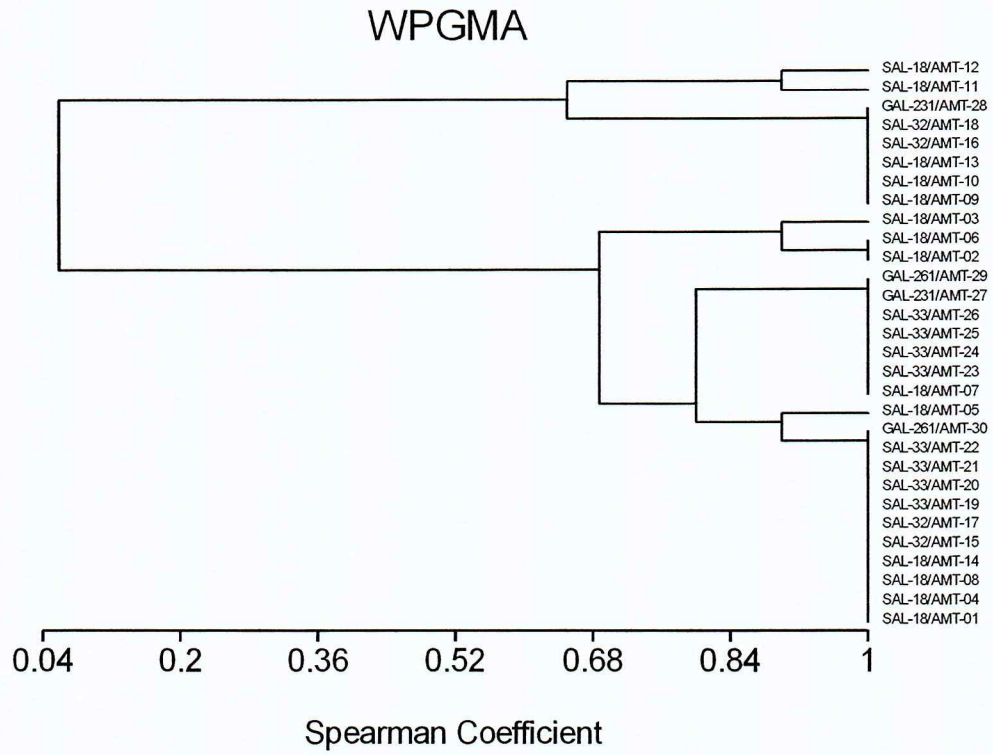


AMOSTRAS PARA DRX

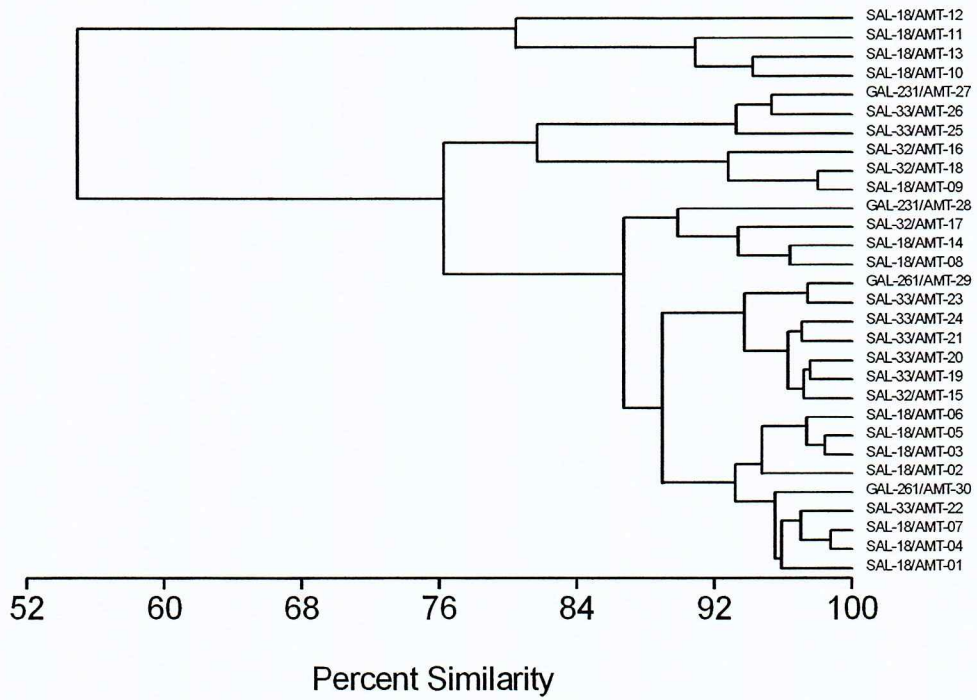


EQUIPAMENTO MPD X'CELERATOR PANALYTICAL

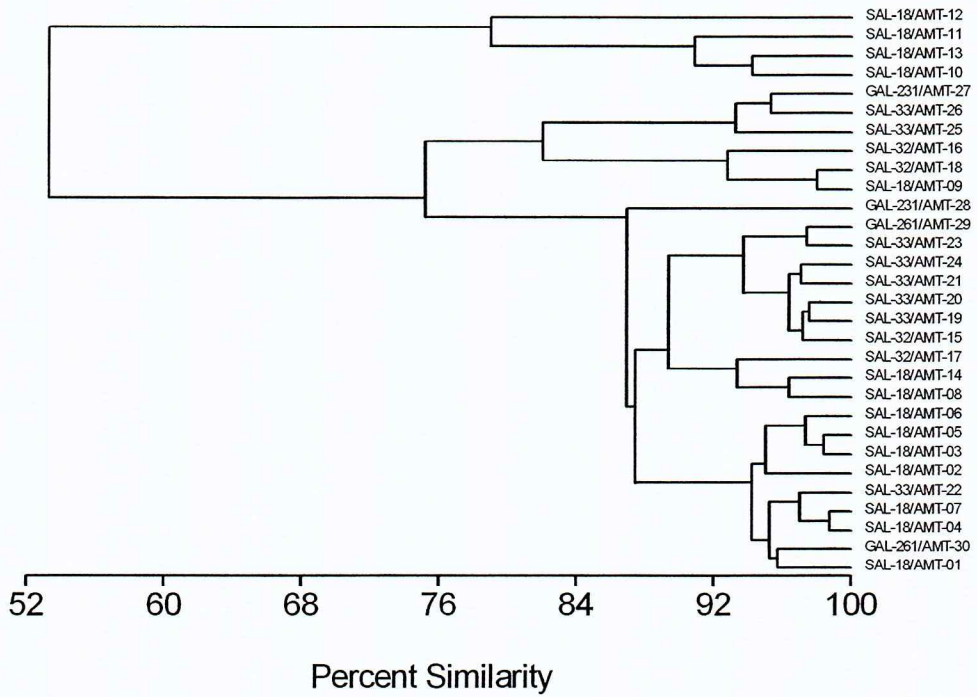
ANEXO 3 - DENDOGRAMAS *MVSP*

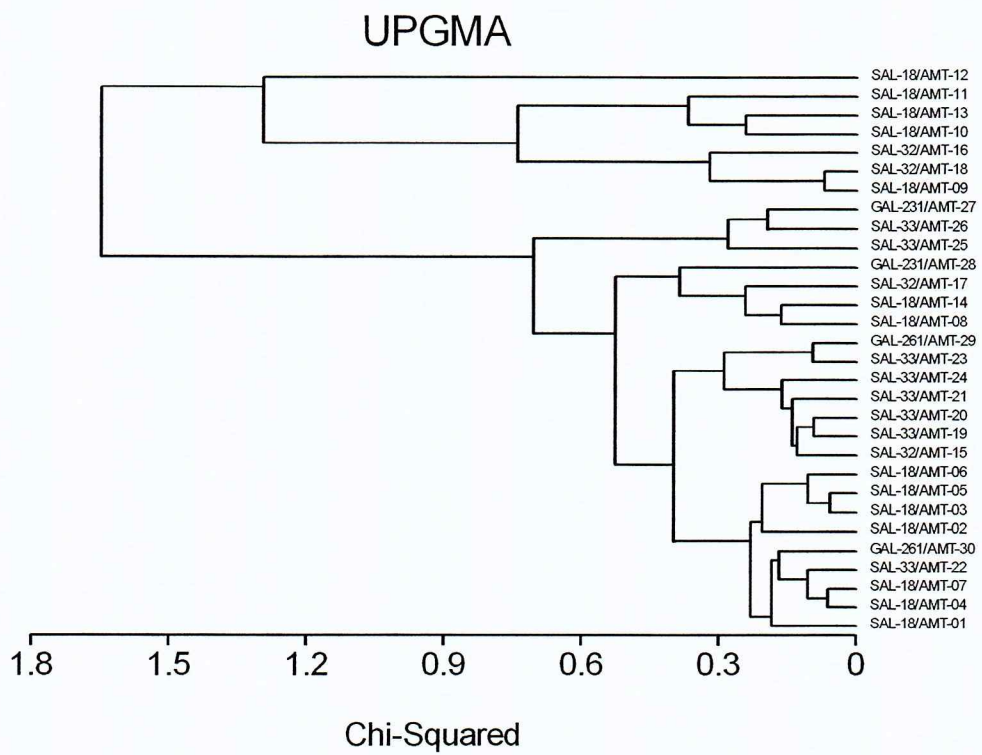
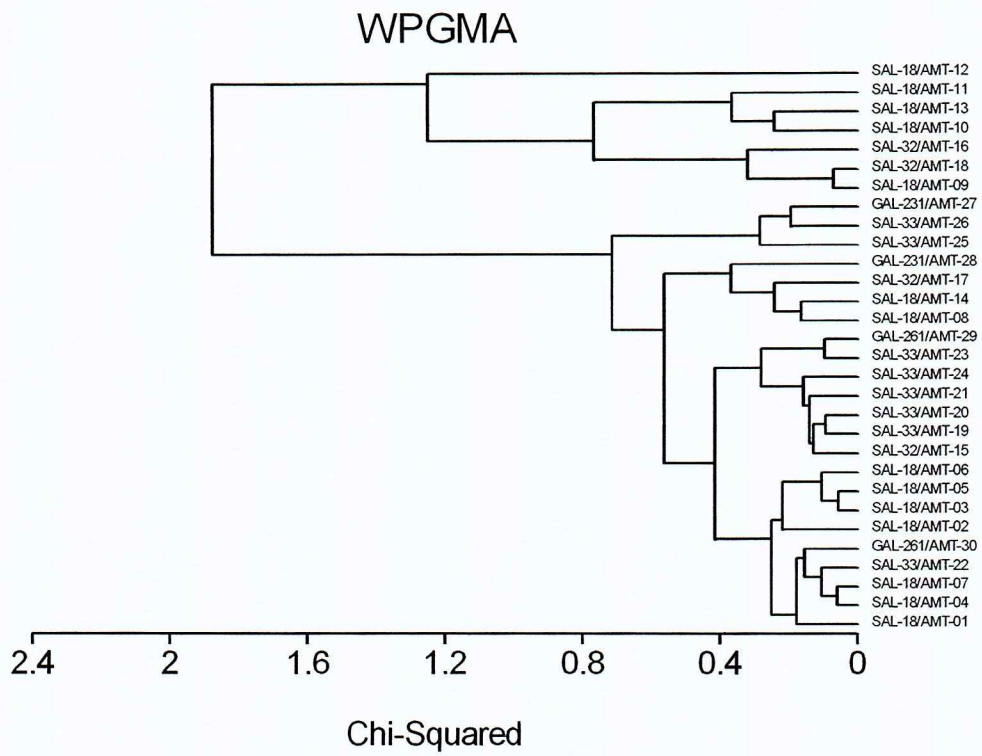


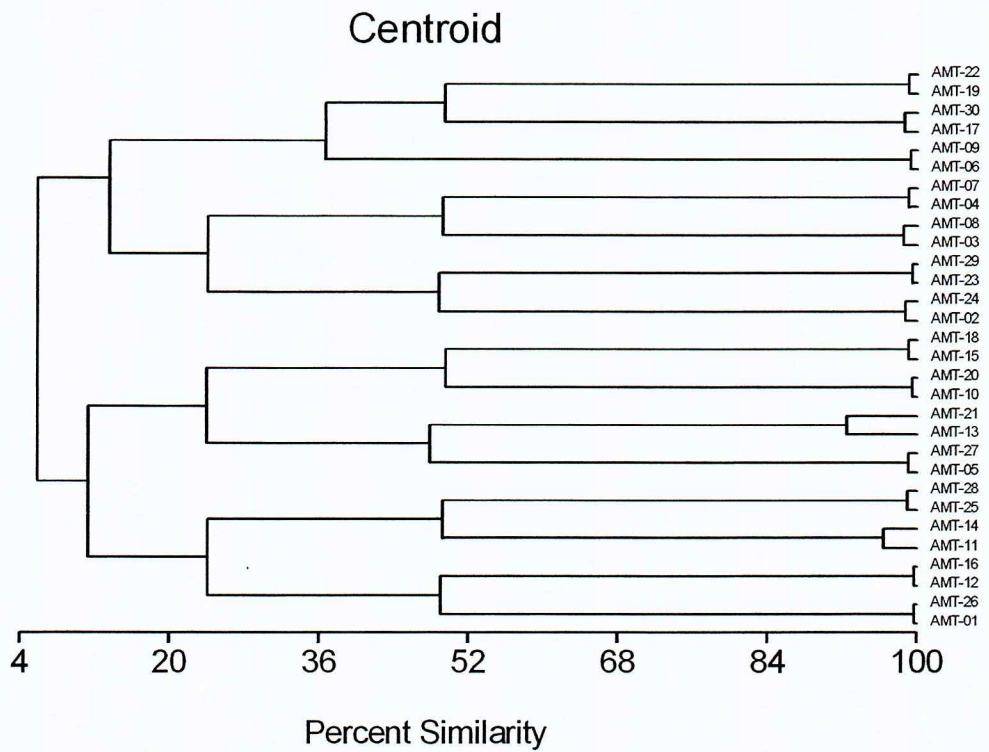
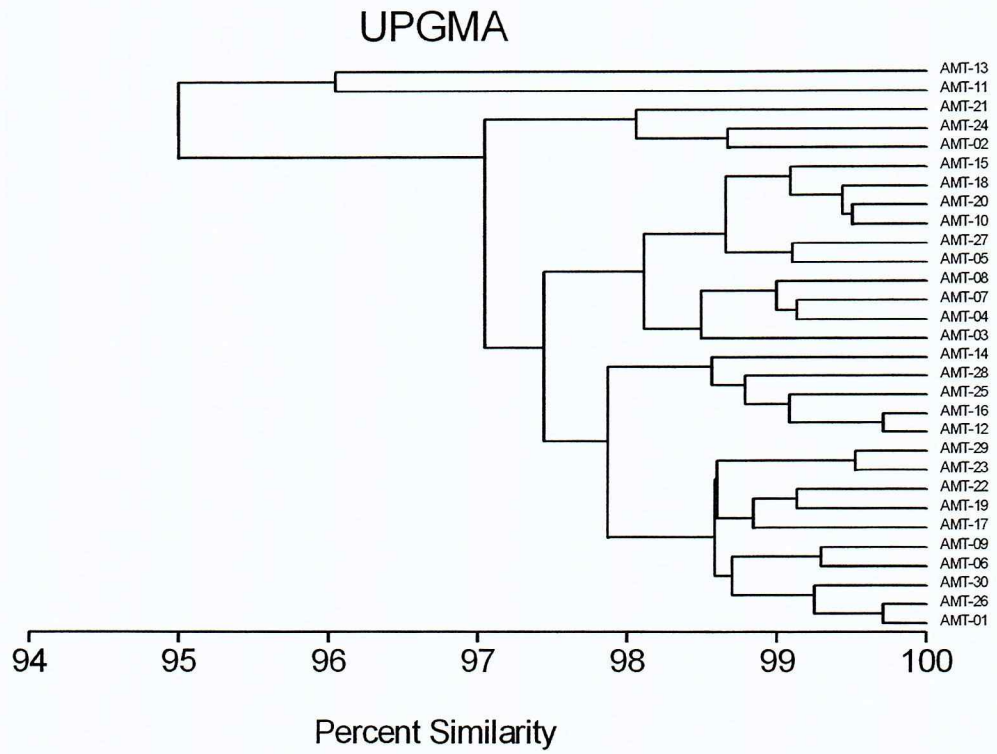
WPGMA

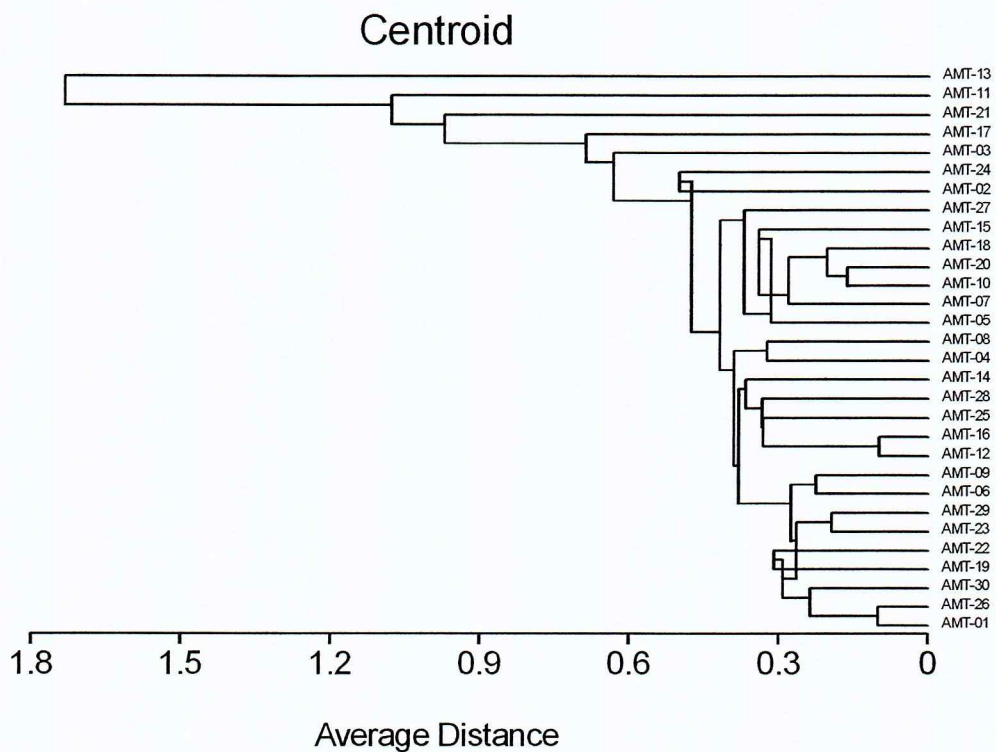
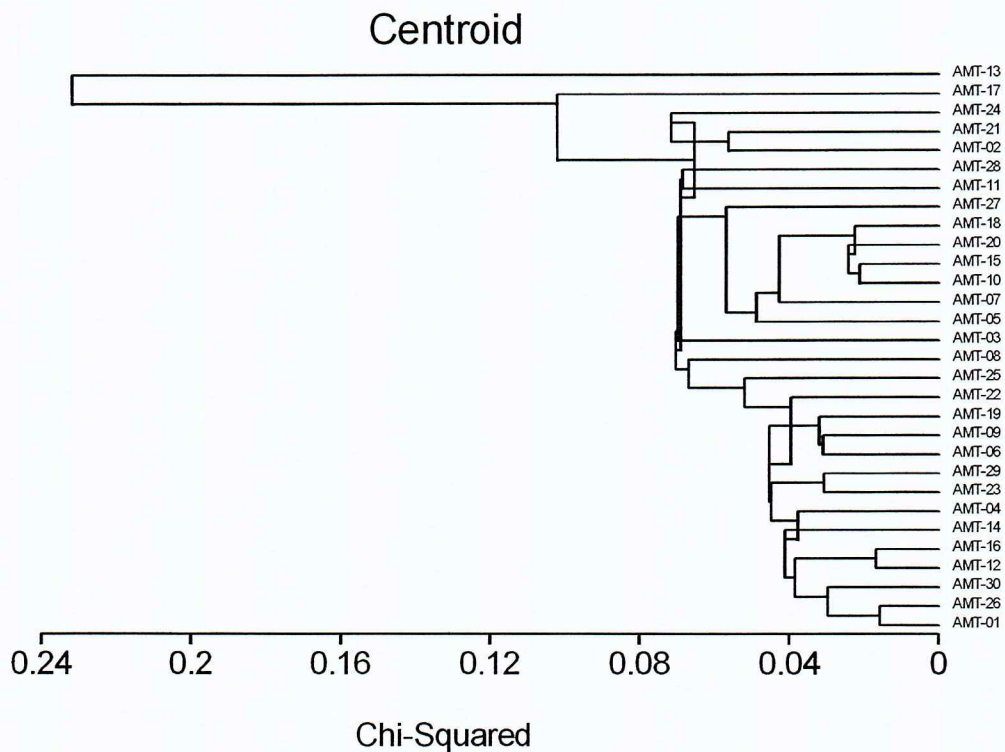


UPGMA

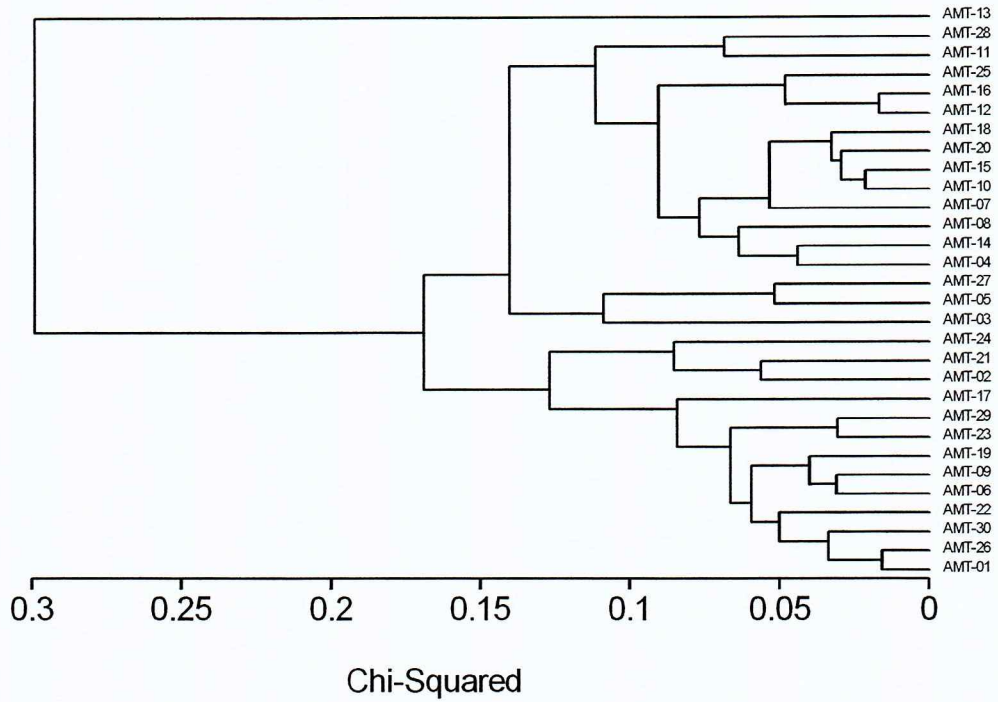




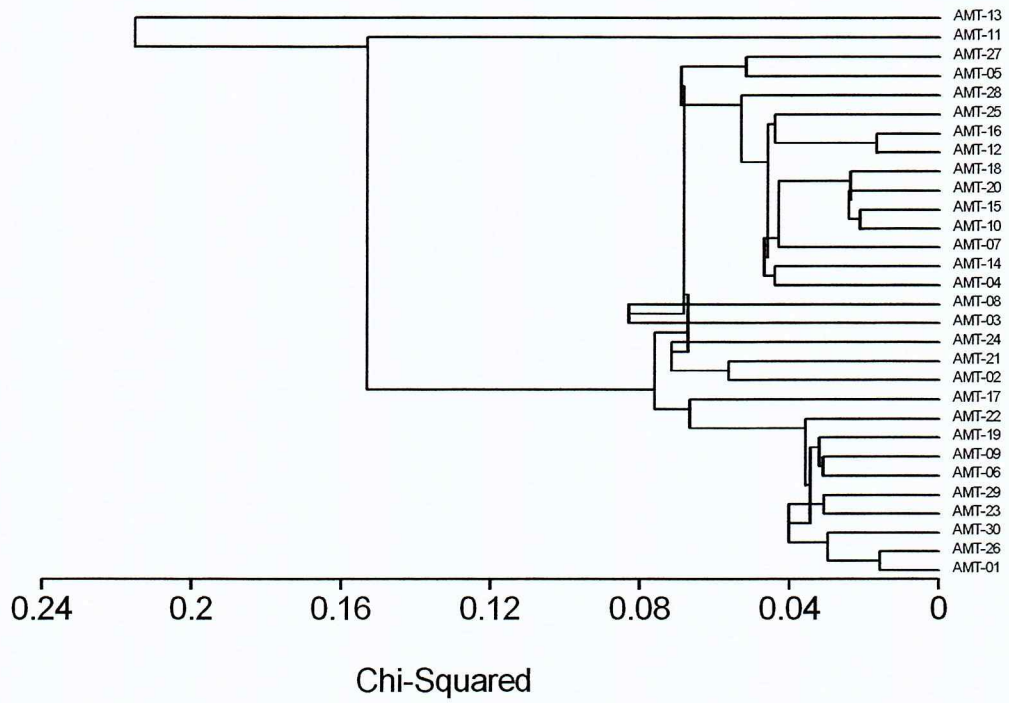




WPGMA



Median



ANEXO 4 - DENDOGRAMAS *HIGH SCORE PLUS*

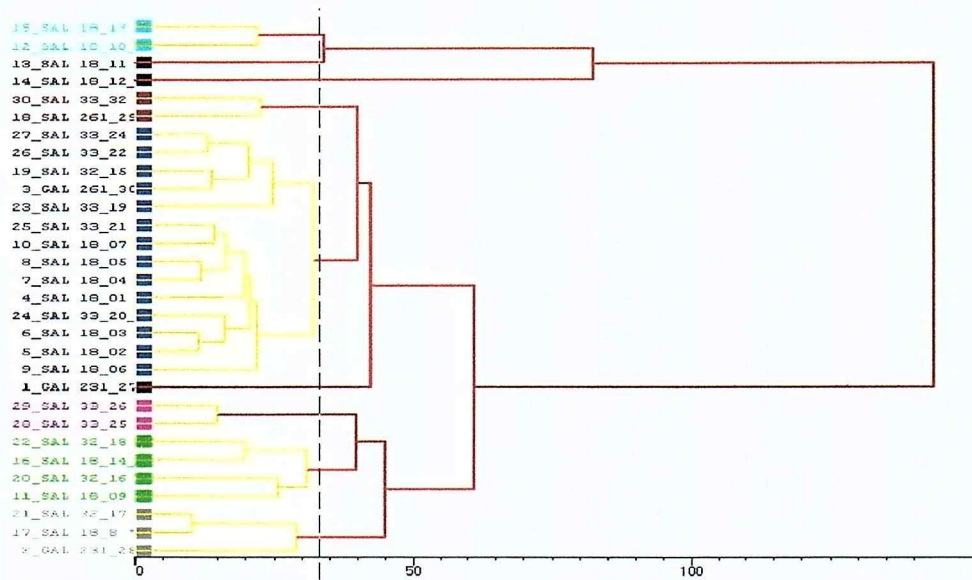
High Score Plus - Cluster Analysis - Dendrograms

Date: 8/4/2006 Time: 1:13:39 PM

File: Pesquisa.HPF

User: Juliana

Dendrogram Graphics

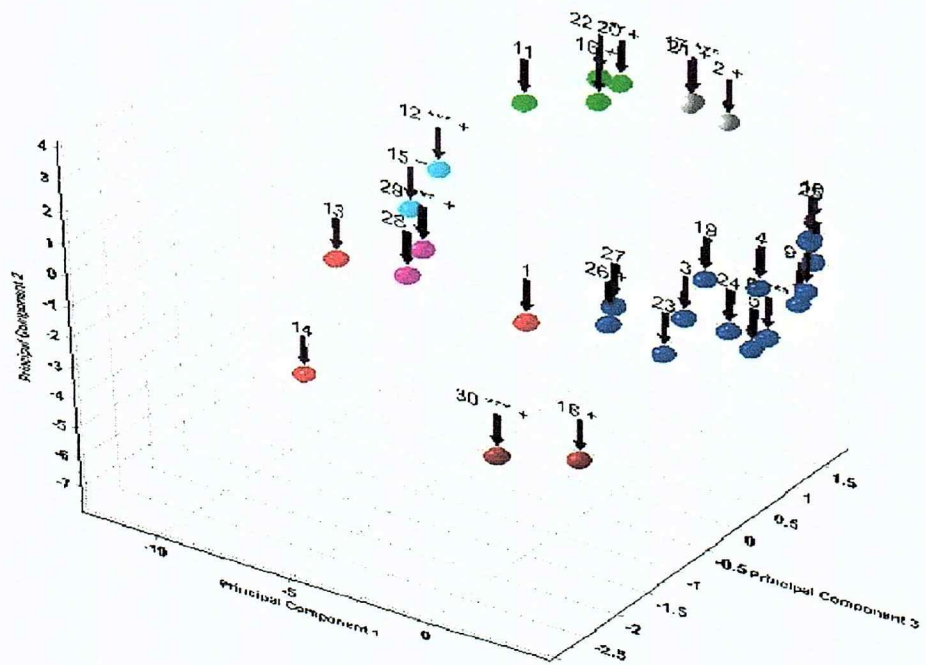


Date: 8/4/2006 Time: 1:13:40 PM

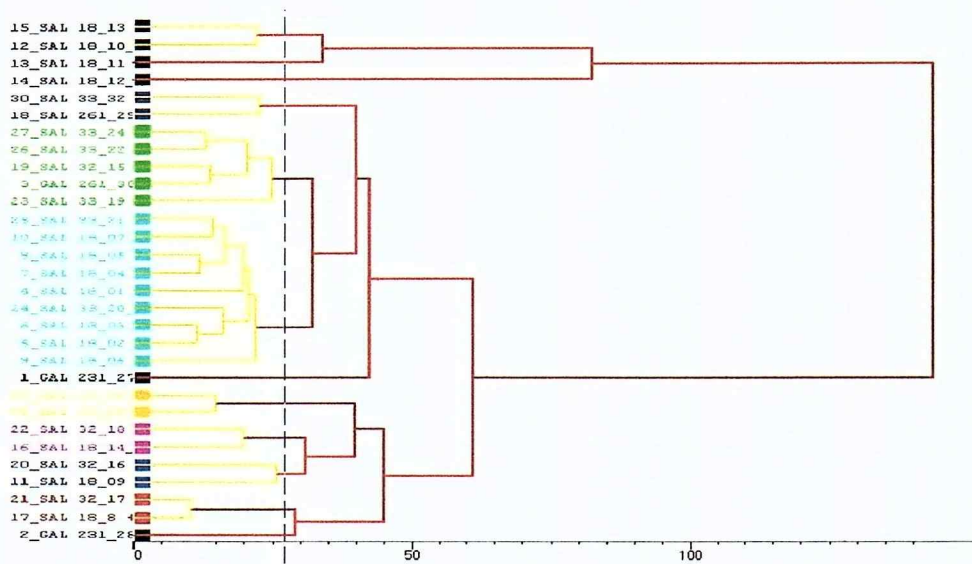
File: Pesquisa.HPF

User: juliana

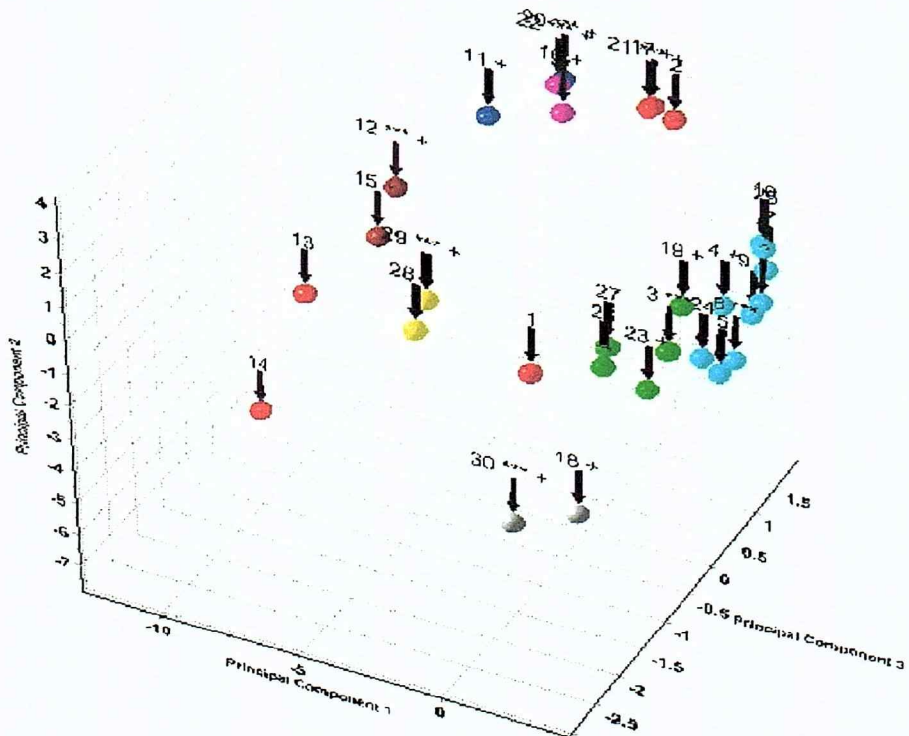
Principal Component Analysis Score Plot



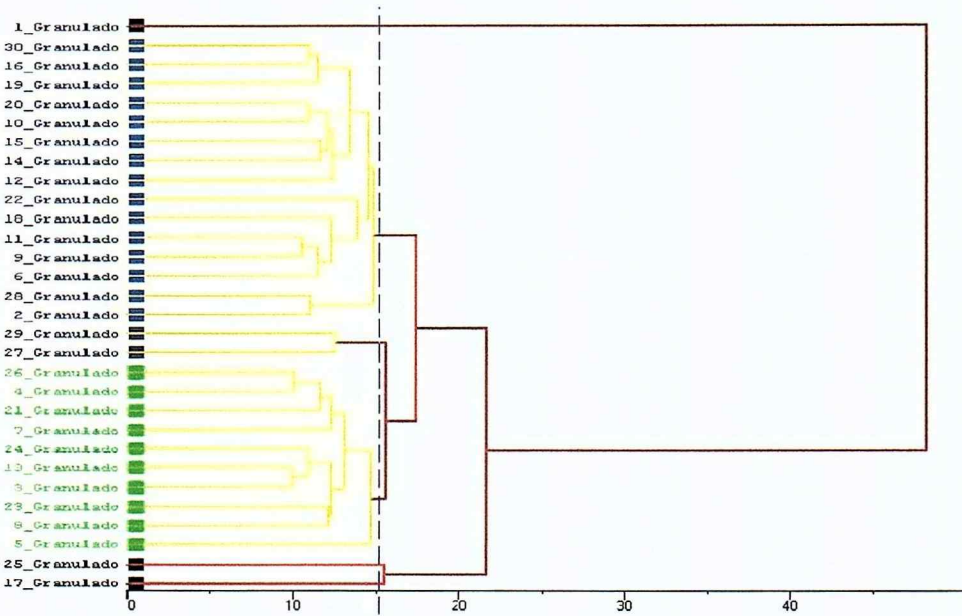
Dendrogram Graphics



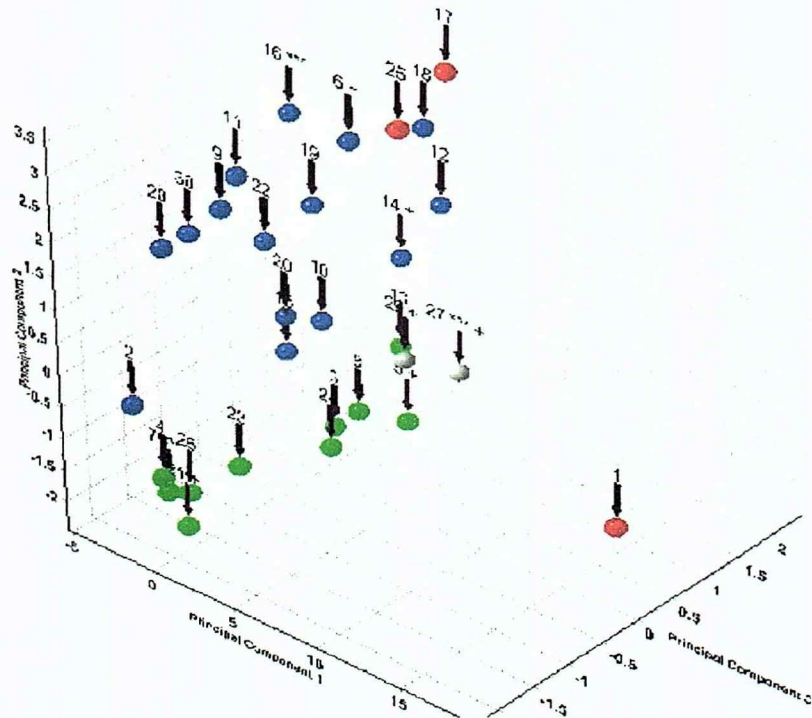
Principal Component Analysis Score Plot



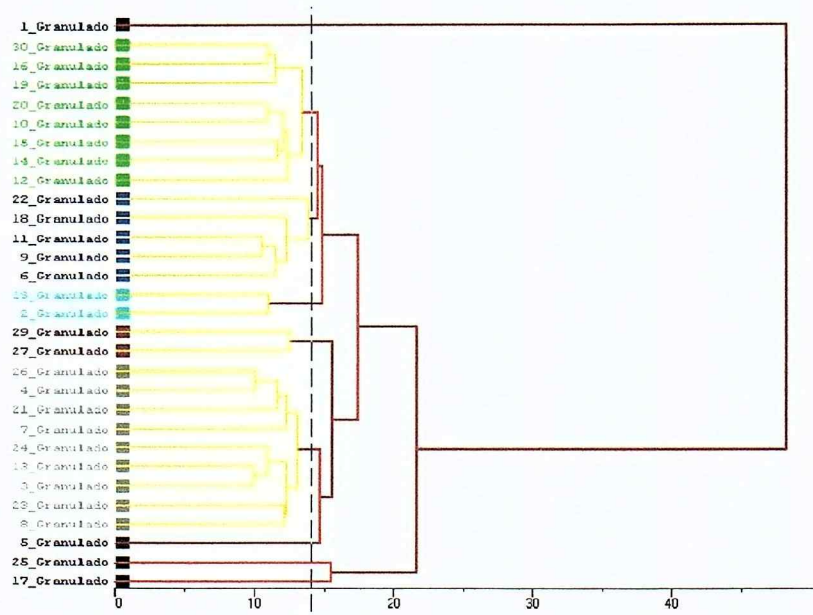
Dendrogram Graphics



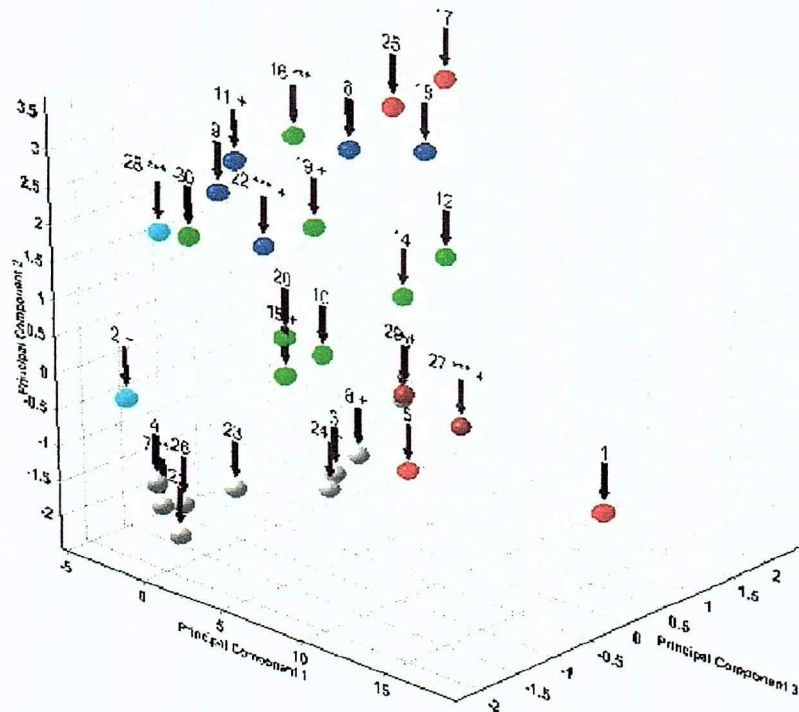
Principal Component Analysis Score Plot



Dendrogram Graphics



Principal Component Analysis Score Plot



ANEXO 5 - RESULTADOS DTA-DTG



Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0130

Data do ensaio: 26/10/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 1 – SAL 33/20 - > 400# Flutuado

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

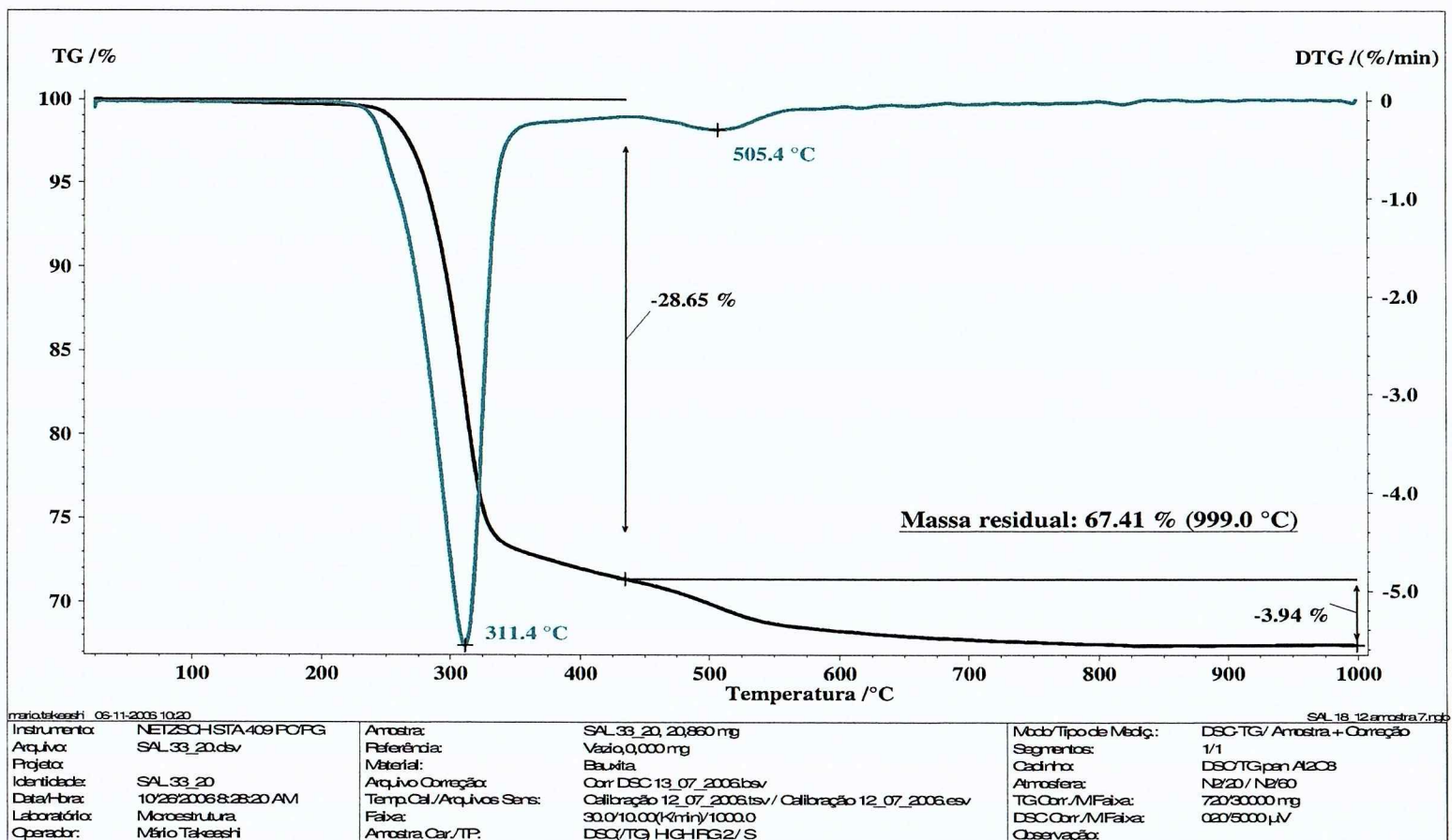
Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

Mário S. Takeashi
Técnico





Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0131

Data do ensaio: 30/10/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 2 -SAL 261/29 - > 400# Flutuado

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

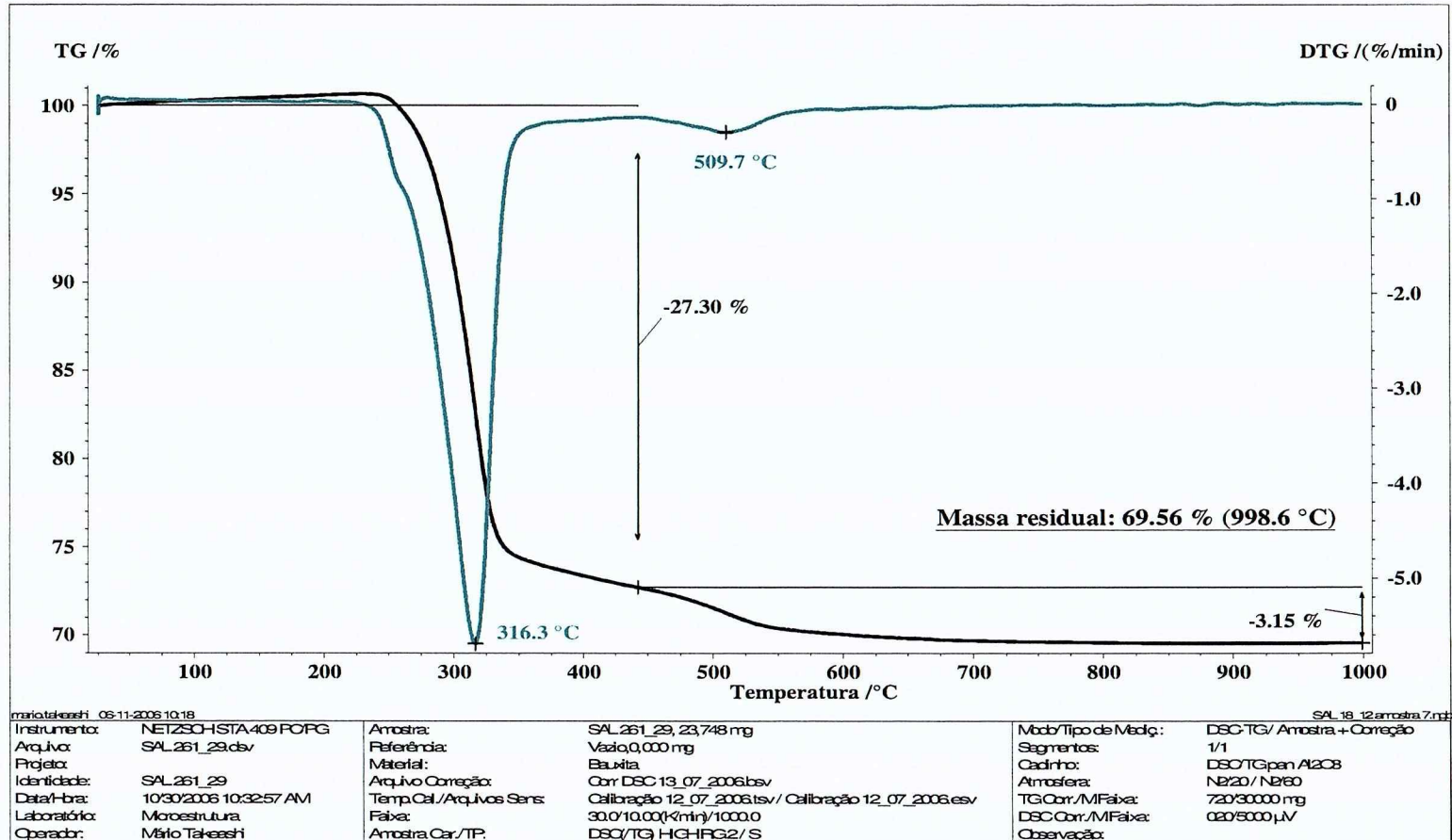
Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

Mário S. Takeashi
Técnico





Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0132

Data do ensaio: 30/10/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 3 –SAL 32/18 - > 400# Flutuado

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

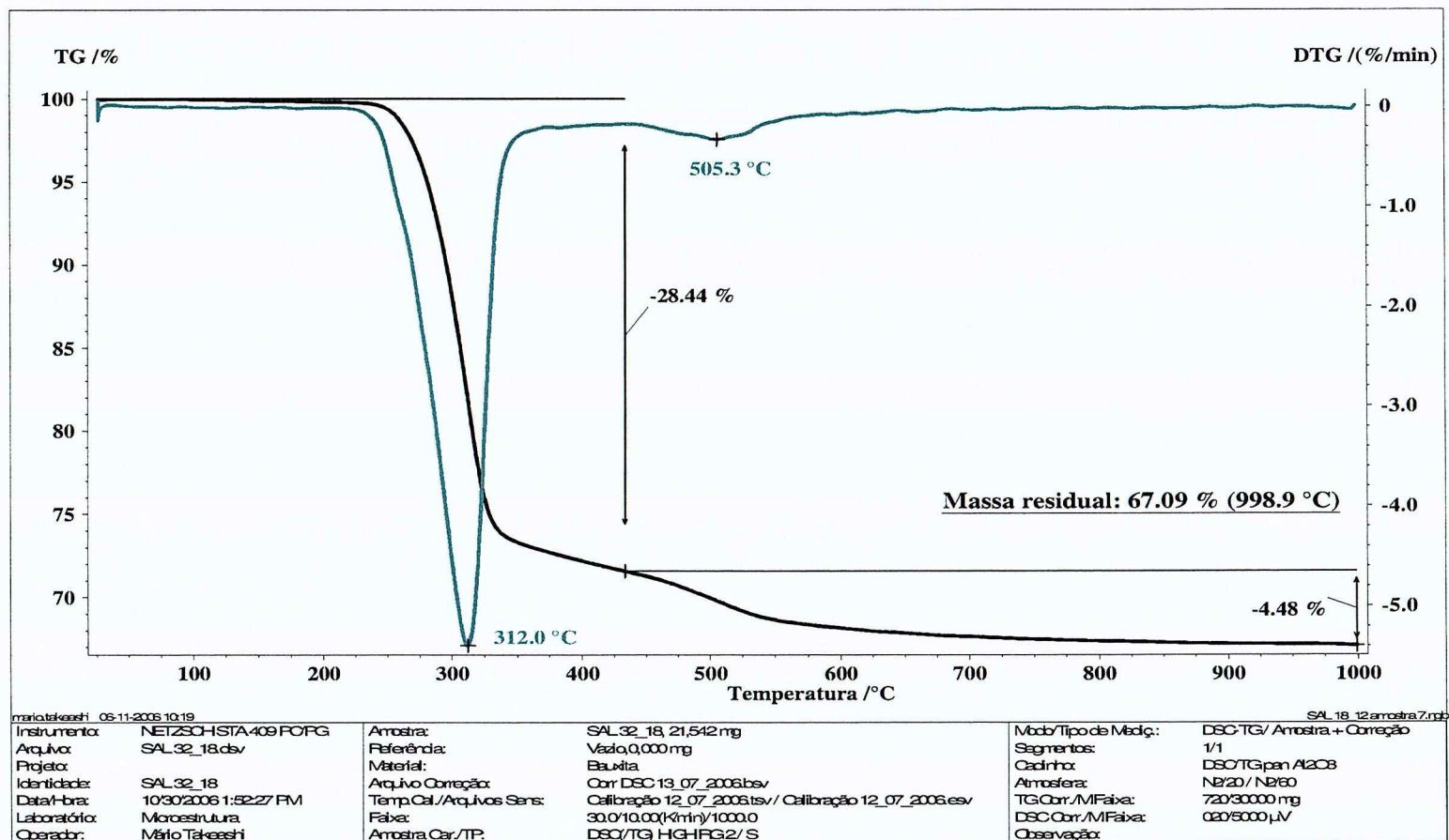
Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

Mário S. Takeashi
Técnico



Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura





Universidade de São Paulo

Escola Politécnica

Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0133

Data do ensaio: 30/10/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 4 – Granulado 21 - > 400# Flutuado

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

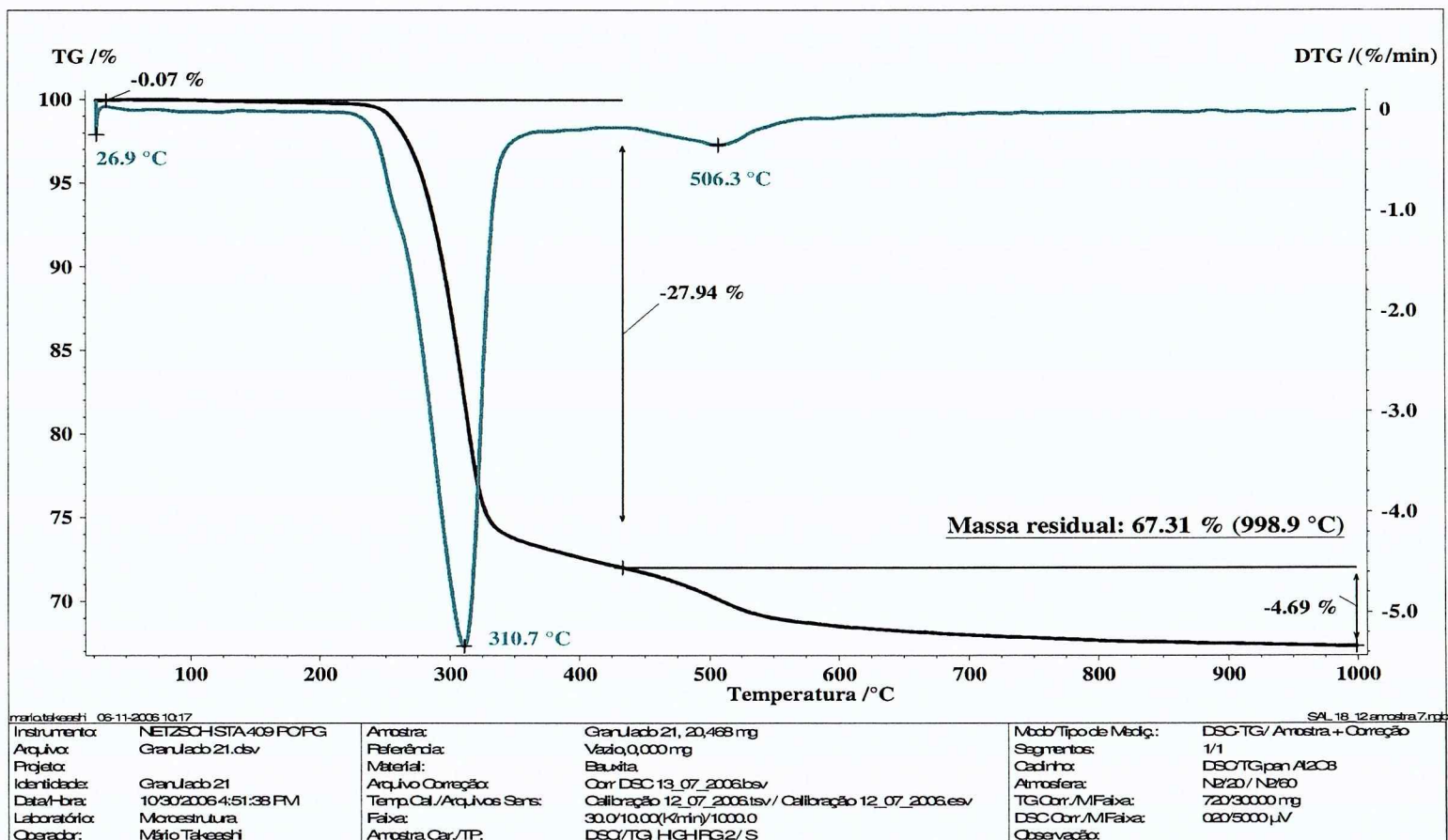
Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

Mário S. Takeashi
Técnico



Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura





Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0134

Data do ensaio: 31/10/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 5 –SAL 18/12 - > 400# Flutuado

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

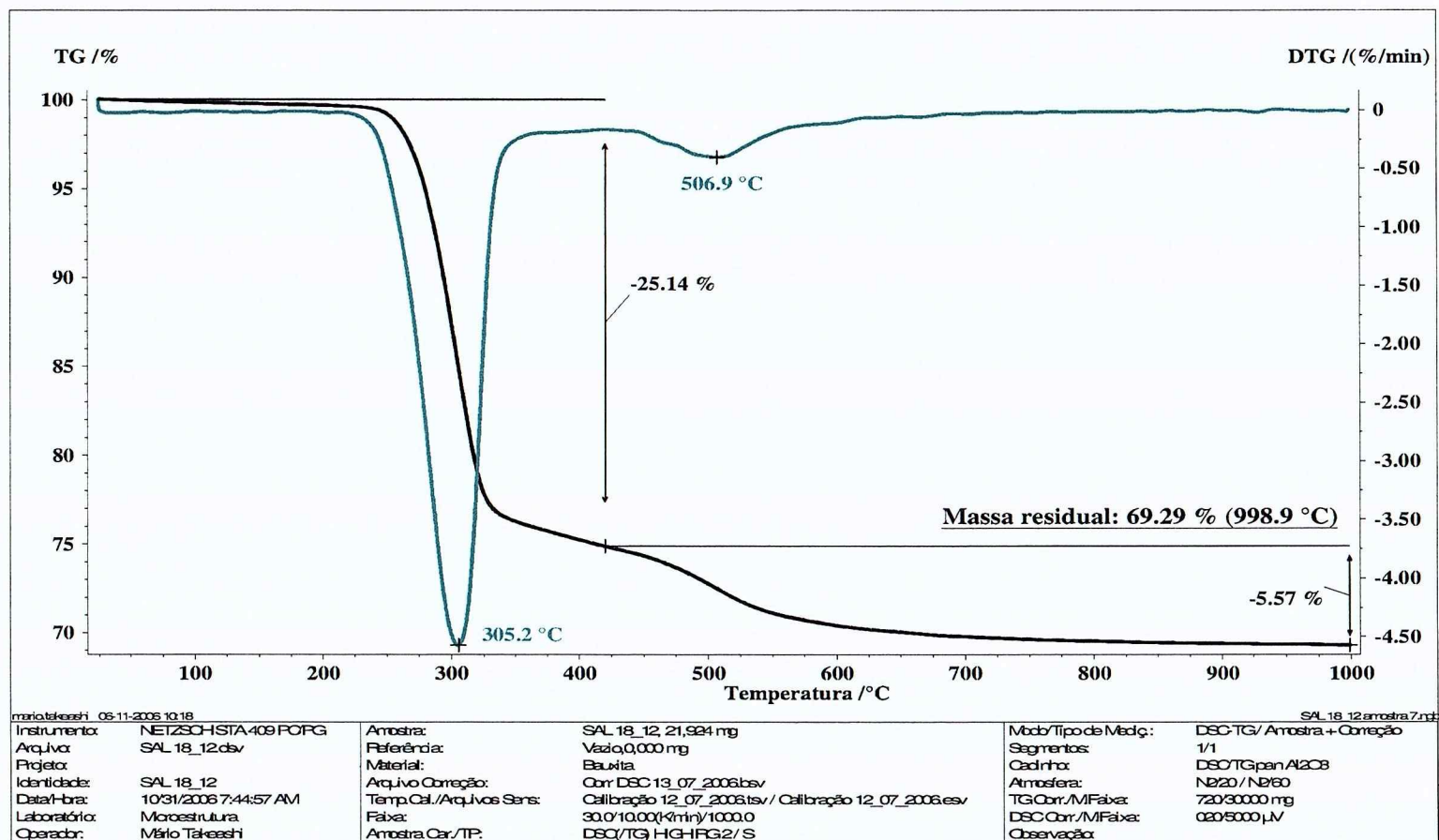
Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

Mário S. Takeashi
Técnico



Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura





Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0135

Data do ensaio: 31/10/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 6 – Granulado 13 - > 400# Flutuado

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

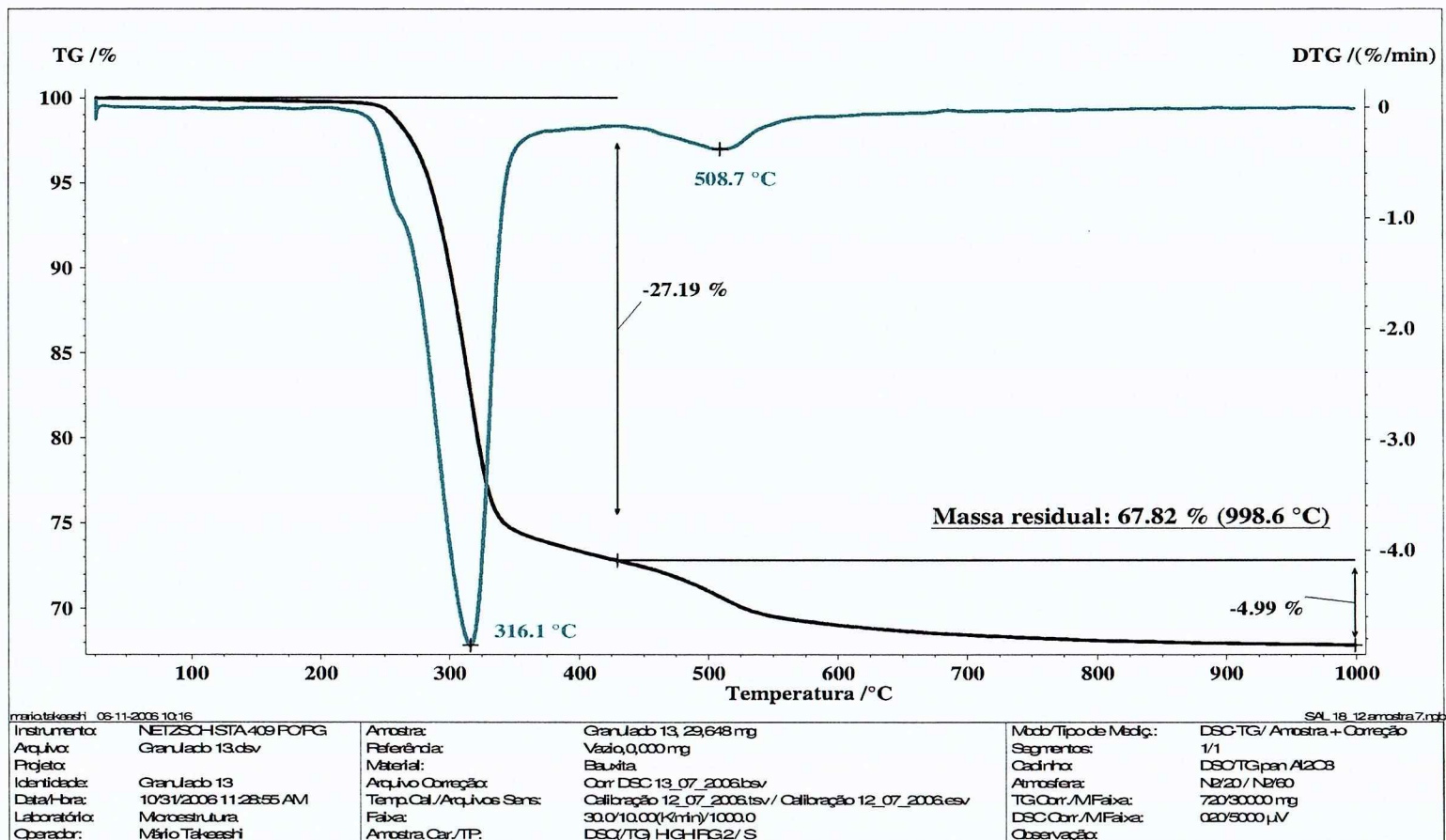
Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

Mário S. Takeashi
Técnico



Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura





Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0136

Data do ensaio: 31/10/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 7 –SAL 18/12 - < 400#

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

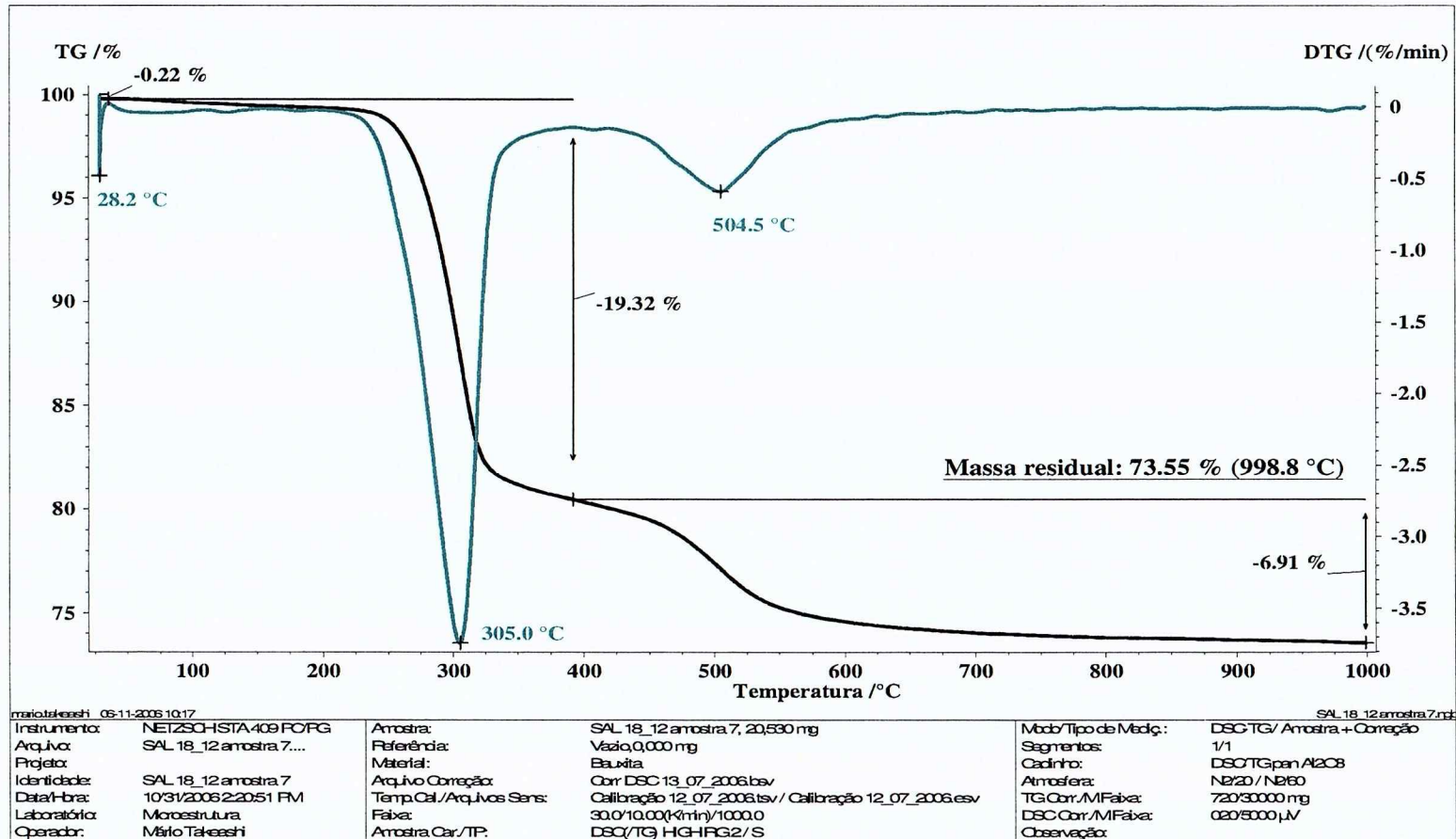
Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

Mário S. Takeashi
Técnico





Universidade de São Paulo

Escola Politécnica

Departamento de Engenharia de
Construção Civil

Laboratório de Microestrutura

Resultado de Análise Termogravimétrica

Registro: 2006_0137

Data do ensaio: 01/11/2006

Cliente: LCT

Descrição da Amostra: Amostra 8 –SAL 32/18 - < 400#

Equipamento

NETZSCH STA 409 PG

Condições de ensaio

Faixa de temperatura: Ambiente a 1000°C

Taxa de aquecimento: 10°C/min

Atmosfera: Nitrogênio 5.0 analítico

Vazão: 60 ml/min

Cadinho : Alumina

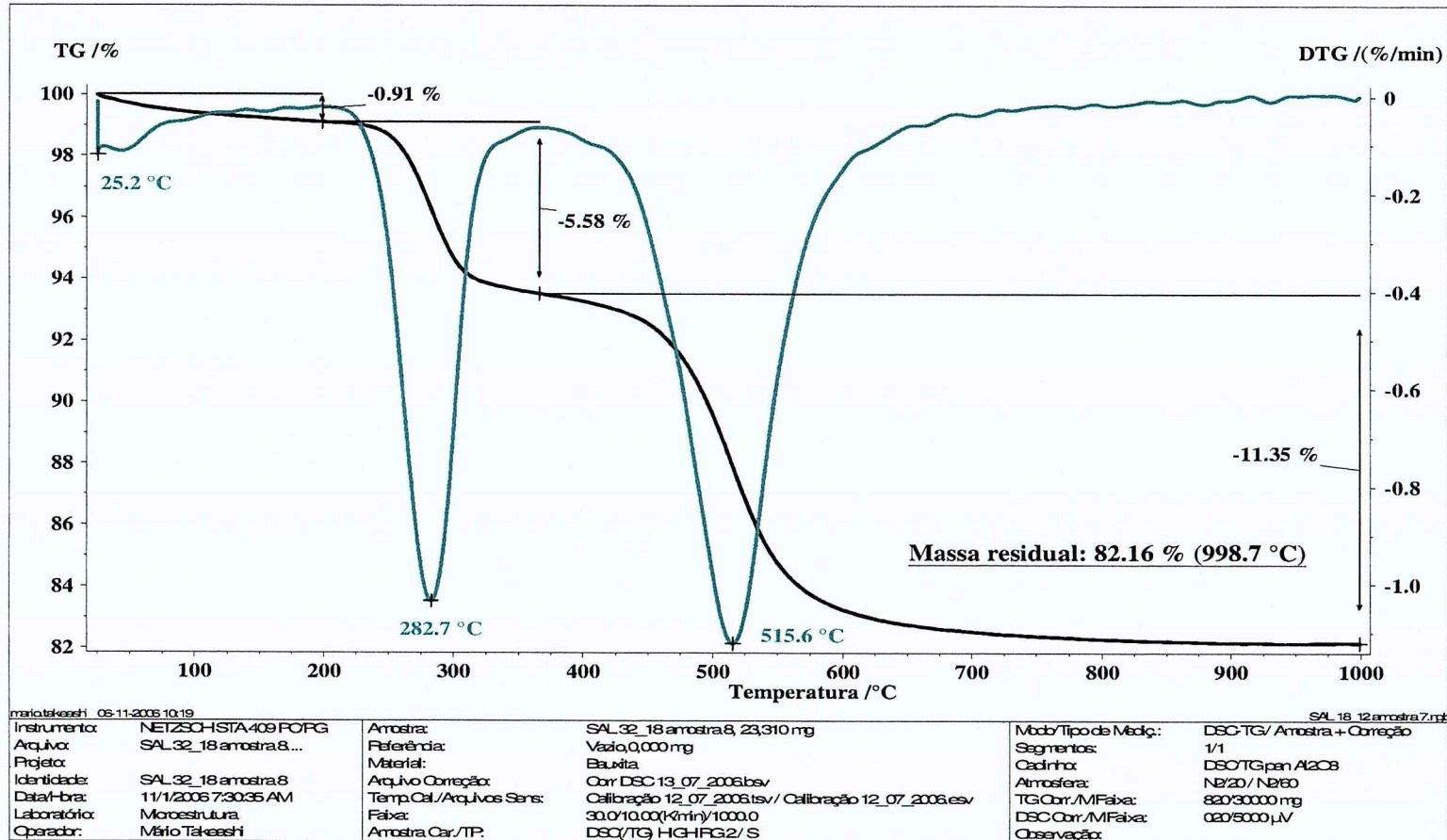
Mais detalhes das condições de ensaio são encontradas na página em anexo.

Resultado

Os resultados encontram-se em anexo.

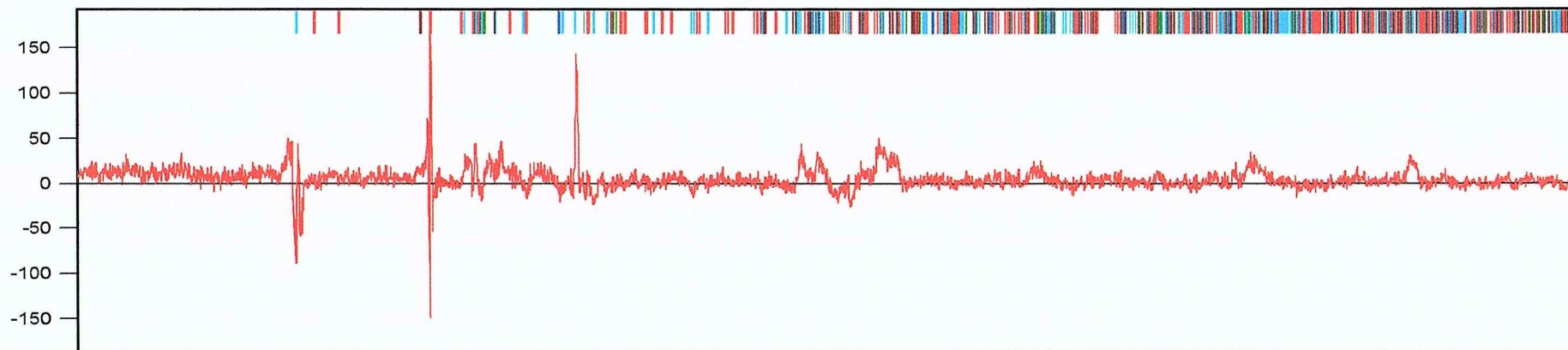
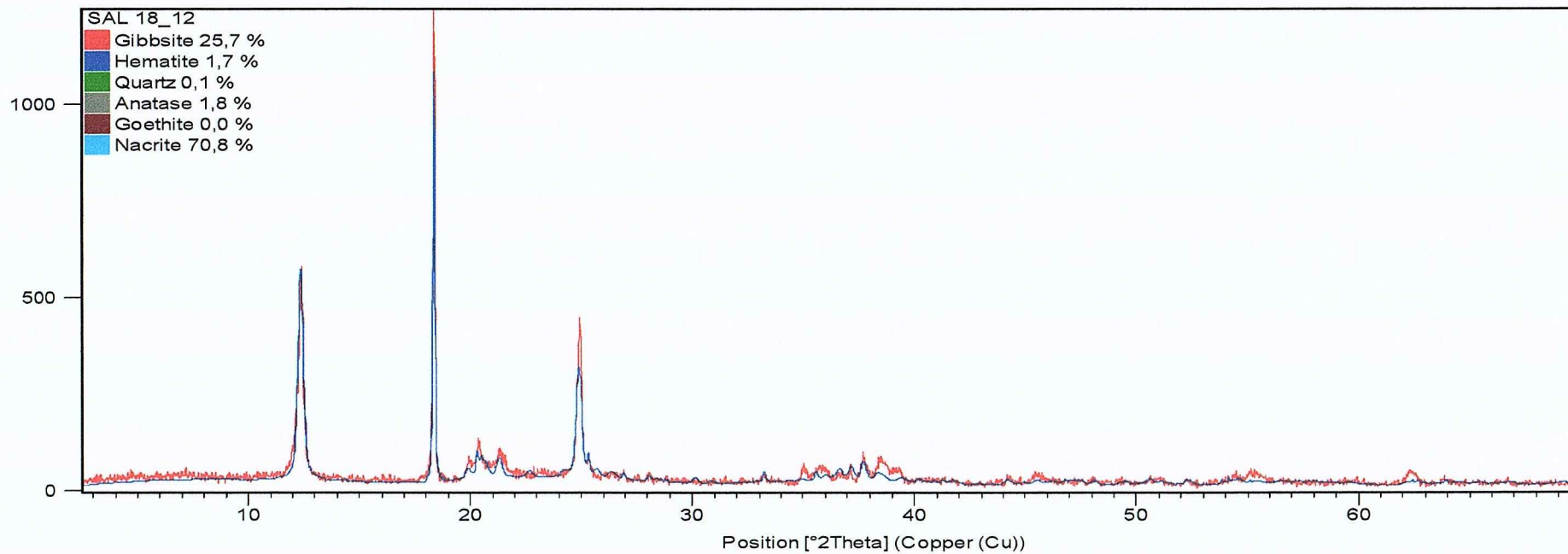
Prof. Dr. Vanderley John
Coordenador

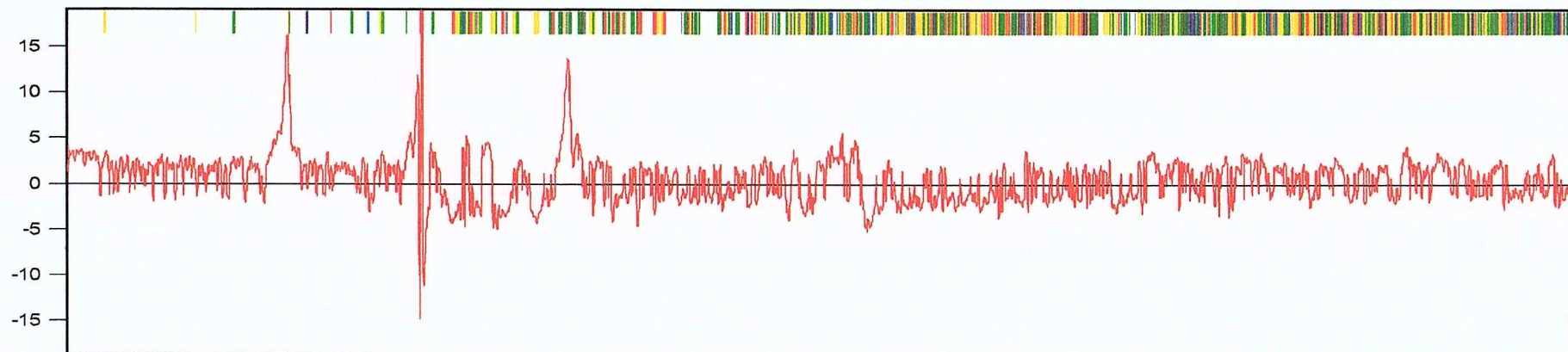
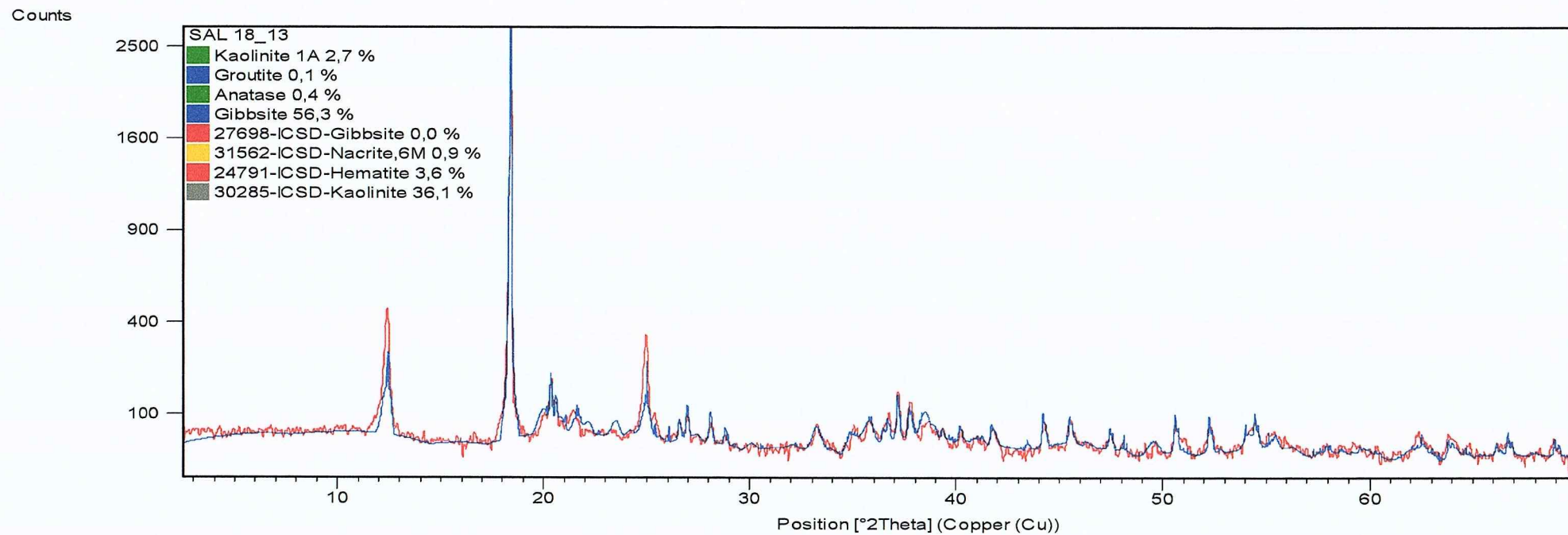
Mário S. Takeashi
Técnico

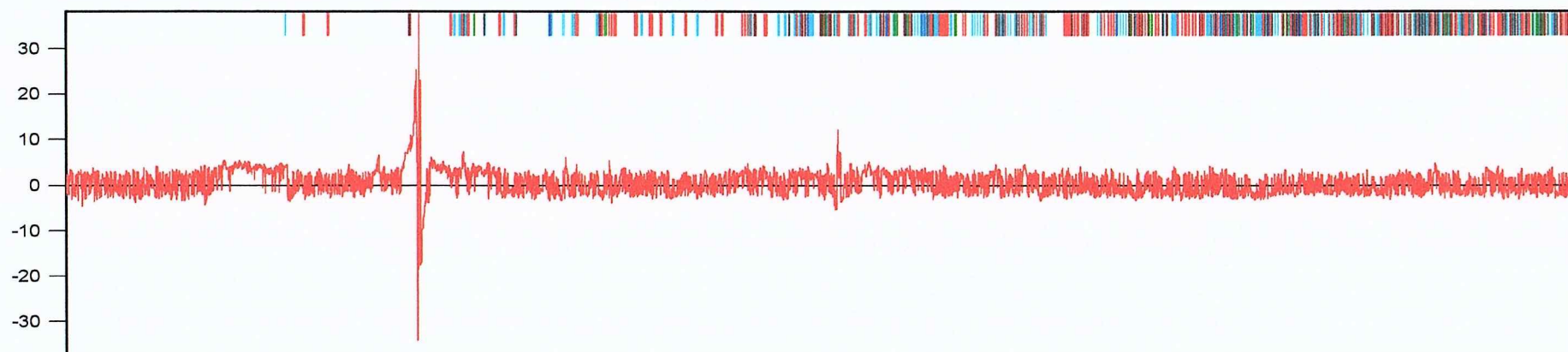
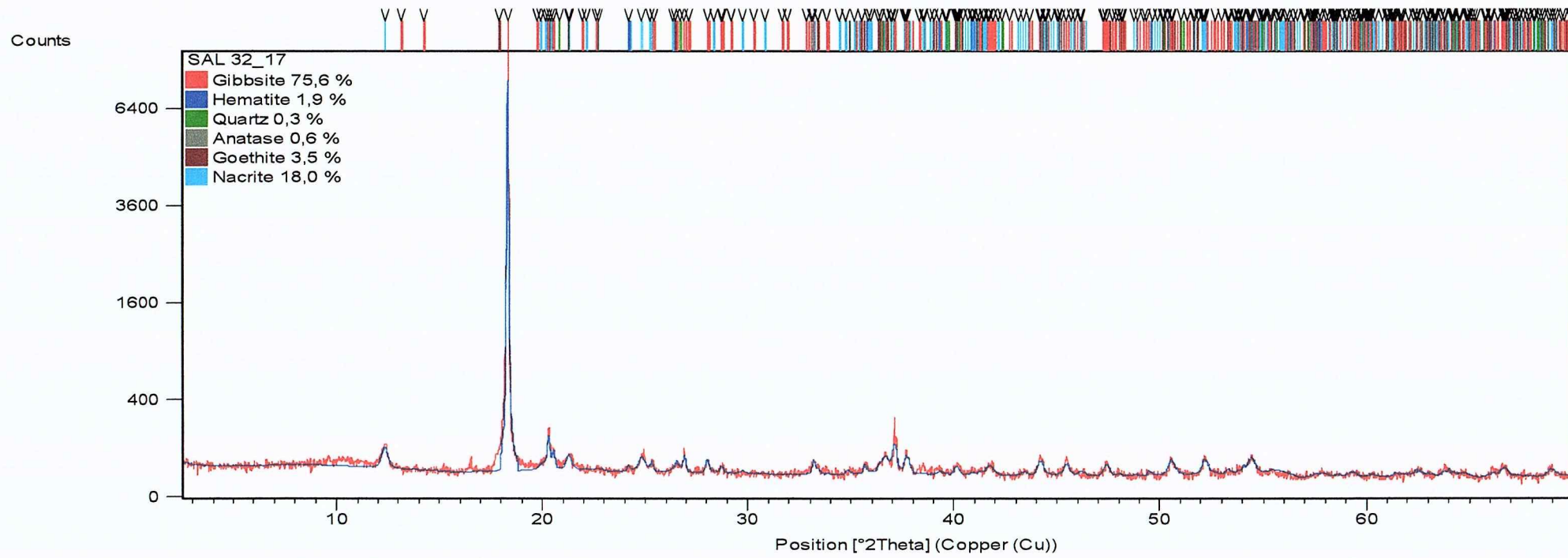


ANEXO 6 - DIFRATOGRAMAS CUANTITATIVOS (*HIGH
SCORE PLUS*)

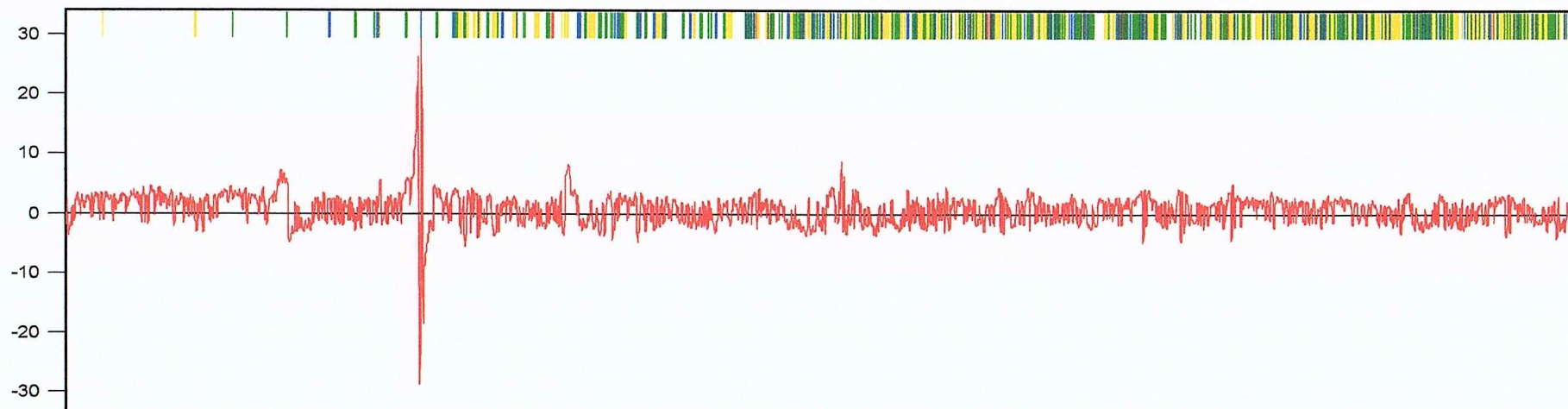
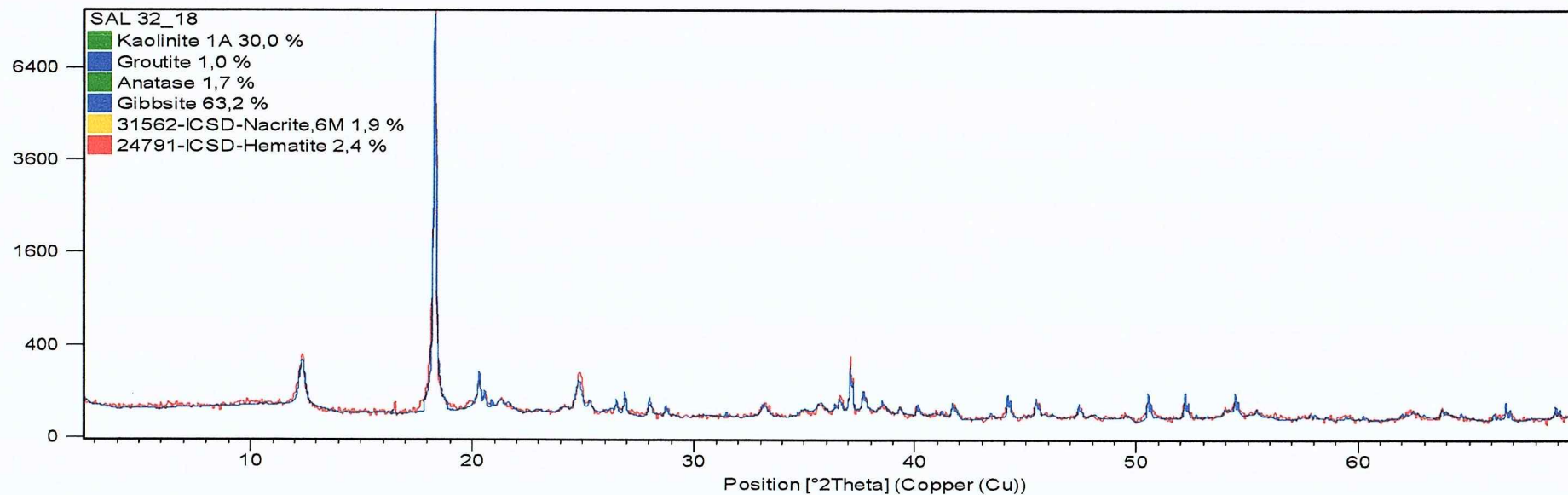
Counts

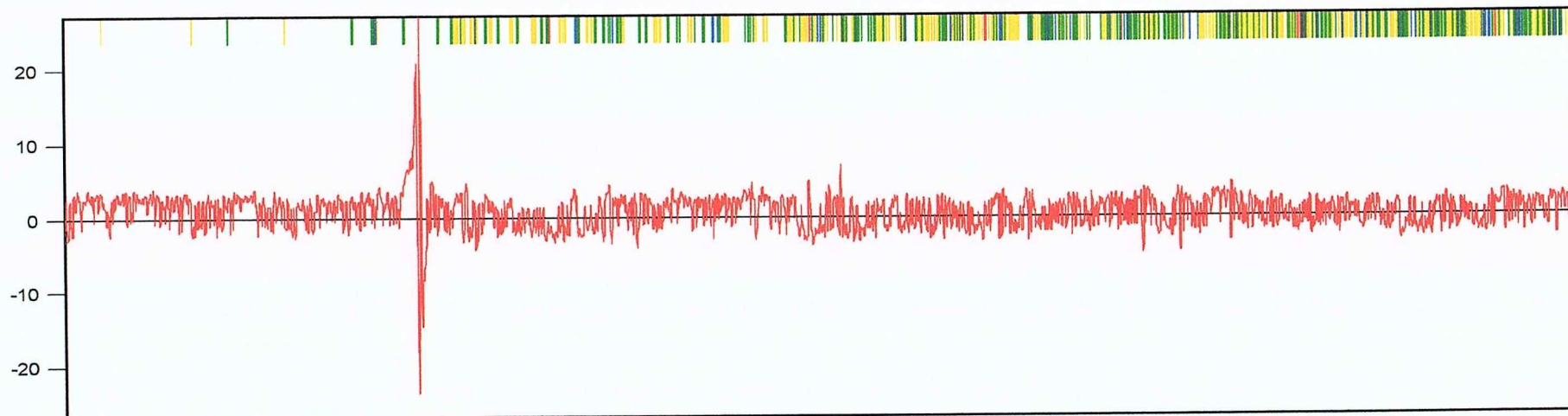
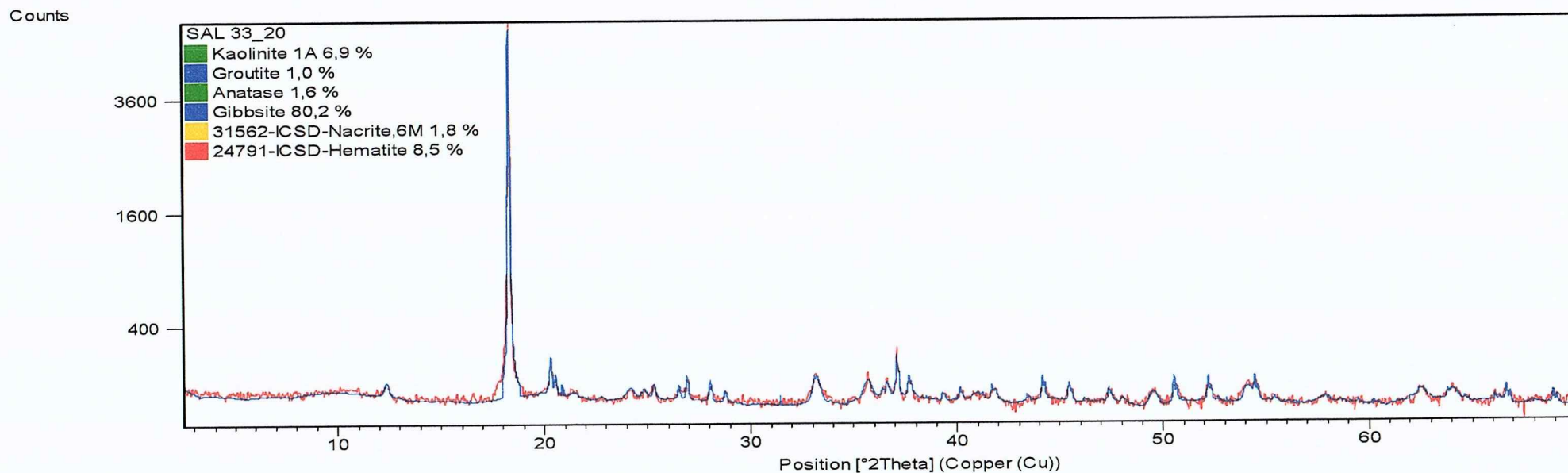




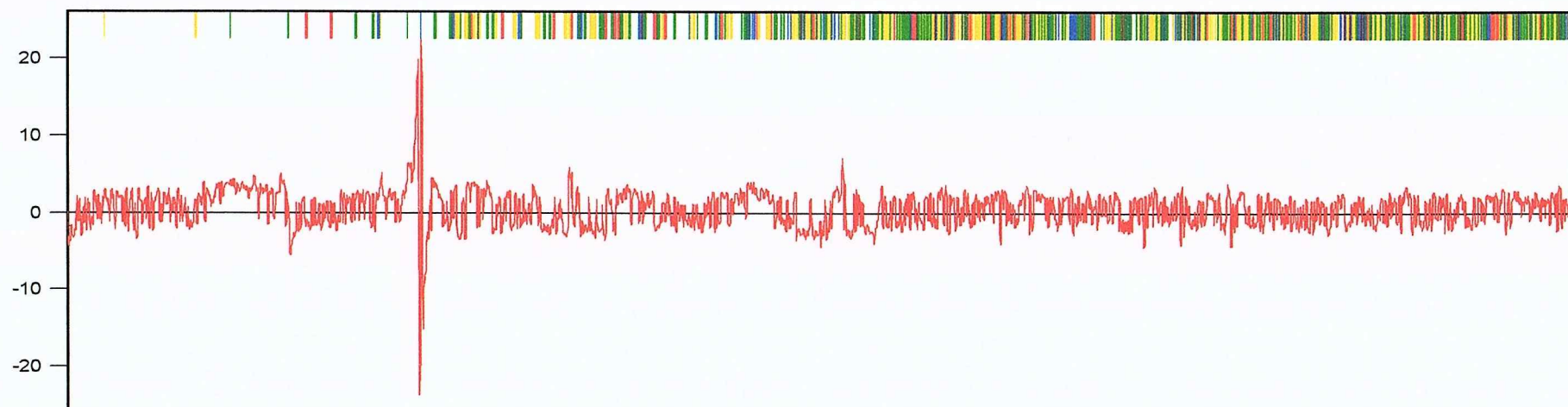
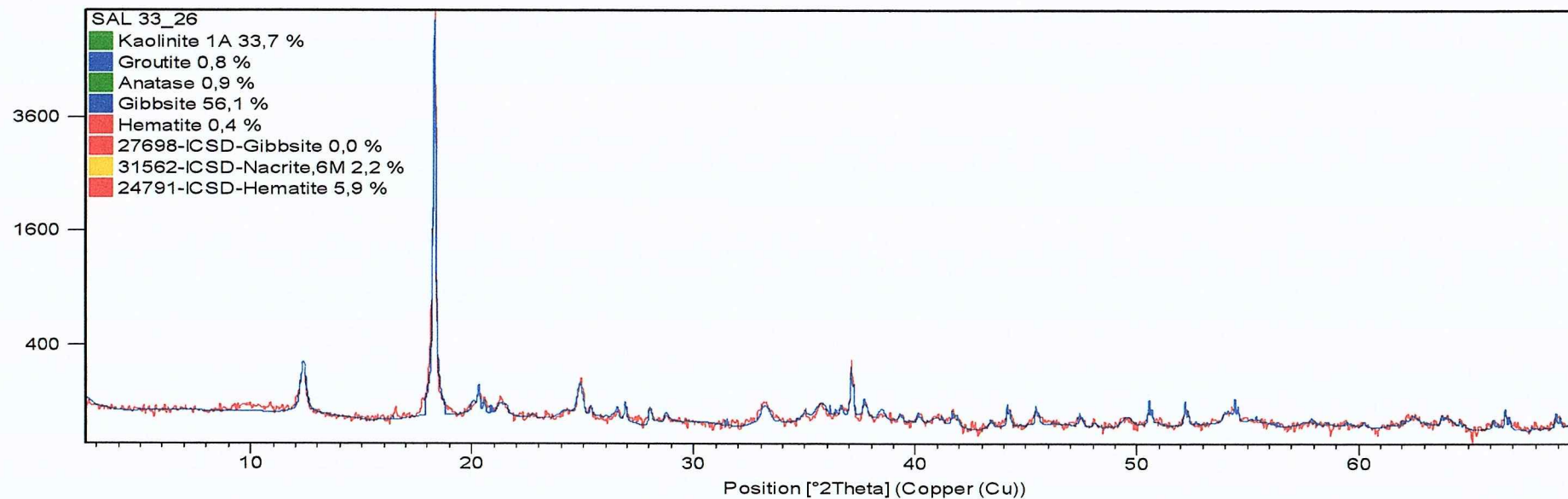


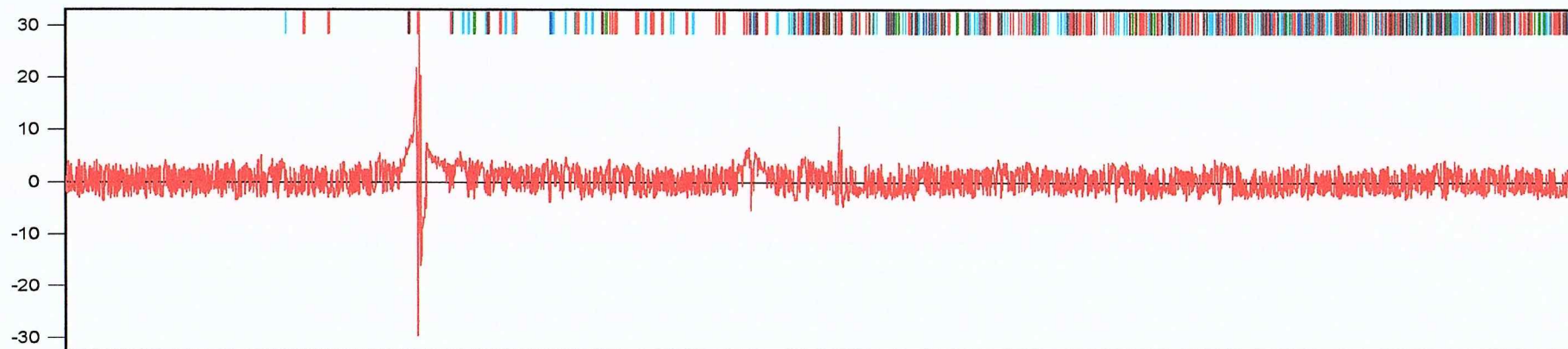
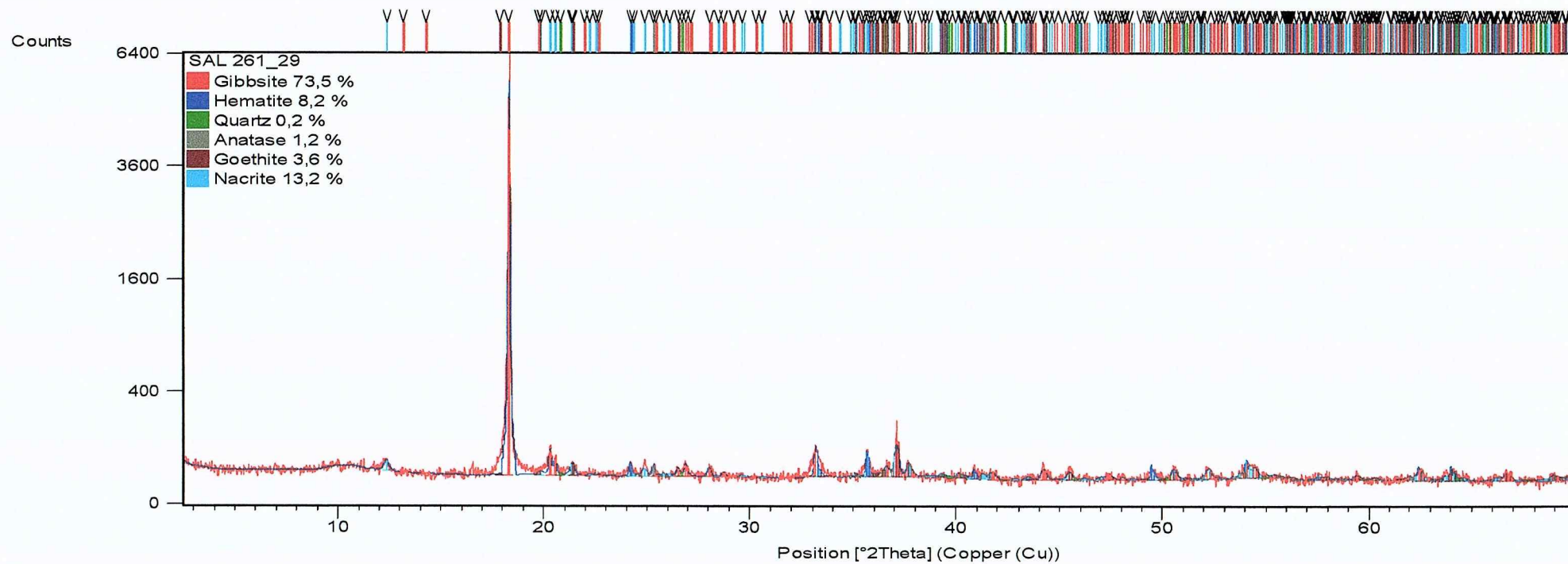
Counts

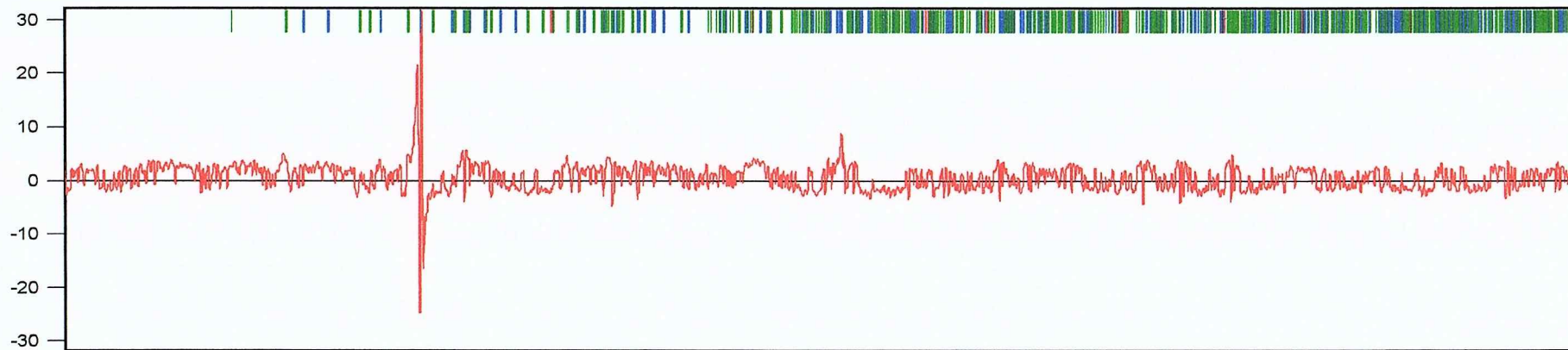
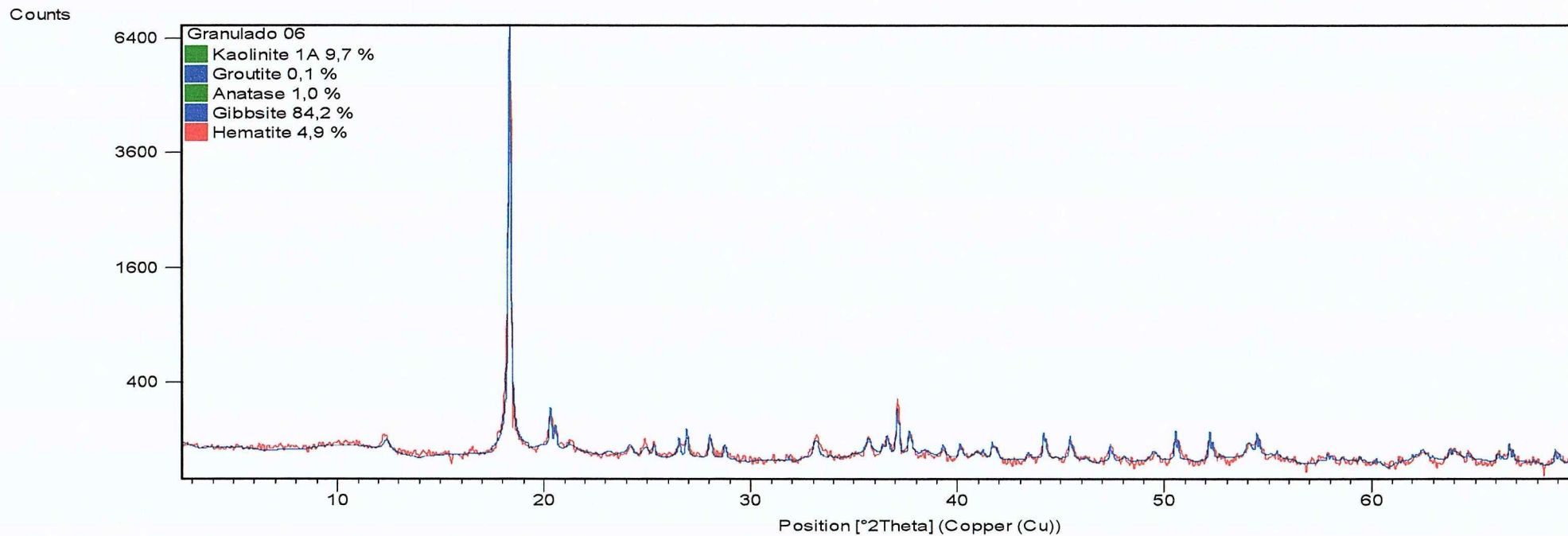


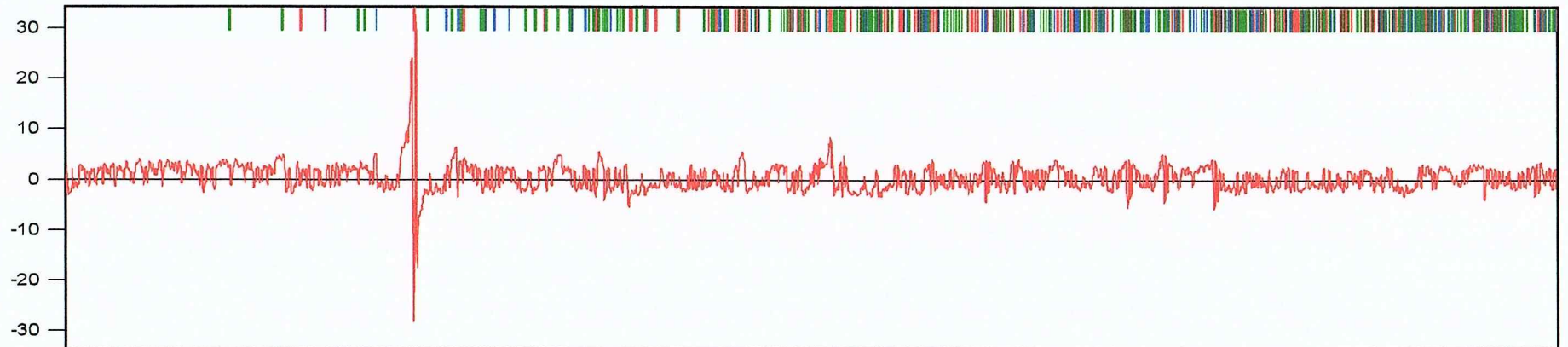
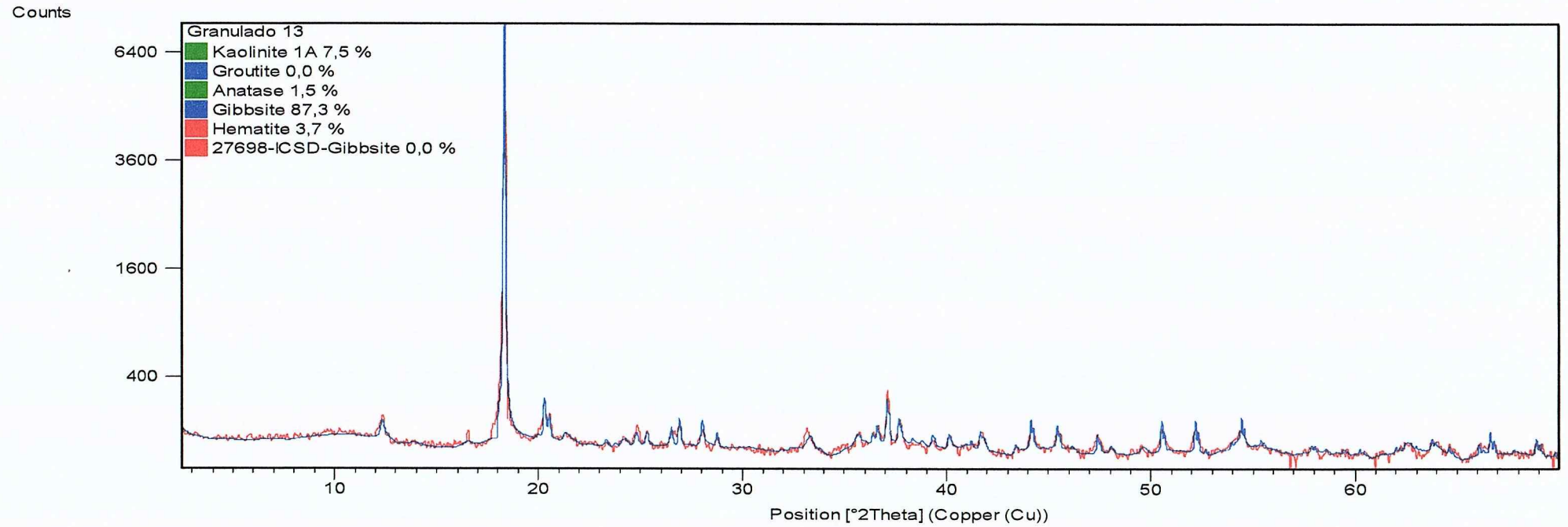


Counts









Counts

