

LUCAS CANTINELLI SEVILLANO

QUANTIFICAÇÃO DE MINERAIS DE BAUXITA POR
DIFRAÇÃO DE RAIOS X E SUA CORRELAÇÃO COM
ANÁLISE QUÍMICA

SÃO PAULO
2010

LUCAS CANTINELLI SEVILLANO

QUANTIFICAÇÃO DE MINERAIS DE BAUXITA POR
DIFRAÇÃO DE RAIOS X E SUA CORRELAÇÃO COM
ANÁLISE QUÍMICA

Trabalho de Formatura apresentado à
Escola Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Engenheiro de Minas

Orientador:
Prof. Dr. Henrique Kahn
Co-orientadora:
M. Sc. Juliana Livi Antoniassi

SÃO PAULO
2010

TF-2010
Se 84g
2171292

FICHA CATALOGRÁFICA

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

M2010K

DEDALUS - Acervo - EPMI



31700008357

Sevillano, Lucas Cantinelli

Quantificação de minerais de bauxita por difração de raios X e sua correlação com análise química / L.C. Sevillano. -- São Paulo, 2010.

30 p.

Trabalho de Formatura - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo.

1. Bauxita 2. Difração por raios X 3. Mineralogia (Análise quantitativa) I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo II. t.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao prof. Henrique por ter me guiado ao longo de boa parte da graduação tanto como chefe como orientador, me ajudando a amadurecer profissionalmente e academicamente.

Agradeço também a todos aqueles com quem fiz amizade no LCT no LTM, Carina, Daniel, Juliana, Manuela, Vavá, Carlos, dentre muitos outros, pelos conselhos e camaradagem ao longo desses anos. Em especial, agradeço a Juliana por ter me orientado não apenas durante o trabalho de formatura, como em outros projetos do LCT.

Agradeço também ao companheirismo dos meus colegas e amigos do curso de engenharia de minas, Gustav, Renato Higa, Renato Iwamoto, Lucas Bruson, e muitos outros.

Agradeço à Mineração Rio do Norte pelo fornecimento de amostras e pelas análises químicas realizadas.

Agradeço ao carinho da minha família, meu pai Mathias, minha mãe Lenita e meu irmão Daniel, por terem sempre me apoiado durante toda esta etapa da minha vida e ajudado a me preparar para as próximas.

QUANTIFICAÇÃO DE MINERAIS DE BAUXITA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X E SUA CORRELAÇÃO COM ANÁLISE QUÍMICA

Lucas Cantinelli Sevillano

E-mail: lucas.sevillano@gmail.com

RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo de quantificação mineralógica de amostras de bauxitas da Mineração Rio do Norte, MRN, oriundas de Porto Trombetas, na região amazônica, por meio da técnica de difração de raios X e da aplicação do método de Rietveld a partir do uso de programas de computação. Ao longo do trabalho foram feitos testes para a definição de condições ótimas de preparação de amostras e de operação de equipamentos, visando à minimização de desvios dos resultados obtidos. Os resultados de difratometria juntamente com seus desvios foram comparados com os resultados e desvios de estimativas mineralógicas obtidas a partir de análises químicas por fluorescência de raios X e por via úmida, realizadas nas dependências laboratoriais da MRN, para se averiguar a correlação e a variação das duas técnicas. Apesar de uma boa correlação ter sido encontrada para os principais minerais constituintes quantificados, os desvios de difratometria foram superiores aos de análise química.

PALAVRAS-CHAVE: bauxita, difração de raios X, método de Rietveld, mineralogia quantitativa

ABSTRACT

This work presents a mineralogical quantification study of bauxite samples from Mineração Rio do Norte, MRN, Porto Trombetas, in the Amazon region, through the use of the X-ray diffraction technique and the application of the Rietveld method with computer programs. Work tests were made to define the optimum sample preparation conditions as well as instrumental conditions in order to minimize the results' deviations. The X-ray quantitative results and their deviations were compared with the results from of mineralogical assays based on X-ray fluorescence chemical analysis and wet assays carried out by MRN, with the purpose of evaluate the correlation and between both techniques. Nonetheless a good correlation was found for the major mineral constituents, the X-ray diffraction's deviations were higher than those achieved byf chemical analysis.

KEY-WORDS: bauxite, Rietveld method, X-ray diffraction, quantitative mineralogy

SUMÁRIO

	pág.
1 INTRODUÇÃO	9
2 OBJETIVOS	9
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
3.1 Geologia	9
3.2 Lavra	11
3.3 Beneficiamento	11
3.4 Hidrometalurgia e produção de alumínio	12
3.5 Difração de raios X	13
3.5.1 Os Raios X	13
3.5.2 Difração	13
3.5.3 Instrumentos de detecção de raios X	15
3.5.4 Análise qualitativa por difração de raios X	15
3.5.5 Análise quantitativa por difração de raios X	16
3.6 Espectroscopia por fluorescência de raios X	17
3.7 Estimativa mineral baseada em resultados quantitativos de análise química	18
3.8 Análise grupal	18
4 MATERIAIS E MÉTODOS	18
4.1 Amostras estudadas	19
4.2 Procedimento Experimental	20
4.2.1 Preparação de amostras	21
4.2.2 Análises químicas	21
4.2.2.1 Estimativa mineral apoiada nas análises químicas	22
4.2.3 Difração de raios X	22
4.2.3.1 Testes de prensagem	22
4.2.3.2 Testes de tempo de coleta	23
4.2.3.3 Coleta de difratogramas	24
4.2.3.4 Análise grupal	24
4.2.3.5 Identificação e quantificação de fases	24
4.2.4 Correlação de resultados de análise química com resultados de difratometria	24
5 RESULTADOS	25
5.1 Estimativa mineralógica baseada em análises químicas	25
5.2 Difração de raios X	27
5.2.1 Testes de prensagem	27

5.2.2	Testes de tempo de coleta	30
5.2.3	Análise por agrupamento	32
5.2.4	Quantificação mineral pelo método de Rietveld	33
5.3	Correlação de resultados mineralógicos quantitativos	35
6	CONCLUSÕES	37
7	REFERÊNCIAS	38

ANEXOS

Anexo 1- Resultados de análises químicas fornecidos pela MRN

APÊNDICES

Apêndice 1 - Estimativa mineralógica a partir da análise química da MRN

Apêndice 2 - Difractogramas gerados pelos testes de prensagem

Apêndice 3 - Resultados dos testes de tempo de coleta

Apêndice 4 - Resultados Quantitativos de DRX Rietveld

LISTA DE FIGURAS

	pág
Figura 1 – Mapa de localização do rio Trombetas, PA - Brasil (TROMBETAS, 2010)	10
Figura 2 – Seção geológica-tipo dos depósitos de bauxita de Porto Trombetas (BIONDI, 2003).....	10
Figura 3 – Operação de lavra em tiras (MRN, 2010).....	11
Figura 4 – A produção de raios X a nível atômico (BLEICHER; SASAKI, 2000).....	13
Figura 5 – Difração de fenda simples e respectivo padrão de difração formado (FRAGNITO, 2010)	14
Figura 6 – Ilustração do fenômeno de difração de raios X - Lei de Bragg	14
Figura 7 – Geometria Bragg-Brentano (adaptado de Jenkins, 1989).....	15
Figura 8 – Padrão difratométrico de uma amostra de quartzo	16
Figura 9 – Características de difratogramas refinados em função de fatores físicos, instrumentais ou de preparação de amostra, segundo McCusker et al. (1999)	17
Figura 10 - Esquema geral das atividades realizadas.....	20
Figura 11 – Fluxograma de geração de alíquotas.....	21
Figura 12 – Difratograma detalhando influência do tipo de prensagem sobre pico principal da gibbsita; em vermelho = prensagem manual, em azul = prensagem hidráulica. Nota-se que a prensagem hidráulica promove a intensificação do pico principal da gibbsita.	23
Figura 13 - Difratograma comparativo das diferentes prensagens para amostra AVOG.....	27
Figura 14 – Desvios encontrados para os diferentes tipos de prensagem em função da intensidade de pico para amostra ALGG.....	29
Figura 15 - Desvios encontrados para os diferentes tipos de prensagem em função da intensidade de pico para amostra SAOG.....	29
Figura 16 - Desvios encontrados para os diferentes tipos de prensagem em função da intensidade de pico para amostra 25BX.....	29
Figura 17 – Desvios relativos das fases quantificadas por Rietveld em função da sua porcentagem em massa para diversos tempos de coleta de espectros da amostra ALGG	30
Figura 18 – Desvios relativos das fases quantificadas por Rietveld em função da sua porcentagem em massa para diversos tempos de coleta de espectros da amostra AVOG.....	31
Figura 19 – Desvios relativos das fases quantificadas por Rietveld em função da sua porcentagem em massa para diversos tempos de coleta de espectros da amostra 25BX.....	31
Figura 20 – Amostras representativas dos três subgrupos	32
Figura 21 – Dendograma resultante da análise grupal das amostras estudadas	32

Figura 22 – Comparação de composição fornecida pelas técnicas estudadas – Gibbsita e Argilominerais.....	35
Figura 23 – Comparação de composição fornecida pelas técnicas estudadas – óxi-hidróxidos de ferro, anatásio e quartzo.....	36

LISTA DE TABELAS

	pág
Tabela 1 – Amostras estudadas e teores químicos fornecidos pela MRN	19
Tabela 2 – Composição química teórica dos minerais presentes nas amostras	22
Tabela 3 - Programa teste de condição de prensagem.....	23
Tabela 4 – Médias das estimativas mineralógicas apoiadas em análises químicas	26
Tabela 5 – Altura dos picos (002) e (110) da gibbsita nas diferentes condições de prensagem (cts).....	28
Tabela 6 – Área dos picos (002) e (110) da gibbsita nas diferentes condições de prensagem (cts).....	28
Tabela 7 – Valores médios e desvios para a quantificação de fases por DRX Rietveld	34

1 INTRODUÇÃO

O interesse econômico de minério de bauxita e a avaliação da qualidade de produtos de beneficiamento dependem de sua composição mineralógica, fundamentalmente das proporções de gibbsita e ganga contidas, que na prática são avaliadas por meio de análises químicas (teores totais de Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 e TiO_2 , usualmente por fluorescência de raios X, e teores específicos de Al_2O_3 aproveitável e SiO_2 reativa, por via úmida).

Análises químicas por via úmida dependem de processos trabalhosos e demorados, que imprimem um ritmo muito lento às etapas de pesquisa mineral e de caracterização de amostras de produtos de beneficiamento. Neste trabalho são apresentados estudos de quantificação mineral de amostras de bauxita provenientes de Porto Trombetas, PA (Mineração Rio do Norte S. A. - MRN) por meio de difração de raios X como possível substituto devido à sua rapidez e facilidade de análise.

2 OBJETIVOS

Os objetivos do trabalho foram de definir uma condição ótima de análise que minimizasse os desvios da técnica de difração de raios X, especificamente o tipo de preparação das amostras e a condição ideal de coleta de difratogramas, visando à diferenciação das espécies minerais e sua quantificação a partir do uso de programas de computação.

Além disso, os resultados mineralógicos quantitativos alcançados por difração de raios X foram ainda comparados com os obtidos por cálculos estequiométricos conjugados com análises químicas, com a intenção de se averiguar as variações geradas por cada uma dessas técnicas.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Geologia

De todos os elementos presentes na crosta terrestre, o alumínio é o mais abundante, correspondendo a 8% de sua composição. A gênese de depósitos de alumínio envolve o intemperismo, sob condições climáticas de altas temperaturas e precipitação intensa de rochas ricas neste elemento e a intensa lixiviação dos outros constituintes num ambiente de drenagem livre, gerando a bauxita, o minério de alumínio. A este processo dá-se o nome de laterização.

Os depósitos formados têm como principais constituintes minerais de hidróxidos de alumínio, preferencialmente a gibbsita e, em proporções menores, bohemita ou diásporo (a depender do depósito). Argilominerais, principalmente caulinita, além de óxidos e hidróxidos de ferro (hematita e goethita), óxidos de titânio e sílica sob a forma de quartzo perfazem predominantemente o restante dos constituintes (Massola, 2008).

As reservas mundiais de alumínio são da ordem de 33,8 bilhões de toneladas. Somadas, as reservas medidas, indicadas e inferidas brasileiras são estimadas em cerca de 3,5 bilhões de toneladas (DNPM, 2008).

O depósito explorado pela Mineração Rio do Norte, MRN, em Porto Trombetas localiza-se na bacia do Baixo-Amazonas, Figura 1, formada a partir do intemperismo de rochas sedimentares Paleozóicas. O depósito engloba diversos platôs, constituídos de argilitos e arenitos, intercalados com siltitos e conglomerados (Boulangé; Carvalho, 1997).

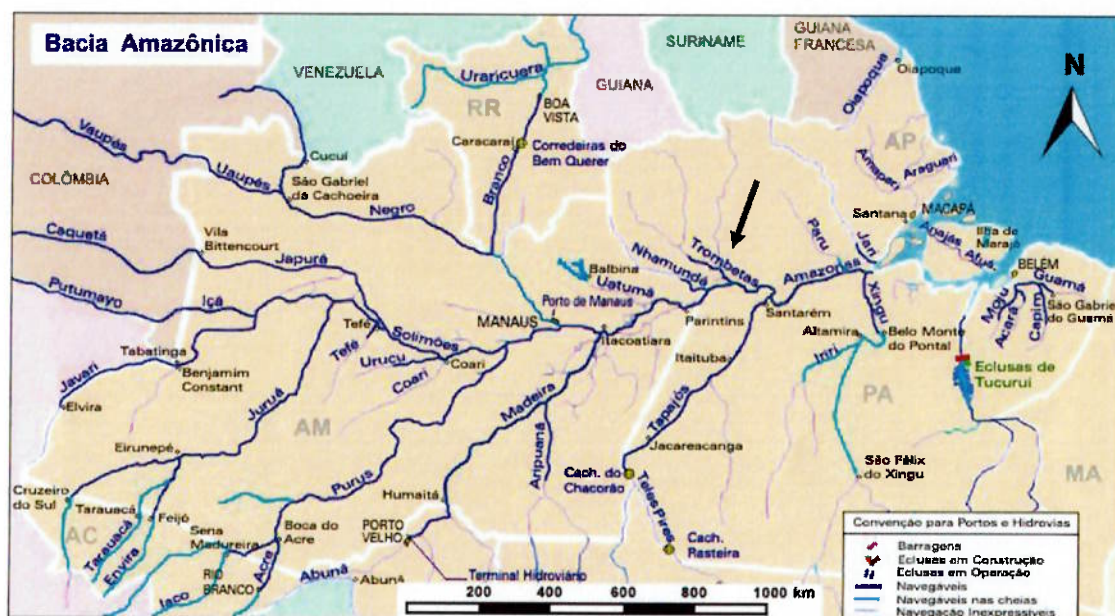


Figura 1 – Mapa de localização do rio Trombetas, PA - Brasil (TROMBETAS, 2010)

Observa-se nos vários platôs a mesma seqüência de horizontes de laterização. Uma camada de capeamento de argila arenosa, denominada Argila Belterra, constituída de caulinita (80%) e quartzo, permeável e uniforme, com espessura máxima no centro do platô, afinando nas margens. Abaixo desta encontra-se a zona da mineralizada, subdividida em zonas de bauxita nodular, laterita ferruginosa e bauxita maciça, que estão representadas na Figura 2.

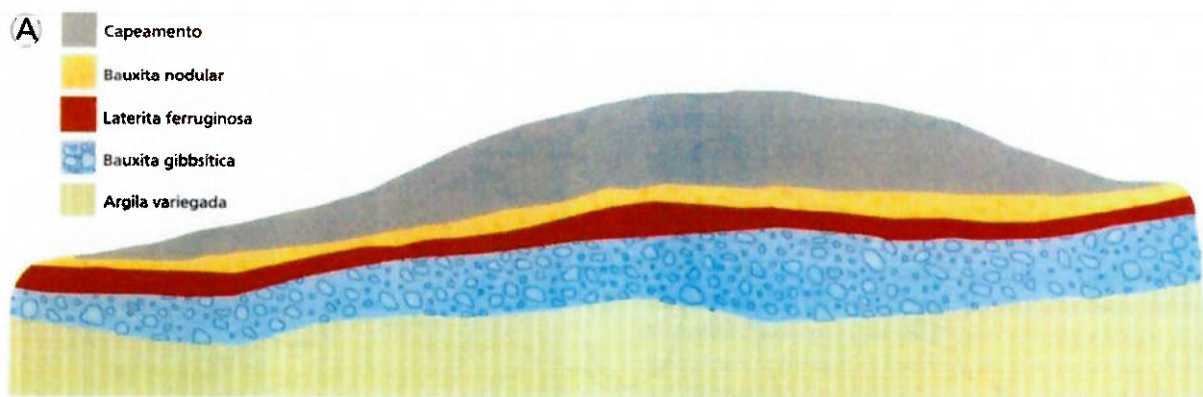


Figura 2 – Seção geológica-tipo dos depósitos de bauxita de Porto Trombetas (BIONDI, 2003)

A camada de bauxita nodular tem espessura média de 1,3 m, chegando a até 2,5 m, representando 22% da reserva. Esta camada consiste de nódulos arredondados, com grande variação de tamanho e constituídos de gibbsita finamente cristalizada. É a camada mais rica em sílica reativa dentre as camadas componentes da zona mineralizada, sendo hoje considerada estéril face ao teor de sílica reativa. Subjacente a essa camada, encontra-se a camada de laterita ferruginosa, com elevado teor de Fe_2O_3 , e espessura de aproximadamente 1 m. É composta por nódulos ferruginosos, cimentados numa matriz gibbsítica, ocasionalmente caulinitica.

Sob todas essas camadas encontra-se a camada que atualmente confere o valor econômico ao depósito. A camada de bauxita maciça é a mais espessa de todas as subzonas, tendo em média 4,5 m, chegando até 7,0 m de espessura. O topo da camada é formado por um revestimento maciço e compacto de bauxita ferruginosa de aproximadamente 1 m. A porção intermediária é formada por bauxita com variados tipos de textura, enquanto na camada mais inferior os septos são de gibbsita cristalizada com espaços preenchidos por gibbsita, substituídos por argila caulinitica.

3.2 Lavra

Depósitos de bauxita são em sua grande maioria lavrados a céu-aberto, aproximadamente 90% de acordo com Hill e Sehnke (2006). O método principal empregado é o lavra em tiras (*strip mining*), onde faixas regulares de minério são escavadas mecanicamente, sem uso de explosivos. Na medida em que a operação de lavra avança, tiras já lavradas são recuperadas simultaneamente à exploração de outras tiras, como mostra a Figura 3.



Figura 3 – Operação de lavra em tiras (MRN, 2010)

Na operação em Porto Trombetas os equipamentos utilizados para a lavra dos platôs incluem walking draglines e motorscrapers. Eventualmente, realiza-se a perfuração e desmonte para facilitar a escavação. O minério lavrado é transportado via caminhões até uma unidade de britagem e daí encaminhado por transportador de correias até a usina de beneficiamento que processa minério proveniente dos 3 platôs lavrados: Saracá, Almeida e Aviso.

3.3 Beneficiamento

A rota usual de processamento de minério de alumínio consiste da britagem do minério, seguida por uma operação de peneiramento ou classificação para retirada dos finos, podendo ocorrer a lavagem do minério, com a finalidade de eliminar a argila e contaminantes de sílica, e termina com sua secagem. Para minérios ricos em ferro englobam-se operações de separação magnética ou jigagem para diminuir o teor deste contaminante (Chaves; Massola, 2007).

Na operação da MRN o Run of Mine (R.O.M), depois de passar por um escalpe, é alimentado a um britador de martelos, com abertura idêntica ao de 3", resultando em um produto cerca de 95% abaixo de 3". Este produto, com umidade natural de 15%, é levado a uma caixa onde recebe adição de água, formando uma polpa com concentração de sólidos entre 60 a 70%. Realiza-se então a lavagem do minério, após a qual a polpa é peneirada em peneiras rotativas. Frações entre 25,4 mm e 6,35 mm são alimentadas para peneiras vibratórias, que funcionam como peneiras desaguadoras. A fração abaixo de 6,35 mm é peneirada, através de peneiras vibratórias, em malhas de 2,36 mm e de 1,18 mm. A fração maior que 6,35 mm se junta à fração maior que 14# proveniente do segundo peneiramento e, através de correias transportadoras, são levadas diretamente a secagem. Já a fração abaixo de 14# é transferida para as instalações de recuperação de finos.

No fluxograma de processamento mineral do minério de Porto Trombetas destaca-se a recuperação dos finos e ultra-finos (Santos, 2009). Esta consiste em uma bateria de ciclonagem primária, seguida por uma ciclonagem secundária, que é alimentada pelo underflow da ciclonagem primária. O underflow da ciclonagem secundária é filtrado. A recuperação de superfinos (fração do minério entre 0,100 mm e 0,074 mm) foi desenvolvida pela MRN e representou um aumento de 7% na recuperação do R.O.M. Deste processo resulta aproximadamente 27% de massa de rejeito, depositados em barragens de finos, geralmente construídas em áreas já mineradas (MRN, 2010).

3.4 Hidrometalurgia e produção de alumínio

Desenvolvido e patenteado em 1888 por Karl Josef Bayer, e responsável por praticamente toda a produção de alumina no mundo, o processo Bayer se resume a lixiviação da bauxita na presença de hidróxido de sódio (NaOH), soda cáustica, em condições elevadas de temperatura e pressão seguido por etapas de clarificação, precipitação e calcinação (Hill; Sehnke, 2006; Massola, 2008).

Da lixiviação resulta uma solução de aluminato de sódio (NaAlO_2) com precipitados insolúveis chamados de "lama vermelha", composto principalmente por minerais de ferro e de titânio. Etapas de espessamento e filtragem realizam a separação dos dois produtos; o licor de aluminato de sódio passa por uma etapa posterior de precipitação seletiva do alumínio como hidróxido de alumínio ($\text{Al}(\text{OH})_3$). Em seguida, o hidróxido de alumínio precipitado é levado para fornos de calcinação para produção da alumina (Al_2O_3).

As proporções relativas dos minerais componentes do produto da usina influenciam diretamente as condições de operação do processo, tais como, temperatura de lixiviação e consumo de hidróxido de sódio. A produção de alumina está ligada diretamente à fração de alumínio constituinte da gibbsita e de outros hidróxidos de alumínio; a parcela de alumínio referente aos silicatos, essencialmente a caulinita, também é atacada pela soda cáustica, mas produz um composto insolúvel descartado juntamente com a lama vermelha, diminuindo a eficiência do processo.

O alumínio metálico é formado a partir da redução eletrolítica da alumina pelo processo de Hall-Héroult. Este processo consiste na eletrólise da alumina em um banho de criolita [$(\text{NaF})_3\text{AlF}_3$], que atua como eletrólito e solvente da alumina. A passagem de uma corrente elétrica contínua através da solução decompõe a alumina, o oxigênio decomposto

migra para o ânodo de carbono, onde reage, formando CO_2 . O alumínio metálico se forma na superfície catódica.

3.5 Difração de raios X

3.5.1 Os Raios X

Os raios X são ondas eletromagnéticas de comprimento de onda dentro do intervalo de 0,1 a 700 Å; para o estudo de materiais e suas estruturas no nível das distâncias interatômicas empregam-se comprimentos de ondas na faixa 0,2 a 0,25 Å (Klug; Alexander, 1974).

A geração dos raios X se dá no interior de tubos de vidro ou cerâmicos sob vácuo. Um filamento de tungstênio inserido ao tubo atua como um cátodo, sob o qual é aplicada uma diferença de potencial, gerando uma corrente elétrica. O feixe de elétrons gerados é direcionado para um ânodo metálico (Cu, Co, Fe dentre outros materiais).

Os elétrons oriundos do cátodo interagem com os elétrons do ânodo, excitando-os. De forma que os elétrons do ânodo são arrancados de sua camada e deixam um espaço livre que será ocupado por outro elétron de um nível superior de energia, proveniente de uma camada mais externa. Para se adequar a esta camada de energia inferior este elétron emite um fóton de raios X. A Figura 4 ilustra este fenômeno.

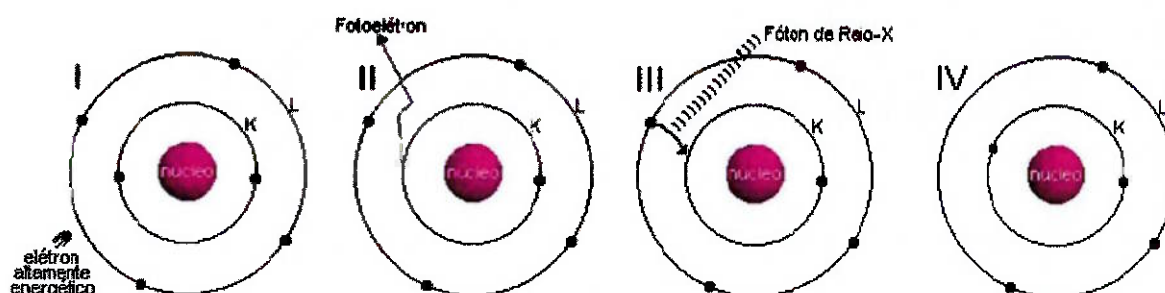


Figura 4 – A produção de raios X a nível atômico (BLEICHER; SASAKI, 2000)

3.5.2 Difração

A difração é um fenômeno relacionado com a interação de uma onda, seja ela mecânica, como o som, ou eletromagnética, como a luz, com um obstáculo, um orifício, por exemplo, de dimensões próximas ao comprimento de onda. Como resultado dessa interação é observado um desvio na trajetória da onda, sendo possível considerar o obstáculo como uma fonte geradora de ondas, vide Figura 5. Os vários feixes de ondas emitidos ao longo da abertura interferem entre si, gerando um padrão de difração com máximos e mínimos, de acordo com a diferença de fases das ondas geradas.

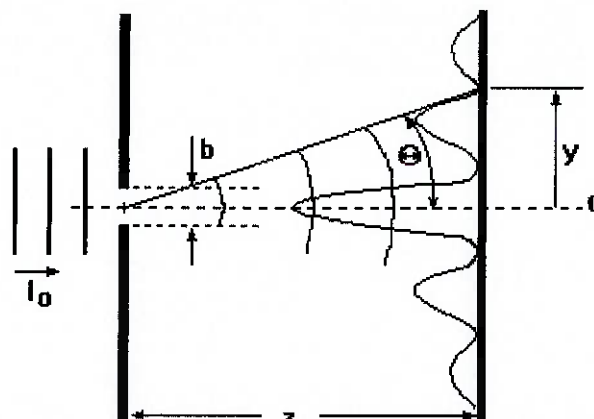


Figura 5 – Difração de fenda simples e respectivo padrão de difração formado (FRAGNITO, 2010)

Assim, os átomos que compõem uma rede cristalina, quando bombardeados por um feixe de raios X, de comprimento de onda próximo à distância interplanar do retículo cristalino, se comportarão como novas fontes emissoras de raios X. Analogamente ao que se observa na difração de fendas simples, este raio difratado só será observado em certas direções devido à interferência das ondas entre si, de modo que é necessário que as ondas emitidas pelos diferentes átomos estejam em fase umas com as outras, tanto as ondas geradas por átomos num mesmo plano como aquelas geradas por sucessivos planos.

As ondas emitidas por átomos de um mesmo plano estarão em fase se o raio incidente, o raio difratado e a normal ao plano de átomos estiverem contidos num mesmo plano e se o ângulo do raio for igual ao ângulo do raio difratado.

Ao se pensar num retículo cristalino composto de vários planos paralelos de átomos, a uma distância d uns dos outros, os raios de comprimento de onda λ que incidirem sobre sucessivos planos a um ângulo θ terão uma diferença de caminho igual a $2d \cdot \sin \theta$. Os raios difratados estarão em fase então se esta diferença de caminho for igual a um número inteiro de comprimentos de ondas, ou seja, $n\lambda = 2d \sin \theta$. A Figura 6 ilustra esta condição.

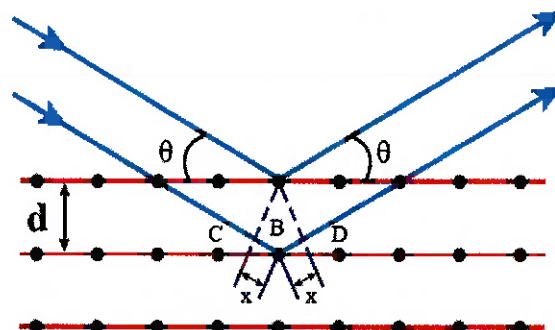


Figura 6 – Ilustração do fenômeno de difração de raios X - Lei de Bragg

Esta expressão representa a Lei de Bragg. Dela conclui-se ser possível identificar compostos cristalinos presentes numa amostra a partir dos máximos de difração encontrados nos ângulos θ , dependentes da distância interplanar d característica do material.

3.5.3 Instrumentos de detecção de raios X

Os instrumentos de medida de difração de raios X, difratômetros, disponíveis no mercado são dominados pela geometria parafocal Bragg-Brentano; seu arranjo possível pode ser um goniômetro horizontal (θ - 2θ) ou vertical (θ - 2θ ou θ - θ) (Jenkins, 1989).

Observa-se na Figura 7 que para a geometria θ - 2θ , o goniômetro, acoplado aos acessórios de recepção do feixe difratado, move-se (H) com velocidade angular (2θ /passo) sobre o eixo P e rotaciona a amostra (P) com metade desta velocidade angular (θ /passo). O raio do círculo do goniômetro é fixo e, apresentando iguais distâncias do tubo gerador de raios X à amostra e da amostra à fenda de recepção D. O plano do círculo focal contém os raios incidente e difratado, isto é, a fonte, a amostra e a fenda de recepção.

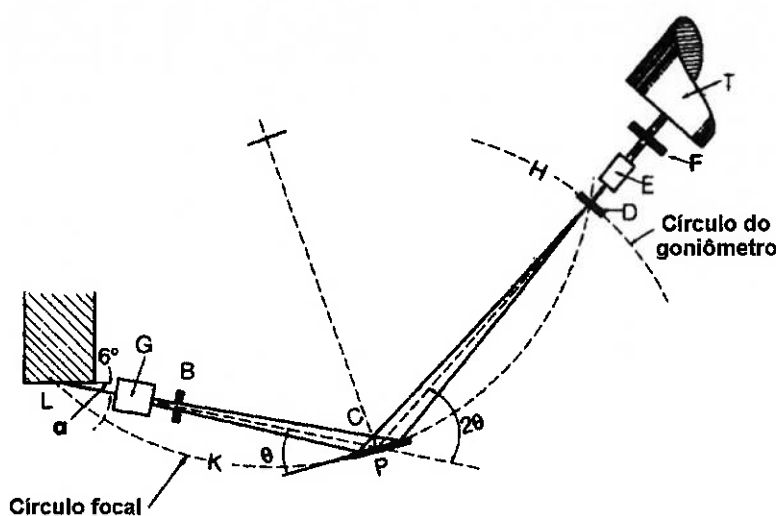


Figura 7 – Geometria Bragg-Brentano (adaptado de Jenkins, 1989)

Para minimizar interferências devido aos fenômenos de espalhamento e fluorescência, que ocorrem concomitantemente à difração, e para garantir a focalização das radiações difratadas, são inseridas várias fendas no sistema.

O feixe difratado detectado é expresso a partir de uma série de picos que se destacam da linha de base (background) num gráfico de intensidade detectada por posição angular 2θ . Cada um dos picos representa a difração ocorrida nos planos do retículo cristalino das fases presentes na amostra e apresenta altura, área de base e posição angular características da estrutura cristalina das fases componentes presentes na amostra.

3.5.4 Análise qualitativa por difração de raios X

Principal aplicação da difração de raios X, a identificação de compostos cristalinos presentes na amostra se baseia nas características únicas da estrutura cristalina de cada substância cristalina; planos de difração, distâncias interplanares, densidades de átomos ao longo do plano cristalino geram um padrão difratométrico único, equivalente a uma impressão digital, como mostra a Figura 8.

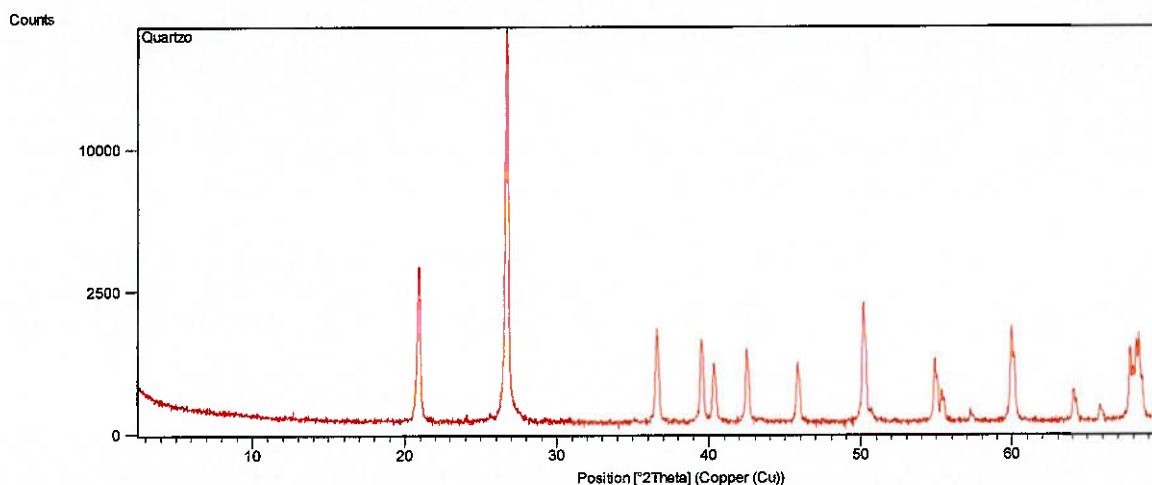


Figura 8 – Padrão difratométrico de uma amostra de quartzo

Esta análise é feita a partir da comparação do padrão difratométrico com o de padrões de referência, disponíveis em bancos de dados. O *International Centre for Diffraction Data*, ICDD, com sede nos EUA, juntamente com organizações colaboradoras, mantém e atualiza continuamente informações cristalográficas de mais de 250.000 compostos cristalinos inorgânicos (Jenkins; Snyder, 1996).

3.5.5 Análise quantitativa por difração de raios X

Partindo do fato que a intensidade relativa de diferentes conjuntos de picos referentes às fases cristalinas presentes numa amostra relaciona-se à proporção das mesmas na amostra, foram desenvolvidos diferentes métodos de quantificação de fases por meio da difração de raios X: o método da adição, o método do padrão interno, curvas de calibração e o método de Rietveld.

Quase todos estes métodos utilizam comparações com amostras de referência de proporções conhecidas das fases presentes, preparadas caso a caso. Fatores intrínsecos das amostras podem gerar dificuldades que prejudicam a confiança nos resultados encontrados e comprometem sua utilização.

O método de Rietveld (Rietveld, 1969), no entanto, considera todos estes fatores permitindo que eles sejam compensados, corrigidos ou minimizados e com os avanços na tecnologia computacional permitiu-se sua ampla utilização na quantificação de fases cristalinas por difração de raios X.

Ele se baseia na minimização da diferença entre um difratograma calculado e um experimental através do método de mínimos quadrados (Gobbo, 2009). Na geração do padrão calculado é feito o ajuste de parâmetros estruturais das fases componentes de uma amostra, operação conhecida como refinamento. O refinamento contempla tanto parâmetros individuais das fases cristalinas como parâmetros globais do equipamento e da amostra (Young, 2002).

O refinamento será considerado satisfatório se o padrão gerado sobrepor o padrão experimental observado, ilustrado pela Figura 9. Indicadores estatísticos são utilizados

durante o refinamento e após seu término para aferir sua qualidade. O Rwp (R-weighted pattern) é um dos índices que melhor reflete a qualidade do refinamento por considerar no seu cálculo o valor de resíduo minimizado; valores típicos são da ordem de 10 a 20%. Outro índice utilizado, o *goodness-of-fit* (GOF) é o quociente entre o valor de Rwp e o valor do resíduo teórico mínimo esperado, R_{exp} ; é equivalente a 1,0 em refinamentos perfeitos, mas valores em torno de 5,0 caracterizam refinamentos otimizados (Gobbo, 2009; Post; Bish, 1989).

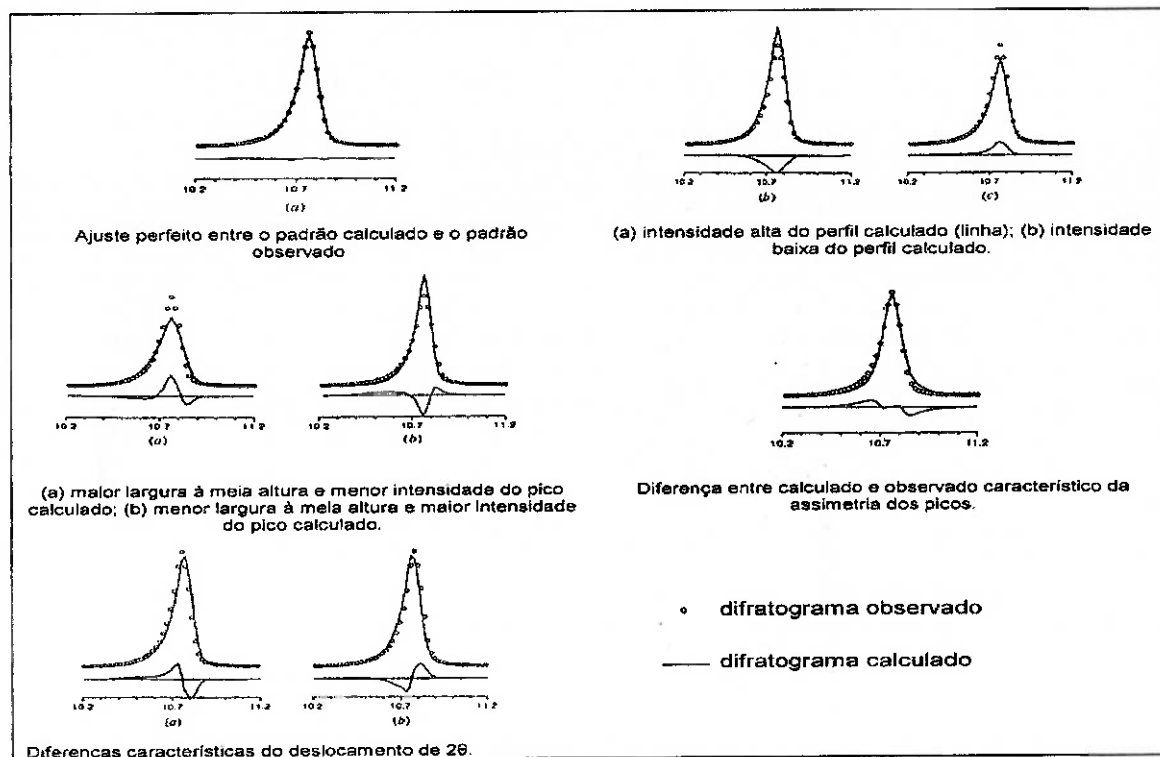


Figura 9 – Características de difratogramas refinados em função de fatores físicos, instrumentais ou de preparação de amostra, segundo McCusker et al. (1999)

3.6 Espectroscopia por fluorescência de raios X

A técnica de espectroscopia por fluorescência de raios X (FRX) é empregada na determinação dos elementos componentes de materiais. Ela baseia-se na irradiação e excitação de uma dada substância por meio de um feixe de raios X, emanado de um tubo operado em condições de alta voltagem, trazendo como resultado a produção de uma radiação secundária (fluorescente), característica dos elementos químicos presentes em uma amostra (Jones, 1987).

Conhecidos os ângulos de reflexão e as intensidades dessa radiação, é possível, a partir de cristais analisadores e detectores específicos, a determinação qualitativa e quantitativa de todos os elementos constituintes. Os detectores captam a radiação fluorescente característica do átomo que a emitiu e conseguem distinguir diferentes radiações características pelas suas energias.

3.7 Estimativa mineral baseada em resultados quantitativos de análise química

Para amostras de assembléia mineralógica conhecida, os resultados de análise química fornecem uma estimativa inicial de quantificação de minerais a partir da sua associação com os valores teóricos de composição dos elementos constituintes dos minerais presentes (Jones, 1987).

Foco desse trabalho, bauxitas apresentam uma composição mineralógica simples. Como maiores constituintes tem-se hidróxidos de alumínio (principalmente, gibbsita $\text{Al}(\text{OH})_3$), argilominerais (especialmente caulinita, $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), óxi-hidróxidos de ferro (hematita, Fe_2O_3 , e goethita, $\text{FeO}(\text{OH})$) e, em menores proporções, óxidos de titânio (anatásio e rutilo, TiO_2), quartzo (SiO_2) e outros.

Assim, teores dosados de Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , SiO_2 , juntamente com análises químicas por via úmida específicas para bauxita, que fornecem teores de Al_2O_3 referentes aos hidróxidos de alumínio (alumina aproveitável) e de SiO_2 referente aos argilominerais (sílica reativa) permitem a estimativa mineralógica a partir das seguintes suposições (Antoniassi, 2010):

- Teores de Al_2O_3 aproveitável se relacionam a teores de gibbsita;
- Teores de SiO_2 reativa se relacionam a teores de argilominerais, em especial caulinita;
- Os teores de óxi-hidróxidos de ferro assumem os valores dos teores de Fe_2O_3 ;
- Os teores de óxidos de titânio assumem os valores obtidos para TiO_2 ;
- O teor de quartzo está relacionado à sílica não reativa (SiO_2 total - SiO_2 reativa).

Cabe ressaltar que esta técnica apresenta limitações tais como erros analíticos, substituições de elementos dentro da estrutura cristalina de um mineral e presença de minerais com composições químicas similares, limitando seu uso e acarretando desvios na estimativa mineral.

3.8 Análise grupal

A análise grupal é uma ferramenta estatística que ordena as amostras estudadas de acordo com seu nível de semelhança. As amostras com alto grau de similaridade são agrupadas, enquanto aquelas com baixo grau de similaridade se encontram em grupos distintos. Uma das possíveis visualizações desses agrupamentos são por dendogramas. Desse modo, a análise de números altos de amostras pode ser simplificada (Antoniassi, 2010).

Aplicada à difração de raios X, a análise grupal, permite o agrupamento de amostras sem prévia identificação dos minerais presentes, levando em conta a posição angular dos picos e suas intensidades, a partir de recursos de programas de computador como o *cluster analysis* do programa X'Pert High Score Plus, marca PANalytical (Antoniassi, 2010).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Amostras estudadas

Os estudos foram realizados sobre um conjunto de 25 amostras de bauxitas encaminhadas pela MRN, selecionadas priorizando-se a variabilidade química entre elas; variabilidade esta decorrente da distinta proveniência das amostras, além dos variados processos aos quais elas estiveram submetidas (ensaios de classificação e separações minerais por líquido denso). As amostras foram identificadas segundo um código de quatro letras que visa facilitar o reconhecimento das características mencionadas anteriormente.

Dezesseis das amostras provêm de platôs já em exploração e passaram por processos de tratamento; assim AL, AV, AS referem-se às minas de Almeida, Aviso e Saracá, respectivamente, enquanto GR refere-se a uma mistura de produtos granulados gerados nessas minas. A terceira letra G, F ou O, respectivamente, grosso, fino e over alude ao resultado de ensaios de cicloneamento, enquanto a última letra, A, F ou G alude ao produto afundado, flutuado ou não ensaiado (material de análise granulométrica) de separação por líquido denso, respectivamente. As outras nove amostras provêm de platôs ainda em fase de pesquisa e foram identificadas a partir do seu perfil laterítico de origem, ND para bauxitas nodulares e BX para bauxitas maciças, e um número.

A Tabela 1 apresenta as amostras estudadas e seus respectivos teores químicos, inicialmente fornecidos pela MRN.

Tabela 1 – Amostras estudadas e teores químicos fornecidos pela MRN

Amostra	Al ₂ O ₃ total	Al ₂ O ₃ apr	SiO ₂ total	SiO ₂ reat	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	PF
ALGF	55,6	54,1	4,07	3,32	6,27	1,52	32,5
ALGA	40,7	35,4	5,36	3,96	32,6	1,26	20,2
ALGG	54,1	53,1	4,55	3,34	6,86	1,67	32,8
ALFG	55,5	51,6	5,32	3,57	8,51	1,01	29,6
ALOG	40,6	5,50	26,7	24,6	10,3	3,86	18,5
AVGF	55,5	49,3	4,61	4,44	9,68	1,21	29,0
AVGA	53,9	47,9	4,87	4,40	12,7	0,99	28,3
AVFG	53,7	47,8	5,39	3,31	12,2	1,10	27,6
AVOG	32,5	8,10	22,8	22,8	17,0	3,63	24,0
GRGF	57,3	48,5	3,41	2,95	9,34	1,43	28,6
GRGA 1	55,7	45,4	3,94	3,8	12,7	1,06	26,6
GRGA 2	34,0	23,8	4,31	3,97	50	0,97	14,9
SAGF	59,8	50,4	6,42	6,17	3,37	1,82	29,2
SAGA	57,4	46,1	4,75	4,66	8,45	1,85	27,6
SAFG	57,1	48,6	6,23	6,05	3,9	1,93	30,9
SAOG	48,7	10,7	26,0	25,8	4,65	4,20	16,5
03 ND	55,1	53,6	9,66	4,71	3,61	1,47	30,1
04 ND	41,2	6,91	29,2	27,9	13,4	2,67	13,5
13 ND	54,7	45,7	10,5	9,98	1,62	1,78	31,5
20 ND	33,9	6,04	31,7	30,7	6,76	2,61	25,0
21 ND	57,1	45,8	9,03	9,46	1,3	1,52	31,1
23 BX	41,5	26,6	11,4	10,4	25,3	2,63	19,1
25 BX	36,1	13,0	17,2	16,7	28,4	2,24	16,1
28 ND	42,0	7,15	26,2	25,4	11,4	2,78	17,6
30 ND	56,4	51,4	7,10	4,69	4,84	1,33	30,3

De maneira geral, as amostras são constituídas essencialmente por Al_2O_3 , sendo a maior parte correspondente a alumina aproveitável (45,4-54,1%), seguido de teores de Fe_2O_3 (3,9-12,7%), SiO_2 (3,41-6,42%; maior parte SiO_2 reativa) e TiO_2 (0,99-1,93%).

Como exceção, as amostras 03ND, 20ND, 28ND, ALOG, AVOG e SAOG apresentam Al_2O_3 relacionado preferencialmente à alumina não aproveitável (24,4-38,0%) e contém altos teores de SiO_2 (22,8-26,7%) quase que totalmente relacionados a sílica reativa; teores de Fe_2O_3 e TiO_2 elevam-se nessas amostras e variam, respectivamente, entre 4,65-17,0% e 3,63-4,20%.

As amostras 23BX, 25BX, ALGA e GRGA 2 se destacam pelos altíssimos teores de Fe_2O_3 , que variam entre 25,3-50,0%. Os teores de Al_2O_3 relacionados à alumina aproveitável são baixos, variando entre 13,0-35,4%. Os teores de SiO_2 (4,0-16,7%) são praticamente em sua totalidade associados a sílica reativa.

4.2 Procedimento Experimental

O procedimento experimental adotado compreendeu ao uso de duas técnicas distintas de caracterização no estudo de bauxitas, análise química por fluorescência de raios X e por via úmida, e difração de raios X. Por fim, os resultados obtidos de ambas as técnicas foram comparados, bem como os desvios gerados em cada uma delas.

As atividades do projeto estão ilustradas na Figura 10, a seguir:

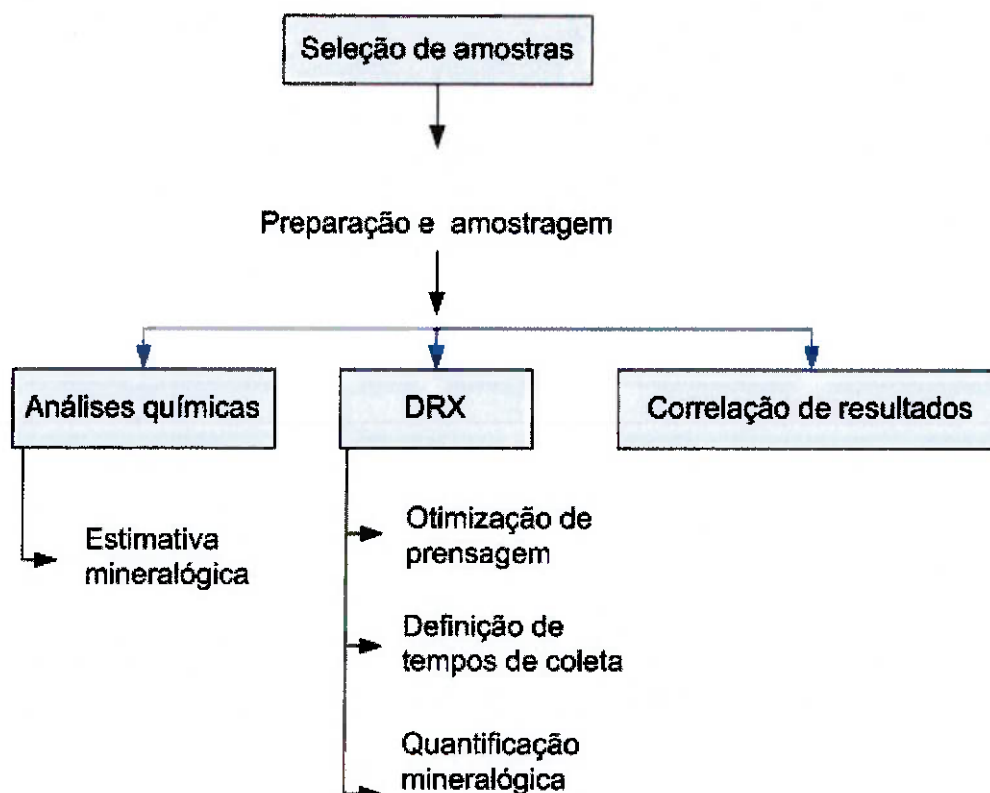


Figura 10 - Esquema geral das atividades realizadas

4.2.1 Preparação de amostras

Preliminarmente à realização dos ensaios procedeu-se com a geração de alíquotas representativas das amostras a serem encaminhadas aos diversos testes. Para tal, foi utilizado um britador de rolos para cominuir todas as amostras até se obter 100% de material passante em peneira com abertura de 1,00 mm. Cada amostra foi então amostrada usando-se amostrador Jones e amostrador centrífugo até a obtenção de alíquotas finais de 15 g.

O fluxograma apresentado na Figura 11 mostra o encadeamento desta amostragem.

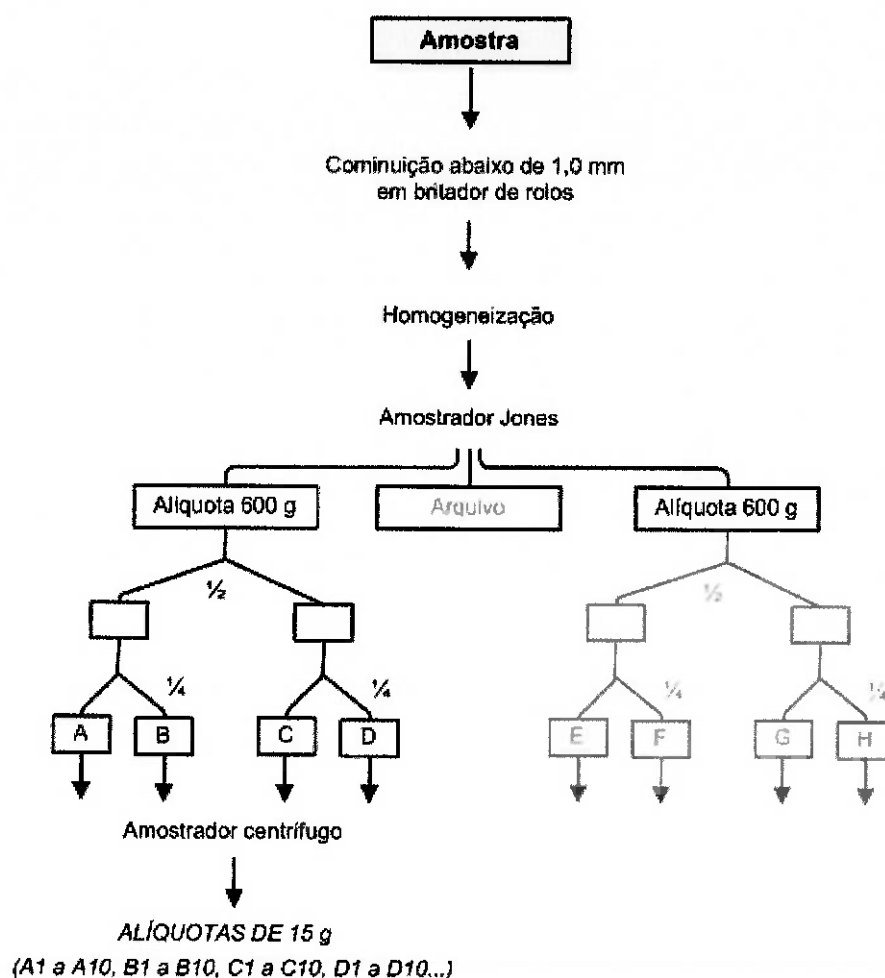


Figura 11 – Fluxograma de geração de alíquotas

4.2.2 Análises químicas

Análises químicas foram realizadas através de fluorescência de raios X com dosagens de Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 , além da determinação da perda ao fogo (PF); determinações de alumina aproveitável e sílica reativa via úmida também foram efetuadas nos laboratórios da MRN.

Todas as análises químicas foram efetuadas em duplicata, considerando alíquotas de 45 g. Ao todo foram enviados três lotes de amostras para análise em datas diferentes, garantindo dessa forma a obtenção de valores químicos mais precisos.

4.2.2.1 Estimativa mineral apoiada nas análises químicas

A estimativa das fases minerais presentes nas amostras procedeu-se a partir da correlação entre os teores dosados nas análises químicas com as composições teóricas desses elementos nas fases minerais; para efeito dos cálculos adotou-se os seguintes teores de composição teórica, expressos na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química teórica dos minerais presentes nas amostras

Mineral	Fórmula	Fase (%)				
		Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	H ₂ O
Gibbsita	Al(OH) ₃	65,4	-	-	-	34,6
Caulinita	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	39,5	46,6	-	-	14,0
Hematita	Fe ₂ O ₃	-	-	100	-	-
Anatásio	TiO ₂	-	-	-	100	-
Quartzo	SiO ₂	-	100	-	-	-

4.2.3 Difração de raios X

Esta etapa compreendeu inicialmente a otimização da preparação de amostras para a difração de raios X, seguida da definição da condição ideal de coleta de difratogramas com o objetivo de se minimizar tanto quanto possível os desvios no processo de quantificação de fases por difração de raios X.

Para tanto, as amostras foram separadas em subgrupos e feitos testes utilizando as amostras ALGG, 25BX e AVOG, por terem elas, respectivamente, alto teor de alumina aproveitável (53,1%), alto teor de Fe₂O₃ (28,4%) e alto teor de sílica reativa (22,8%), sendo representativas de todo o universo das amostras.

Preliminarmente à realização desses testes foi feita a pulverização das alíquotas utilizando-se um pulverizador tipo moinho planetário (equipamento Fritsch Pulverizette 05.202 n°. 3286), com painéis de aço de volume 300 ml e meio moedor de bolas de aço, 4 com diâmetro 20 mm e 3 com diâmetro 30 mm. A pulverização foi realizada em meio úmido, etanol na proporção 1:1.

4.2.3.1 Testes de prensagem

Visando avaliar a influência da prensagem na preparação das amostras, sobre a orientação preferencial da gibbsita (tendência de acomodação horizontal desse mineral no momento da prensagem em função de suas características cristalográficas) como mostrado pela Figura 12, e a influência sobre todos os picos do difratograma, foram realizados testes com dois tipos de prensagem de amostras, hidráulica e manual.

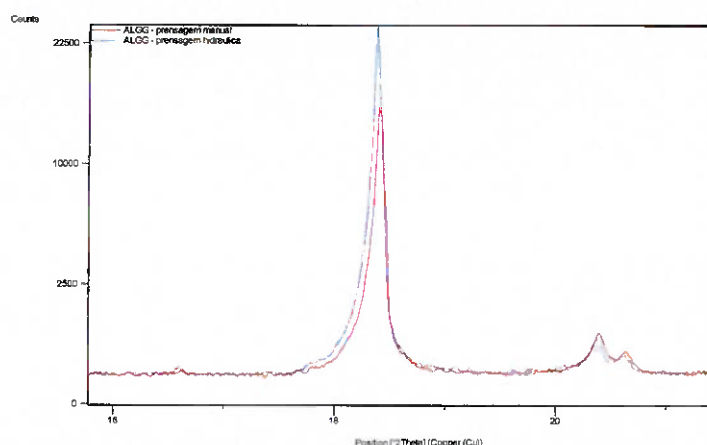


Figura 12 – Difratoograma detalhando influência do tipo de prensagem sobre pico principal da gibbsita; em vermelho = prensagem manual, em azul = prensagem hidráulica. Nota-se que a prensagem hidráulica promove a intensificação do pico principal da gibbsita.

A variação da intensidade desses picos em função do tipo de prensagem influencia a estimativa das proporções mineralógicas a partir da difração de raios X, por isso a importância de sua avaliação.

Para os testes de prensagem hidráulica foi utilizada uma prensa Herzog e suportes vazados, tipo anel. Para a definição da melhor condição de preparação de amostras foram preparadas amostras sob diferentes condições de prensagem, variando-se a força exercida pela prensa e o tempo de prensagem, como mostra a Tabela 3.

A avaliação da melhor condição se deu pela medida da intensidade do pico principal da gibbsita e sua relação com seu pico secundário.

Tabela 3 - Programa teste de condição de prensagem

Tonelada \ Tempo (s)	10	20	30
1,5	x		x
3	x		
5		x	
10	x		x

Na prensagem manual utilizou-se uma prensa e suportes vazados, tipo anel próprios para prensagem manual (*back loading*). Para a avaliação dos tipos de prensagem foram preparadas dez amostras para cada condição e coletados os respectivos difratogramas. Para cada espectro foram medidas as intensidades e áreas de todos os picos identificados. Procedeu-se com o cálculo de médias e dispersões dos dados e optou-se pela preparação que apresentou o menor valor de dispersão.

4.2.3.2 Testes de tempo de coleta

Nesta etapa coletaram-se cinco difratogramas de cada amostra em cinco tempos diferentes, baseados nos tempos de coleta por passo angular (*step*) do difratômetro, selecionados para o estudo, que foram 2 s/passo, 5 s/passo, 10 s/passo, 20 s/passo e 40 s/passo. Para cada difratograma gerado foi feito o refinamento pelo método de Rietveld.

Para os resultados obtidos a avaliação foi feita mediante cálculos de média e desvio padrão das diversas fases minerais identificadas e quantificadas.

4.2.3.3 Coleta de difratogramas

A coleta dos difratogramas foi feita no equipamento X'PERT PRO, marca PANalytical com configuração θ - 2θ e detector sensível à posição X'Celerator; as condições de coleta foram 45 kV x 40 mA, radiação Cu α , intervalo 2θ de coleta de 2,5 a 70°, passo 0,02°/s, o tempo de coleta foi objeto de estudo, sendo inicialmente adotado 5 s/passos, filtro K β de níquel, fenda incidente fixa 1/2" e rotação (spinner) de 1 rps.

4.2.3.4 Análise grupal

A análise grupal de difratogramas permitiu averiguar a hipótese inicial de separação do grupo de amostras em três subgrupos a partir da sua composição química. Os difratogramas foram submetidos à análise estatística através de análise por agrupamento (*cluster analysis*) com programa *High Score Plus*.

4.2.3.5 Identificação e quantificação de fases

Definidas as condições ótimas de preparação de amostras e de coletas de difratogramas foram coletados três espectros de preparações diferentes para cada amostra. Procedeu-se então com a identificação e posterior quantificação das fases minerais pelo método de Rietveld a partir da utilização do software *High Score Plus* da PANalytical.

A identificação das fases cristalinas foi obtida por comparação do difratograma da amostra com o banco de dados PDF2 do ICDD - *International Centre for Diffraction Data* (2003) e para a quantificação das mesmas foram utilizadas estruturas cristalinas do banco de dados Inorganic Crystal Structures Database de 2007.

A quantificação das fases foi feita pelo método de Rietveld utilizando estruturas cristalinas do banco de dados Inorganic Crystal Structures Database de 2007. Os seguintes parâmetros foram considerados no refinamento: *background*, zero *shift*, fator escala, cela unitária, B *overall*, W, V e perfil de pico, além da orientação preferencial no caso da gibbsita. A qualidade dos resultados foi acompanhada em todas as etapas de refinamento a partir do valor de GOF (*goodness of fit*) e da qualidade dos gráficos diferenciais gerados.

4.2.4 Correlação de resultados de análise química com resultados de difratometria

A correlação dos resultados apresentados pelas duas metodologias para cada uma das fases minerais quantificadas foi feita mediante a utilização de gráficos confrontando os valores médios obtidos para cada diferente amostra estudada.

5 RESULTADOS

5.1 Estimativa mineralógica baseada em análises químicas

A Tabela 4 abaixo mostra os valores médios estimados para os conteúdos das fases minerais de todas as amostras estudadas. Os desvios relativos foram calculados como a porcentagem do desvio padrão das várias determinações de teores de cada amostra em relação a seu respectivo valor médio.

Todos os resultados de análises químicas dosadas pela MRN e que permitiram tais quantificações encontram-se no Anexo 1. Os valores calculados para as fases minerais de todas as alíquotas analisadas se encontram no Apêndice 1.

Os desvios obtidos para as estimativas minerais feitas a partir dos teores dosados das amostras ficaram em sua maioria entre 0,2 e 10,8%. Fora desta faixa estão as determinações de quartzo. Os altos desvios das análises por via úmida de sílica reativa aliados ao baixo teor do mineral resultaram em desvios relativos maiores que 100% para a maioria das amostras.

Tabela 4 – Médias das estimativas mineralógicas apoiadas em análises químicas

Amostra		Fases minerais				
		Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anatásio	Quartzo
ALFG	Média	76,4	9,4	9,3	1,0	1,4
	Desvio relativo	1,3%	5,6%	2,9%	2,1%	21,8%
ALGA	Média	65,7	5,5	25,3	1,2	0,5
	Desvio relativo	0,9%	10,6%	2,5%	2,3%	49,4%
ALGF	Média	83,7	6,5	6,7	1,5	1,0
	Desvio relativo	1,3%	1,2%	8,6%	0,8%	138,6%
ALGG	Média	81,9	7,8	6,7	1,4	1,2
	Desvio relativo	0,6%	5,1%	1,6%	1,2%	138,8%
ALOG	Média	8,6	61,5	10,8	3,4	10,5
	Desvio relativo	3,8%	11,5%	2,8%	2,1%	124,1%
AVFG	Média	73,8	7,8	11,2	1,1	3,8
	Desvio relativo	0,6%	5,6%	0,5%	1,6%	45,0%
AVGA	Média	73,3	9,7	11,9	1,0	1,1
	Desvio relativo	1,5%	6,1%	2,3%	3,3%	28,2%
AVGF	Média	78,2	8,5	8,8	1,2	1,5
	Desvio relativo	1,2%	2,8%	2,4%	1,3%	119,4%
AVOG	Média	14,7	51,0	18,2	3,1	2,2
	Desvio relativo	2,8%	7,3%	1,4%	1,6%	55,2%
GRGA 1	Média	70,6	8,2	13,2	1,1	1,3
	Desvio relativo	0,9%	5,7%	2,6%	2,3%	136,5%
GRGA 2	Média	44,8	7,7	41,5	0,9	1,3
	Desvio relativo	0,6%	2,3%	1,0%	2,4%	122,8%
GRGF	Média	78,1	6,9	9,4	1,3	0,5
	Desvio relativo	1,3%	3,1%	2,9%	1,8%	20,6%
SAFG	Média	75,2	13,3	4,4	1,9	2,9
	Desvio relativo	1,3%	10,1%	5,3%	1,0%	98,5%
SAGA	Média	69,8	10,8	10,1	1,8	1,7
	Desvio relativo	1,9%	3,0%	1,1%	0,5%	142,8%
SAGF	Média	78,1	12,5	4,1	1,8	0,6
	Desvio relativo	1,7%	15,4%	4,9%	3,5%	91,2%
SAOG	Média	16,2	59,7	5,1	3,8	3,7
	Desvio relativo	2,7%	9,4%	2,3%	2,8%	39,2%
03ND	Média	9,9	65,3	14,4	2,5	1,3
	Desvio relativo	1,6%	2,8%	3,1%	7,5%	41,9%
04ND	Média	80,3	12,0	4,6	1,2	0,8
	Desvio relativo	1,2%	4,3%	9,4%	8,1%	149,7%
13ND	Média	75,2	19,0	2,2	1,6	0,3
	Desvio relativo	0,6%	2,8%	15,7%	6,8%	97,4%
20ND	Média	8,7	72,3	7,6	2,9	0,5
	Desvio relativo	2,6%	6,8%	6,0%	2,1%	90,8%
21ND	Média	70,6	23,5	2,5	1,4	0,4
	Desvio relativo	1,2%	7,4%	15,9%	6,8%	147,0%
23BX	Média	41,5	24,3	26,7	2,3	0,9
	Desvio relativo	1,7%	2,3%	3,0%	9,4%	14,4%
25BX	Média	20,1	42,3	28,5	2,0	0,7
	Desvio relativo	2,2%	5,7%	3,7%	10,1%	12,8%
28ND	Média	10,7	65,7	12,5	2,6	0,6
	Desvio relativo	3,9%	6,6%	5,8%	1,7%	213,1%
30ND	Média	77,4	13,5	5,4	1,2	0,9
	Desvio relativo	0,2%	3,6%	4,3%	2,0%	115,1%

5.2 Difração de raios X

5.2.1 Testes de prensagem

Os resultados numéricos obtidos das prensagens são apresentados na Tabela 5 e Tabela 6 que detalham, respectivamente, as intensidades e áreas dos dois picos mais intensos da gibbsita ((002) e (110)) visando à avaliação das interferências geradas pelas diferentes condições de preparação das amostras. Difrátogramas comparativos dos ensaios realizados são apresentados no Apêndice 2.

A prensagem com 10 t foi impraticável para as duas amostras que apresentam maiores conteúdos de argilominerais em suas composições, 25BX e AVOG; no momento da prensagem, as amostras foram expulsas dos suportes e a prensa se aderiu ao material.

As prensagens com 3 e 5 t geraram valores mais elevados de altura do pico principal (002) da gibbsita comparados com as prensagens de 1,5 t; observou-se ainda que nestas condições ocorreu um aparente deslocamento de picos para as amostras com maiores proporções de argilominerais, sendo que as amostras estavam devidamente niveladas à altura dos suportes, como mostra a Figura 13 abaixo.

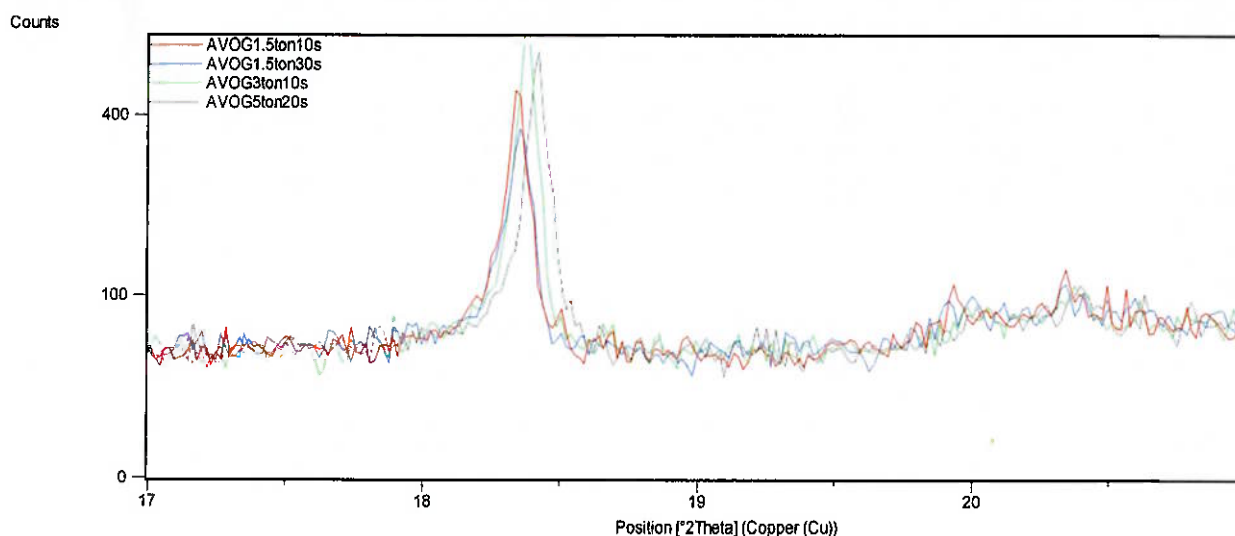


Figura 13 - Difrátograma comparativo das diferentes prensagens para amostra AVOG

A prensagem em 1,5 t se mostrou menos interferente na intensidade real dos picos da gibbsita. Segundo os dados observados, o tempo de prensagem durante 30 segundos gera menor orientação preferencial comparado com o tempo de 10 segundos.

Tabela 5 – Altura dos picos (002) e (110) da gibbsita nas diferentes condições de prensagem (cts)

Amostra ALGG

t/tempo	Intensidade pico (002)			Intensidade pico (110)			Relação (002)/(110)		
	10"	20"	30"	10"	20"	30"	10"	20"	30"
1,5	7496		6739	149,1		162,1	50,3		41,6
3	8604,6			190,2			45,2		
5		12269,8			145,5			84,3	
10	12959,7		12057,7	151,8		161,3	85,4		74,8

Amostra AVOG

t/tempo	Intensidade pico (002)			Intensidade pico (110)			Relação (002)/(110)		
	10"	20"	30"	10"	20"	30"	10"	20"	30"
1,5	429,2		329,9	77,2		-	5,6		-
3	567,5			54,3			10,5		
5		493			55,8			8,8	

Amostra 25BX

t/tempo	Intensidade pico (002)			Intensidade pico (110)			Relação (002)/(110)		
	10"	20"	30"	10"	20"	30"	10"	20"	30"
1,5	871		824	58,6		-	14,9		-
3	1018			44,2			23		
5		962,8			30,1			32	

Tabela 6 – Área dos picos (002) e (110) da gibbsita nas diferentes condições de prensagem (cts)

Amostra ALGG

t/tempo	Área do pico (002)			Área do pico (110)			Relação (002)/(110)		
	10"	20"	30"	10"	20"	30"	10"	20"	30"
1,5	618,5		444,8	14,8		16,1	41,9		27,7
3	709,9			12,6			56,5		
5		1012,3			12			84,4	
10	855,4		994,8	7,5		13,3	113,8		74,7

Amostra AVOG

t/tempo	Área do pico (002)			Área do pico (110)			Relação (002)/(110)		
	10"	20"	30"	10"	20"	30"	10"	20"	30"
1,5	28,3		27,2	7,7		-	3,7		-
3	46,8			5,4			8,7		
5		32,5			5,5			5,9	

Amostra 25BX

t/tempo	Área do pico (002)			Área do pico (110)			Relação (002)/(110)		
	10"	20"	30"	10"	20"	30"	10"	20"	30"
1,5	71,9		59,4	5,8		-	12,4		-
3	67,2			8,8			7,7		
5		79,4			15,9			5	

As figuras 14 a 16 abaixo mostram os valores de desvios relativos calculados para as intensidades dos picos de mesma posição angular em função de sua intensidade média,

comparando os resultados encontrados para a prensagem manual com os da prensagem hidráulica na condição escolhida acima.

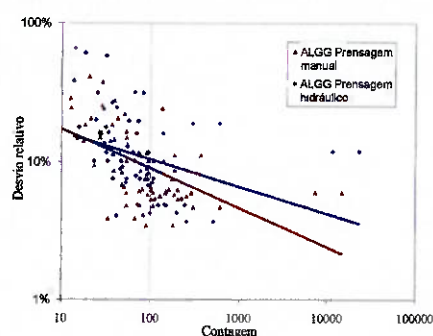


Figura 14 – Desvios encontrados para os diferentes tipos de prensagem em função da intensidade de pico para amostra ALGG

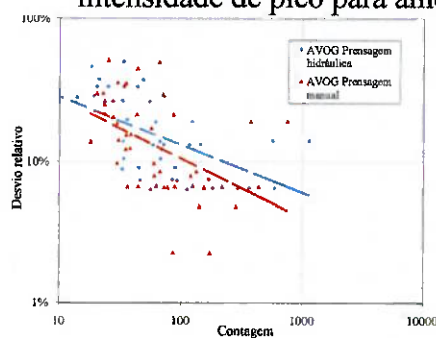


Figura 15 - Desvios encontrados para os diferentes tipos de prensagem em função da intensidade de pico para amostra SAOG

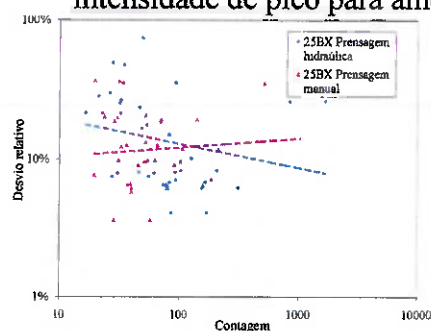


Figura 16 - Desvios encontrados para os diferentes tipos de prensagem em função da intensidade de pico para amostra 25BX

Os resultados dos testes mostram que a prensagem manual gerou um menor desvio na média da intensidade dos picos dos diversos espectros coletados das amostras ALGG e AVOG; para os picos de maiores intensidades o desvio calculado para a prensagem manual mostrou-se até 5% menor quando comparado com a prensagem hidráulica. Para a amostra 25BX observou-se essa tendência para os picos de menores intensidades. A partir do limiar de 100 contagens observou-se a inversão desta tendência, com os picos de maior intensidade da prensagem manual apresentando desvios maiores.

Apesar dos resultados inconclusivos fornecidos pelo teste com a amostra 25BX, por esta representar um subgrupo de baixa representatividade dentro do grupo de amostras estudadas a prensagem manual foi definida como mais apropriada para a continuação dos experimentos.

5.2.2 Testes de tempo de coleta

Para as três amostras utilizadas nesse ensaio se encontram abaixo, nas Figuras 17 a 19, os desvios relativos calculados em função das porcentagens em massa determinadas para as diversas fases minerais. Os resultados obtidos de quantificação de fases, juntamente com difratogramas comparativos, podem ser encontrados na sua totalidade no Apêndice 3.

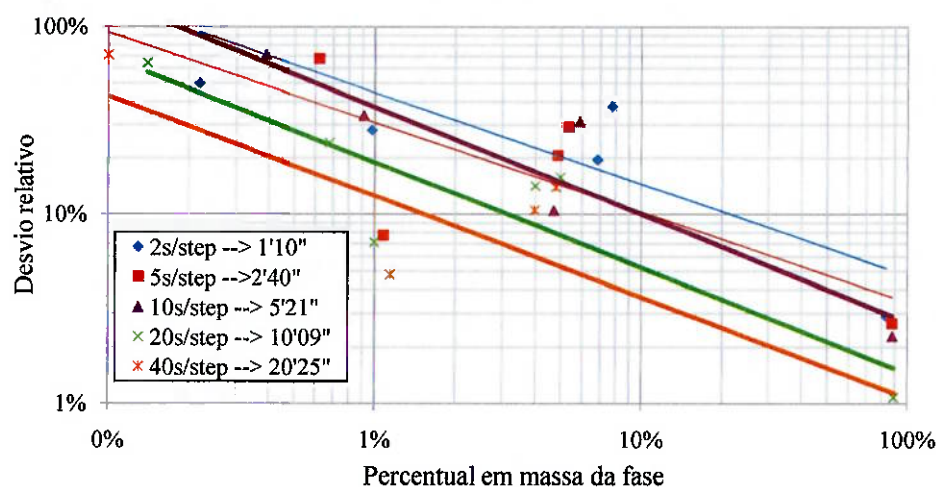


Figura 17 – Desvios relativos das fases quantificadas por Rietveld em função da sua percentagem em massa para diversos tempos de coleta de espectros da amostra ALGG

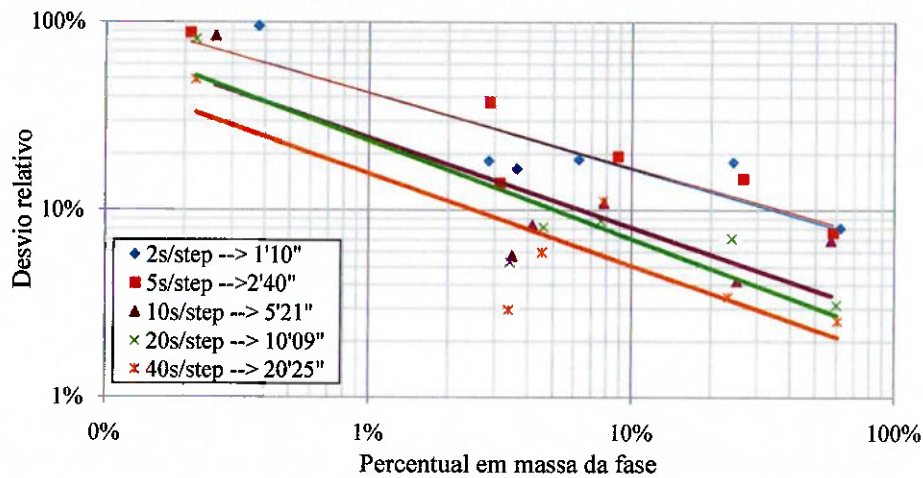


Figura 18 – Desvios relativos das fases quantificadas por Rietveld em função da sua percentagem em massa para diversos tempos de coleta de espectros da amostra AVOG

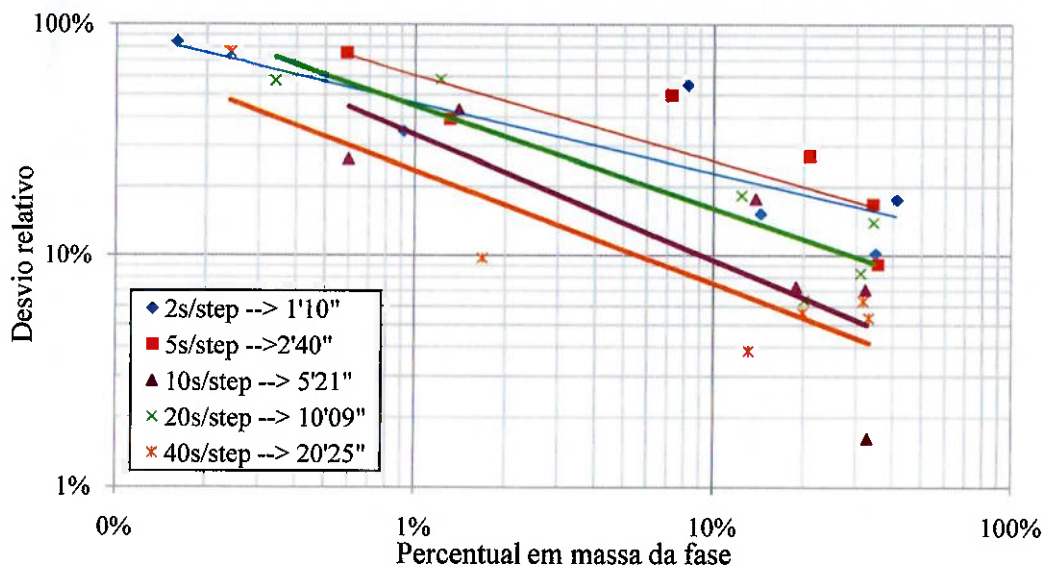


Figura 19 – Desvios relativos das fases quantificadas por Rietveld em função da sua percentagem em massa para diversos tempos de coleta de espectros da amostra 25BX

Verificou-se que o desvio relativo calculado para os valores de quantificação de fase decrescem na medida em que se aumenta o tempo de coleta do espectro. Esta tendência não muito clara para os tempos de 2 s/step e 5 s/step, fica evidente para os tempos maiores de coleta.

Para a realização da quantificação dos minerais de todas as amostras optou-se pelo tempo de coleta de 20 s/step por este apresentar o segundo menor valor de desvio e pelo tempo total de coleta para 40 s/step ser demasiadamente longo (respectivamente 10 minutos e 9 segundos e 20 minutos e 25 segundos para coleta de espectro de difração de raios X).

5.2.3 Análise por agrupamento

A Figura 20 é um difratograma comparativo das três amostras escolhidas como representativas dos subgrupos formados pela análise por agrupamento. O dendograma na Figura 21 mostra o resultado da análise grupal realizada com o auxílio do programa *High Score Plus*. É possível constatar o agrupamento das amostras estudadas em três grupos distintos e a validação da separação feita anteriormente (escolha de amostras quimicamente distintas).

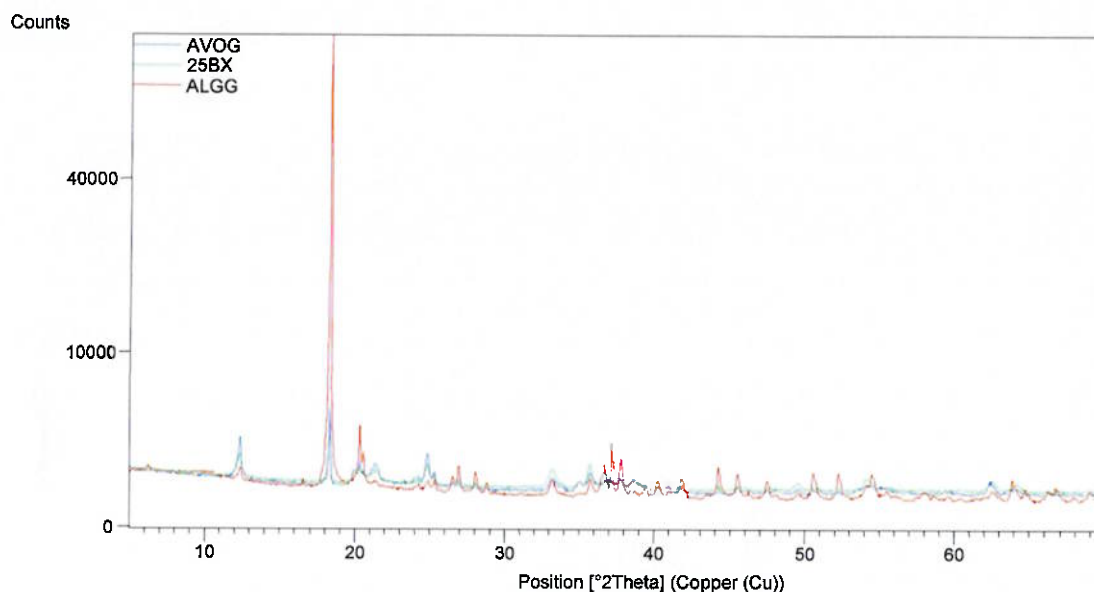


Figura 20 – Amostras representativas dos três subgrupos

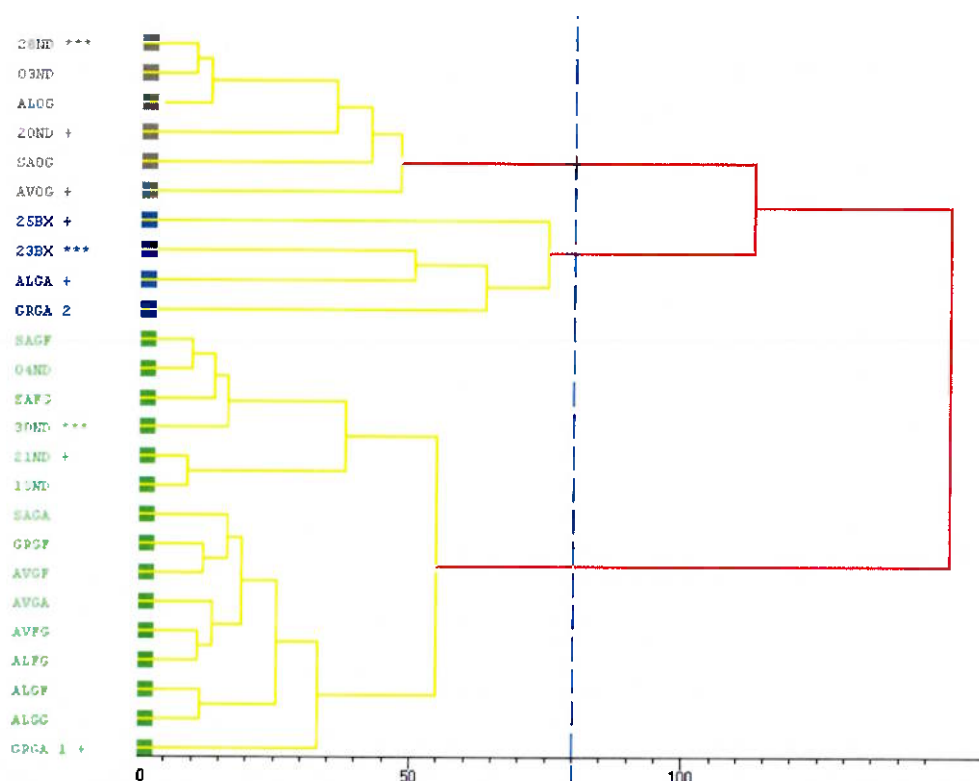


Figura 21 – Dendograma resultante da análise grupal das amostras estudadas

No grupo cinza estão as amostras ALOG, AVOG, SAOG, 03ND, 20ND e 28ND, ricas em argilominerais. No grupo azul estão as amostras ALGA, GRGA 2, 23BX e 25BX, com altos teores de oxi-hidróxidos de ferro. No grupo verde têm-se o restante das amostras, todas com altos teores de alumina aproveitável.

5.2.4 Quantificação mineral pelo método de Rietveld

Abaixo na Tabela 7 se encontram os resultados médios obtidos para a quantificação mineralógica por difração de raios X realizada para o conjunto de amostras estudado. Os desvios relativos foram calculados como a porcentagem do desvio padrão das várias determinações individuais em relação a seu respectivo valor médio. O Apêndice 4 contém todos valores quantitativos obtidos.

Tabela 7 – Valores médios e desvios para a quantificação de fases por DRX Rietveld

Amostra		Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anatásio	Quartzo
ALFG	Média	79,14	12,3	6,0	0,7	1,8
	Desvio relativo	3,3%	20,0%	110,4%	14,3%	22,0%
ALGA	Média	71,50	6,6	21,0	0,7	0,1
	Desvio relativo	3,7%	36,2%	143,8%	37,8%	173,2%
ALGF	Média	88,82	6,2	3,4	1,2	0,3
	Desvio relativo	1,7%	21,2%	187,8%	14,4%	57,3%
ALGG	Média	89,20	5,0	4,7	1,0	0,1
	Desvio relativo	1,1%	15,8%	38,5%	7,1%	63,9%
ALOG	Média	13,07	74,7	7,4	4,9	0,0
	Desvio relativo	25,5%	6,0%	78,0%	5,4%	-
AVFG	Média	76,30	12,7	7,1	0,7	3,2
	Desvio relativo	1,6%	19,9%	70,3%	14,3%	8,3%
AVGA	Média	77,87	13,3	7,3	0,8	0,7
	Desvio relativo	2,5%	20,3%	57,3%	33,1%	7,9%
AVGF	Média	79,67	13,6	5,3	1,0	0,4
	Desvio relativo	3,9%	21,7%	45,2%	33,3%	15,7%
AVOG	Média	24,00	60,1	12,2	3,4	0,2
	Desvio relativo	7,0%	3,1%	16,9%	5,3%	81,3%
GRGA 1	Média	80,27	12,7	6,5	0,5	0,0
	Desvio relativo	4,5%	32,1%	50,9%	54,1%	173,2%
GRGA 2	Média	51,43	9,6	36,9	0,6	1,5
	Desvio relativo	1,8%	10,6%	43,9%	120,2%	32,2%
GRGF	Média	80,13	14,0	4,2	2,0	0,3
	Desvio relativo	3,8%	20,7%	93,0%	3,5%	145,3%
SAFG	Média	72,23	23,1	1,8	1,9	0,8
	Desvio relativo	0,4%	2,8%	54,7%	15,8%	25,0%
SAGA	Média	70,67	20,9	6,4	1,8	0,2
	Desvio relativo	4,5%	15,4%	10,7%	8,6%	50,0%
SAGF	Média	77,70	18,3	2,3	1,5	0,3
	Desvio relativo	2,2%	7,8%	124,4%	11,5%	16,9%
SAOG	Média	28,10	64,6	2,0	5,1	0,1
	Desvio relativo	21,6%	10,2%	115,1%	18,4%	100,0%
03ND	Média	12,60	75,9	7,0	3,4	1,0
	Desvio relativo	26,7%	3,0%	69,2%	36,1%	86,6%
04ND	Média	78,50	17,9	1,7	1,5	0,4
	Desvio relativo	5,9%	23,4%	69,5%	25,8%	51,4%
13ND	Média	70,59	26,5	1,1	1,7	0,1
	Desvio relativo	1,6%	4,4%	22,7%	10,8%	173,2%
20ND	Média	18,24	75,6	2,3	3,1	0,8
	Desvio relativo	66,9%	14,4%	194,0%	14,8%	86,8%
21ND	Média	69,67	27,7	0,7	1,8	0,1
	Desvio relativo	1,7%	4,2%	107,9%	11,1%	86,6%
23BX	Média	49,49	26,5	21,3	2,0	0,7
	Desvio relativo	8,9%	20,6%	34,6%	11,4%	24,7%
25BX	Média	22,40	51,2	24,0	1,9	0,4
	Desvio relativo	16,1%	6,5%	25,4%	14,9%	86,6%
28ND	Média	15,48	74,6	6,1	3,2	0,6
	Desvio relativo	49,8%	10,3%	103,1%	47,3%	100,0%
30ND	Média	77,60	17,6	2,8	1,3	0,8
	Desvio relativo	0,8%	2,3%	25,3%	4,6%	13,2%

A fase que apresentou menores valores de desvio relativo foi a gibbsita, dentro da faixa de 0,4 e 26,7%, com exceção das amostras 28ND e 20ND, com 49,8% e 66,9% de desvio relativo, respectivamente. O segundo maior constituinte da maioria das amostras, o conjunto de argilominerais presentes, apresentou desvios dentro da faixa de 2,3 a 36,2% relativos.

Os oxi-hidróxidos de ferro, juntamente com o quartzo, apresentaram para a maioria das amostras estudadas resultados inconsistentes entre si, alcançando valores de desvios relativos superiores a 100% em muitos casos. O anatásio, apesar de ser um dos menores constituintes de todas as amostras, apresentou resultados mais compatíveis entre si; os desvios relativos variaram para a maioria das amostras entre 3,4 e 37,8%.

5.3 Correlação de resultados mineralógicos quantitativos

A Figura 22 abaixo mostra a correlação encontrada para as duas técnicas analisadas para teores de gibbsita e caulinita, juntamente com os desvios relativos obtidos.

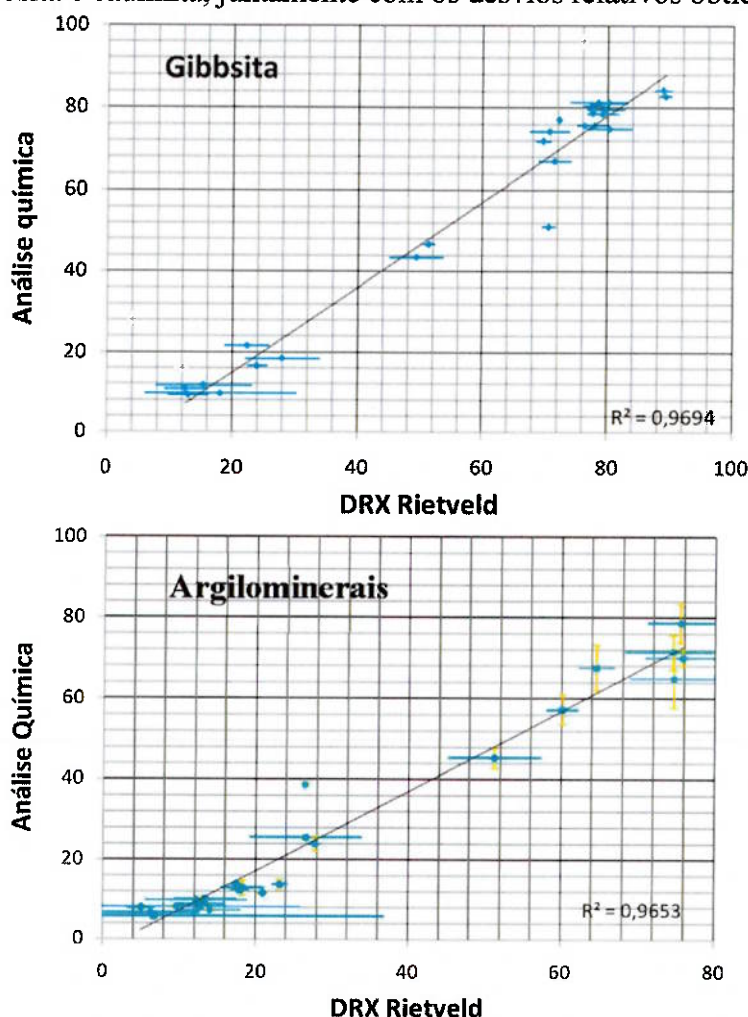


Figura 22 – Comparação de composição fornecida pelas técnicas estudadas – Gibbssita e Argilominerais

Observa-se que, tanto para gibbssita e para a caulinita, os resultados quantitativos fornecidos pelas duas técnicas apresentam altos valores de correlação linear (R^2), superiores a

0,96. Mas a técnica de DRX Rietveld tendeu a sobreestimar a composição dos dois minerais. Também se observa que para vários teores determinados o desvio referente à DRX Rietveld é maior que o da análise química, com exceção de alguns valores quantificados para argilominerais, que chegam a ter desvios tão grandes quantos os da DRX Rietveld.

A Figura 23 apresenta os resultados encontrados para os demais minerais quantificados.

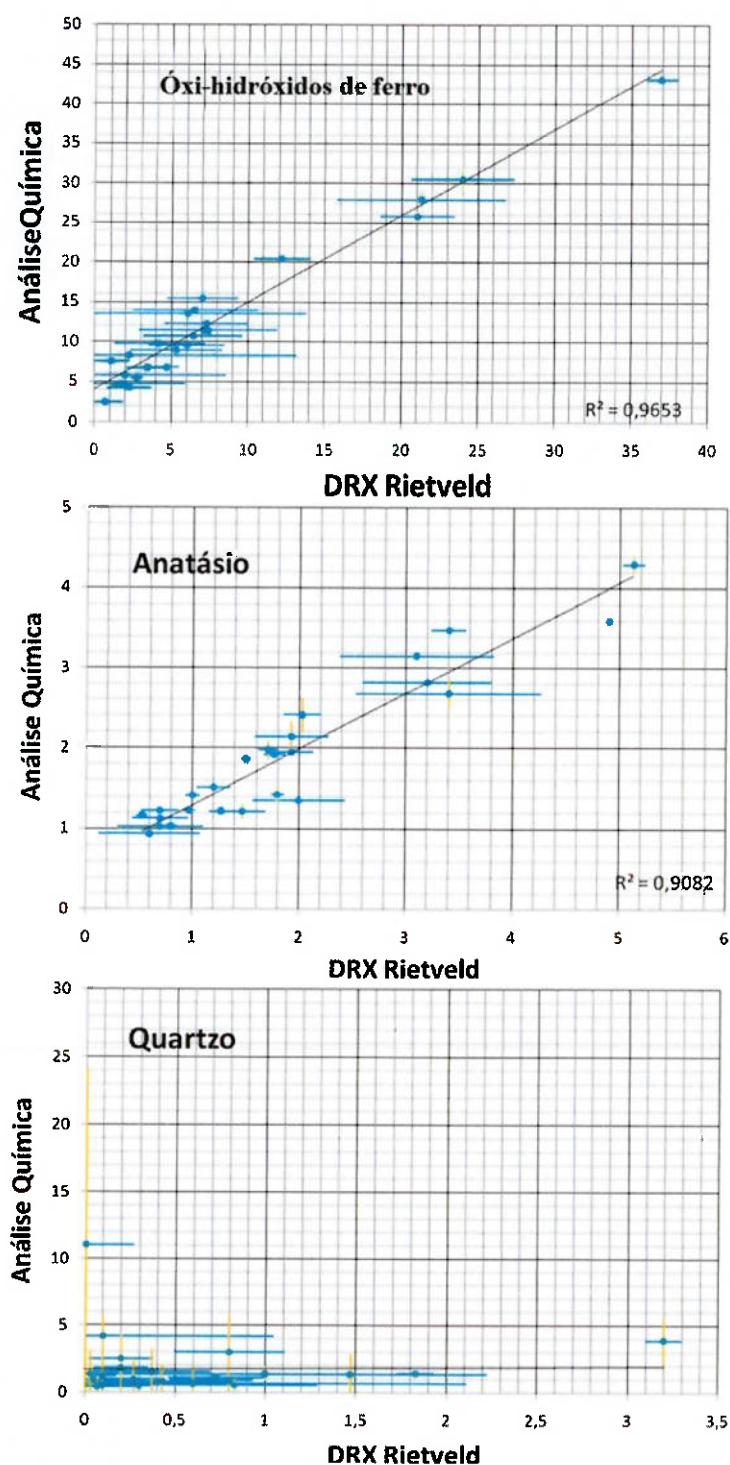


Figura 23 – Comparação de composição fornecida pelas técnicas estudadas – óxi-hidróxidos de ferro, anatásio e quartzo

Similarmente aos resultados mostrados anteriormente, os resultados quantitativos de óxi-hidróxidos de ferro e de anatásio apresentam alta correlação linear, com valor de R^2 superior a 0,90. Mas para estes minerais a técnica de difratometria tendeu a subestimar seus teores. Em relação aos desvios calculados para as determinações, os erros calculados para as quantificações por DRX Rietveld para óxi-hidróxidos de ferro foram maiores que os da análise química. Os desvios calculados para as quantificações de anatásio por DRX Rietveld foram em sua maioria superiores aos desvios da análise química.

Já para o mineral quartzo não foi encontrada correlação linear entre os valores quantificados pelas duas técnicas; destaca-se ainda que os desvios individuais para as duas metodologias de quantificação foram bastante elevados.

6 CONCLUSÕES

No total foram estudadas 25 amostras, sendo 16 produtos de diferentes processos da usina de beneficiamento, enquanto as outras 9 são provenientes da pesquisa mineral. A separação desta amostras em três grupos inicialmente pela composição química foi mais tarde confirmada pela análise grupal dos difratogramas.

A correlação obtida entre os resultados quantitativos das duas técnicas mostrou-se muito boa para os minerais presentes em maior quantidade na maioria das amostras: gibbsita, óxi-hidróxidos de ferro e argilominerais, com valores de R^2 superiores a 0,96.

Os resultados quantitativos por Rietveld para quartzo ficaram muito aquém do esperado. Este mineral praticamente não foi passível de ser quantificado por difratometria, apresentando para a maioria das amostras conteúdos inferiores a 1%. Esta situação se refletiu na correlação nula dos resultados das duas técnicas.

A princípio os resultados para quartzo poderiam ser explicados por uma limitação do método de Rietveld para minerais com teores muito baixos (limite de detecção). No entanto, os resultados encontrados para anatásio, se não desmentem essa hipótese, ao menos põem dúvida sobre ela. Apesar de este mineral ser um dos menores constituintes das amostras, com teores entre 0,9 e 3,8%, obteve-se um valor de R^2 satisfatório, igual a 0,908.

Os resultados para o quartzo podem ser causados pela sobreposição dos picos do quartzo pelos picos da caulinita, o que interfere a tal ponto na quantificação daquele mineral pelo método de Rietveld que a torna inviável na maioria dos casos.

Além disso, seria necessário atentar para a cristalinidade não só do quartzo como dos óxi-hidróxidos de ferro e do anatásio. Se parte destes minerais estivessem em estado amorfo ou com tamanho de cristalitos muito pequenos, estes seriam subestimados pela técnica e, conseqüentemente, propiciariam o aumento das proporções dos outros constituintes.

Outro método utilizado para comparar o desempenho das duas técnicas, os desvios relativos calculados para os resultados quantitativos fornecidos pela difratometria de raios X, foram para a maioria das amostras muito maiores que os desvios calculados pela estimativa mineralógica a partir de análises químicas.

De modo que, apesar da boa correlação encontrada para os resultados dos principais constituintes das amostras de bauxita, não apenas são necessários estudos mais aprofundados para elucidar as questões levantadas pelos limites da técnica, como são necessários estudos que uniformizem a preparação, coleta e interpretação dos dados de forma a aumentar a sua precisão e viabilizar uma eventual substituição de análises químicas convencionais por difratometria de raios X ou a conjugação destas duas técnicas.

7 REFERÊNCIAS

- ANTONIASSI, J.L. **A difração de raios X com o método de Rietveld aplicada a bauxitas de Porto Trombetas, PA.** 2010. 108 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.
- BIONDI, J. C. Processos metalogenéticos e os depósitos minerais brasileiros. São Paulo: Oficina de Textos, 2003.
- BISH, D.L.; POST, J.E. (Ed.). **Modern powder diffraction.** Washington: Mineralogy Society of America, 1989. 369 p. (Reviews in Mineralogy, v. 20).
- BOULANGÉ, B. & CARVALHO, A. **The Bauxite of Porto Trombetas.** In: CARVALHO, A et al. (Editores) **Brazilian Bauxites.** São Paulo-Paris: USP/FAPESP/ORSTOM, 1997. p. 55-73.
- CHAVES, A. P. & MASSOLA, C. P.. **The practice of bauxite ores processing,** XXII Encontro nacional de tratamento de minérios e metalurgia extrativa – Volume I. Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil. P.187-192. 2007
- DNPM, **Sumário mineral 2008 – Alumínio.** Disponível em <http://www.dnpm.gov.br/assets/galeriaDocumento/SumarioMineral2008/aluminio.pdf>. Acessado em 17/09/2010.
- FRAGNITO, H. et al. Nota experimental 03 Difração de fendas. 2010. Disponível em <<http://www.ifi.unicamp.br/~accosta/roteiros/3/nota%2003.html>>. Acessado em 17/09/2010.
- GOBBO, L.A. **Aplicação da difração de raios-X e método de Rietveld no estudo de cimento Portland.** 2009. 251 p. Tese (Doutorado) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.
- HILL, Vincent G. & SEHNKE, Errol D. Bauxite. In: _____. **Industrial Minerals and Rocks: Commodities, markets, and uses.** 7th ed. Littleton, Colorado, USA: Society for Mining, Metalurgy and Exploration, Inc. (SME). 2006 p. 219 – 261.
- JENKINS, R. Instrumentation. In: BISH, D.L.; POST, J.E. (Ed.). **Modern powder diffraction.** Washington: Mineralogy Society of America, 1989. p. 19-43. (Reviews in Mineralogy, v. 20).

-
- JONES, M.P. **Applied mineralogy: a quantitative approach**. London: Graham & Trotman, 1987. 259 p.
- MASSOLA, Camila Peres. **Flotação reversa da bauxita de Mirai**, MG. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 85 p. 2008.
- MCCUSKER, L.B. et al. **Rietveld refinement guidelines**. Journal of Applied Crystallography, Copenhagen, v. 32, p. 36-50, 1999.
- MRN, Mineração Rio do Norte – Obtido em <<http://www.mrn.com.br>>. Acessado em 17/09/2010
- TROMBETAS. Hidrografia do Complexo da Região Hidrográfica do Amazonas, a maior bacia hidrográfica do mundo. 2010. Disponível em: <http://pt.wikipedia.org/wiki/Rio_trombetas> Acessado em: 17/09/2010.
- YOUNG, R.A. **The Rietveld method**. Oxford: Oxford University Press, 2002. (International Union of Crystallography Monographs on Crystallography, 5).

ANEXOS E APÊNDICES

ANEXO 1

Resultados de análise químicas fornecidos pela MRN

Amostra	Data de envio	Al ₂ O ₃ ap	SiO ₂ re	Al ₂ O ₃ total	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ total	TiO ₂	PPC
03ND	12/4/2010	6,58	31,41	35,59	14,28	32,43	2,32	15,38
	12/4/2010	6,52	31,25	35,59	14,32	32,45	2,32	15,32
	31/5/2010	6,42	30,76	35,08	14,80	32,34	2,51	15,27
	31/5/2010	6,30	30,82	36,02	14,86	31,38	2,52	15,22
	26/8/2009	6,46	29,26	33,94	13,76	31,20	2,77	18,32
04ND	12/4/2010	51,83	5,76	57,90	5,10	5,91	1,13	29,96
	12/4/2010	51,87	5,78	57,94	4,98	6,01	1,12	29,95
	31/5/2010	52,96	5,38	58,03	4,46	5,75	1,24	30,52
	31/5/2010	52,86	5,39	58,16	4,40	5,69	1,25	30,50
	26/8/2009	51,59	5,91	56,34	4,06	8,81	1,36	29,43
13ND	12/4/2010	49,06	9,10	57,78	2,40	9,14	1,53	29,15
	12/4/2010	49,06	9,04	57,71	2,40	9,25	1,50	29,14
	31/5/2010	6,32	29,78	35,05	14,88	32,33	2,52	15,22
	31/5/2010	6,48	30,78	35,31	14,82	32,18	2,48	15,21
	26/8/2009	48,51	8,64	56,81	1,80	9,19	1,70	30,49
20ND	12/4/2010	5,82	35,44	38,21	7,90	35,51	2,82	15,56
	12/4/2010	5,83	35,32	38,23	7,80	35,47	2,85	15,65
	31/5/2010	5,60	34,16	38,24	7,78	35,35	2,96	15,67
	31/5/2010	5,52	35,02	37,77	7,88	35,73	2,93	15,69
	26/8/2009	5,57	29,97	31,85	6,82	30,37	2,84	28,12
21ND	12/4/2010	46,36	10,83	56,15	2,90	11,07	1,31	28,57
	12/4/2010	46,36	10,86	56,22	2,88	11,07	1,31	28,52
	31/5/2010	45,36	11,87	56,10	2,44	11,96	1,48	28,02
	31/5/2010	45,24	11,85	56,28	2,38	11,89	1,49	28,00
	26/8/2009	46,03	9,93	56,18	1,94	11,43	1,49	28,95
23BX	12/4/2010	27,46	11,14	38,69	27,50	11,93	2,06	19,82
	12/4/2010	27,46	11,15	38,78	27,50	11,89	2,07	19,76
	31/5/2010	26,59	11,64	38,66	26,38	12,66	2,40	19,90
	31/5/2010	26,61	11,68	38,86	26,46	12,70	2,39	19,59
	26/8/2009	26,61	11,38	40,62	25,62	12,31	2,54	18,91
25BX	12/4/2010	13,29	20,48	32,34	29,42	21,06	1,74	15,44
	12/4/2010	13,29	20,32	32,34	29,46	21,10	1,74	15,36
	31/5/2010	13,16	20,42	33,00	28,52	21,17	2,07	15,24
	31/5/2010	13,08	20,33	32,62	28,48	21,15	2,08	15,67
	26/8/2009	12,59	17,87	28,43	26,85	18,57	2,14	24,01
28ND	12/4/2010	7,26	32,21	37,03	12,52	32,14	2,59	15,72
	12/4/2010	7,22	32,37	36,94	12,62	32,13	2,61	15,70
	31/5/2010	6,70	32,27	36,14	13,06	32,59	2,60	15,61
	31/5/2010	6,70	29,62	36,48	13,00	32,32	2,63	15,57
	26/8/2009	7,02	27,86	31,26	11,28	27,99	2,70	26,77
30ND	12/4/2010	50,41	6,38	56,88	5,62	6,82	1,22	29,46
	12/4/2010	50,41	6,38	56,87	5,64	6,83	1,23	29,43
	31/5/2010	50,19	6,56	57,02	5,36	6,97	1,20	29,45
	31/5/2010	50,23	6,47	57,00	5,36	6,94	1,19	29,51
	26/8/2009	50,27	5,97	55,37	5,07	8,76	1,25	29,55

ANEXO 1

Resultados de análise químicas fornecidos pela MRN (continuação)

Amostra	Data de envio	Al ₂ O ₃ ap	SiO ₂ re	Al ₂ O ₃ total	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ total	TiO ₂	PPC
ALFG	3/12/2007	50,34	4,42	54,33	9,05	5,77	1,02	29,12
	3/12/2007			54,46	9,04	5,72	1,02	
	3/12/2007	50,13	4,56	54,42	8,94	5,72	1,01	28,99
	3/12/2007			54,34	8,97	5,70	1,00	
	4/2/2008	48,35	4,30	52,91	9,87	5,52	1,04	30,66
	4/2/2008			52,85	9,69	5,56	1,03	30,87
	4/2/2008	50,17	4,21	55,23	9,16	5,79	1,04	28,77
	4/2/2008			54,87	9,16	5,79	1,04	29,14
	3/12/2008	50,24	4,86	55,76	9,60	5,74	1,03	27,87
	3/12/2008			55,86	9,62	5,77	1,04	27,72
	3/12/2008	49,83	4,05	54,80	9,39	5,67	1,02	29,13
	3/12/2008			54,48	9,24	5,66	1,00	29,62
	3/12/2008	49,02	4,23	54,72	9,19	5,98	1,06	29,05
	3/12/2008			55,09	9,23	5,97	1,07	28,64
	3/12/2008	49,56	4,34	54,75	9,26	6,06	1,06	28,87
	3/12/2008			54,92	9,26	6,08	1,06	28,69
AVOG	3/12/2007	9,77	26,60	33,16	18,22	28,35	3,20	16,18
	3/12/2007			33,36	18,29	28,35	3,19	
	3/12/2007	9,11	26,75	33,43	18,24	28,49	3,14	16,04
	3/12/2007			33,39	18,23	28,49	3,15	
	4/2/2008	9,66	26,00	34,05	18,78	26,06	3,23	17,88
	4/2/2008			34,06	18,65	26,16	3,21	17,92
	4/2/2008	10,78	25,01	39,66	5,28	32,62	3,82	18,61
	4/2/2008			39,40	5,27	32,53	3,81	18,98
	3/12/2008	8,94	22,88	34,37	18,31	26,14	3,13	18,06
	3/12/2008			34,49	18,22	26,14	3,14	18,00
	3/12/2008	9,67	23,72	34,12	18,19	25,58	3,12	18,99
	3/12/2008			34,27	18,04	25,85	3,12	18,72
	3/12/2008	9,47	22,31	33,51	17,89	25,59	3,07	19,93
	3/12/2008			33,84	18,03	25,78	3,09	19,26
	3/12/2008	9,71	22,35	33,91	17,90	25,63	3,09	19,47
	3/12/2008			33,81	17,89	25,55	3,07	19,68
SAOG	3/12/2007	11,08	32,49	38,12	5,03	35,10	3,79	17,78
	3/12/2007			37,78	4,89	35,10	3,71	
	3/12/2007	10,56	32,57	39,09	5,08	35,56	3,83	17,63
	3/12/2007			38,92	5,08	35,56	3,82	
	4/2/2008	9,60	25,30	33,05	18,05	25,45	3,11	20,34
	4/2/2008			33,78	18,42	25,91	3,18	18,72
	4/2/2008	10,60	23,47	46,23	4,93	25,53	4,03	19,27
	4/2/2008			46,20	4,92	25,43	4,03	19,42
	3/12/2008	10,49	28,22	40,18	5,15	32,29	3,82	18,56
	3/12/2008			39,94	5,11	32,09	3,79	19,06
	3/12/2008	10,56	26,51	37,44	4,96	30,31	3,65	23,65
	3/12/2008			37,52	4,96	30,41	3,66	23,45
	3/12/2008	10,13	28,90	38,95	5,08	31,49	3,74	20,74
	3/12/2008	50,34	4,42	54,33	9,05	5,77	1,02	29,12
	3/12/2008			54,46	9,04	5,72	1,02	
	3/12/2008	50,13	4,56	54,42	8,94	5,72	1,01	28,99

ANEXO 1

Resultados de análise químicas fornecidos pela MRN (continuação)

Amostra	Data de envio	Al ₂ O ₃ ap	SiO ₂ re	Al ₂ O ₃ total	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ total	TiO ₂	PPC
GRGF	3/12/2007	51,97	3,28	55,23	9,01	3,71	1,33	29,69
	3/12/2007			55,55	9,11	3,76	1,33	
	3/12/2007	51,56	3,35	55,69	9,11	3,67	1,34	29,45
	3/12/2007			55,71	9,07	3,67	1,34	
	4/2/2008	51,09	3,29	56,43	9,39	3,75	1,37	29,07
	4/2/2008			56,54	9,37	3,74	1,37	28,97
	4/2/2008	50,33	2,98	55,68	9,43	3,69	1,37	29,83
	4/2/2008			54,79	9,20	3,64	1,34	31,04
	3/12/2008	50,44	3,27	56,14	9,54	3,75	1,33	29,24
	3/12/2008			56,42	9,69	3,78	1,34	28,77
	3/12/2008	49,62	3,13	54,20	9,34	3,59	1,28	31,60
	3/12/2008			54,90	9,54	3,68	1,32	30,56
	3/12/2008	51,10	3,24	56,06	9,65	3,72	1,32	29,24
	3/12/2008			56,01	9,64	3,71	1,34	29,30
	3/12/2008	50,34	3,14	56,21	9,81	3,78	1,35	28,85
	3/12/2008			58,77	9,88	3,89	1,37	26,08
SAGF	3/12/2007	51,99	6,02	56,87	3,83	6,23	1,74	30,11
	3/12/2007			56,46	3,79	6,16	1,72	
	3/12/2007	51,56	6,08	57,16	3,86	6,20	1,74	30,05
	3/12/2007			57,00	3,88	6,15	1,73	
	4/2/2008	50,82	4,56	58,08	4,15	6,61	1,81	29,36
	4/2/2008			57,16	4,09	6,53	1,79	30,42
	4/2/2008	48,32	3,78	53,42	11,83	5,46	0,96	28,33
	4/2/2008			53,18	11,83	5,44	1,03	28,51
	3/12/2008	51,20	5,47	58,22	4,27	6,18	1,76	29,57
	3/12/2008			58,31	4,26	6,17	1,76	29,50
	3/12/2008	50,53	5,43	55,93	4,19	6,09	1,70	32,09
	3/12/2008			54,65	4,11	5,93	1,67	33,65
	3/12/2008	50,79	5,72	58,83	4,36	6,37	1,79	28,66
	3/12/2008			58,94	4,34	6,35	1,77	28,60
	3/12/2008	49,19	7,50	56,67	4,38	7,68	1,89	29,38
	3/12/2008			57,05	4,40	7,73	1,90	28,92
ALGA	3/12/2007	43,39	2,62	45,38	24,96	2,88	1,23	24,77
	3/12/2007			45,27	24,94	2,89	1,22	
	3/12/2007	42,94	2,61	44,96	24,52	3,04	1,19	24,67
	3/12/2007			44,75	24,48	2,97	1,18	
	4/2/2008	41,78	3,23	45,66	25,23	3,38	1,26	24,46
	4/2/2008			44,45	24,62	3,39	1,24	26,30
	4/2/2008	42,78	2,69	45,78	25,10	2,99	1,22	24,92
	4/2/2008			44,29	24,15	2,88	1,17	27,54
	3/12/2008	42,75	2,57	45,78	25,68	3,00	1,18	24,36
	3/12/2008			45,42	25,65	3,05	1,18	24,70
	3/12/2008	42,70	2,28	46,00	25,83	3,04	1,20	23,94
	3/12/2008			46,01	25,89	3,06	1,20	23,85
	3/12/2008	42,56	2,32	45,15	25,97	2,96	1,17	24,75
	3/12/2008			45,57	25,63	3,01	1,17	24,62
	3/12/2008	42,70	2,85	45,59	25,75	3,01	1,19	24,46
	3/12/2008			46,54	26,19	3,01	1,20	23,07

ANEXO 1

Resultados de análise químicas fornecidos pela MRN (continuação)

Amostra	Data de envio	Al ₂ O ₃ ap	SiO ₂ re	Al ₂ O ₃ total	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ total	TiO ₂	PPC
AVGA	3/12/2007	48,35	4,79	52,66	11,53	5,44	0,93	28,15
	3/12/2007			52,70	11,53	5,46	0,93	
	3/12/2007	48,37	4,72	52,74	11,65	5,56	0,94	28,13
	3/12/2007			52,76	11,62	5,55	0,94	
	4/2/2008	51,29	5,07	56,76	4,11	6,20	1,74	31,19
	4/2/2008			57,00	4,12	6,23	1,75	30,90
	4/2/2008	47,73	4,26	53,65	11,77	5,50	0,96	28,11
	4/2/2008			53,71	11,75	5,50	0,96	28,08
	3/12/2008	48,09	4,67	53,53	11,97	5,54	0,96	28,00
	3/12/2008			53,19	11,92	5,49	0,95	28,46
	3/12/2008	46,91	4,59	55,07	12,23	6,01	1,01	25,69
	3/12/2008			54,59	12,46	5,96	1,01	25,99
	3/12/2008	46,47	4,56	52,64	12,14	5,95	1,00	28,27
	3/12/2008			53,01	12,10	5,97	1,00	27,93
	3/12/2008	47,47	4,71	54,59	12,26	5,60	0,96	26,60
	3/12/2008			53,90	11,97	5,57	0,94	27,62
ALGG	3/12/2007	53,59	3,86	56,95	6,49	4,17	1,42	30,30
	3/12/2007			57,28	6,48	4,14	1,43	
	4/2/2008	53,13	3,52	57,45	6,72	4,07	1,41	30,35
	4/2/2008			57,69	6,75	4,12	1,42	30,02
	3/12/2008	53,32	3,46	57,46	6,74	4,08	1,40	30,32
	3/12/2008			57,22	6,68	4,06	1,38	30,66
ALOG	3/12/2007	5,44	33,72	34,56	10,83	36,56	3,46	15,30
	3/12/2007			34,22	10,77	36,56	3,43	
	4/2/2008	5,89	25,99	35,24	11,18	33,59	3,52	16,46
	4/2/2008			35,01	11,10	33,44	3,50	16,95
	3/12/2008	5,44	28,07	34,60	10,58	32,28	3,37	19,17
	3/12/2008			34,35	10,49	32,09	3,36	19,71
AVFG	3/12/2007	48,18	3,95	52,29	11,16	6,63	1,04	28,19
	3/12/2007			52,17	11,25	6,65	1,06	
	4/2/2008	48,18	3,48	52,58	11,21	6,75	1,07	28,40
	4/2/2008			52,81	11,29	6,77	1,07	28,05
	3/12/2008	47,52	3,56	51,94	11,31	6,63	1,04	29,07
	3/12/2008			51,85	11,22	6,66	1,04	29,23
SAFG	3/12/2007	49,69	6,96	56,16	4,03	7,77	1,89	29,26
	3/12/2007			56,61	4,07	7,72	1,91	
	4/2/2008	49,06	5,42	57,01	4,52	7,83	1,91	28,72
	4/2/2008			56,86	4,50	7,81	1,90	28,93
	3/12/2008	48,25	6,30	55,51	4,61	7,97	1,86	30,05
	3/12/2008			55,89	4,57	8,00	1,88	29,66
ALGF	3/12/2007	55,19	3,05	58,33	6,02	3,42	1,48	30,63
	3/12/2007			58,16	5,97	3,42	1,47	
	4/2/2008	53,50	3,01	58,09	7,35	3,46	1,49	29,61
	4/2/2008			57,98	7,33	3,47	1,48	29,75
	3/12/2008	54,56	3,07	59,21	6,56	3,46	1,47	29,29
	3/12/2008			58,43	6,45	3,41	1,46	30,25

ANEXO 1

Resultados de análise químicas fornecidos pela MRN (continuação)

Amostra	Data de envio	Al ₂ O ₃ ap	SiO ₂ re	Al ₂ O ₃ total	Fe ₂ O ₃	SiO ₂ total	TiO ₂	PPC
AVGF	3/12/2007	51,68	4,13	55,43	8,54	4,72	1,19	29,46
	3/12/2007			55,43	8,54	4,74	1,18	
	4/2/2008	50,49	3,86	56,22	8,83	4,66	1,20	29,09
	4/2/2008			55,01	8,59	4,55	1,18	30,68
	3/12/2008	50,46	4,01	56,29	8,99	4,67	1,22	28,84
	3/12/2008			56,09	8,97	4,65	1,21	29,09
SAGA	3/12/2007	46,62	5,21	53,85	9,95	5,43	1,85	27,68
	3/12/2007			53,86	9,95	5,41	1,85	
	4/2/2008	44,81	4,86	53,20	10,13	5,79	1,85	29,03
	4/2/2008			53,26	10,14	5,84	1,85	28,90
	3/12/2008	44,89	5,12	53,77	10,25	5,74	1,83	28,40
	3/12/2008			53,84	10,17	5,78	1,84	28,38
GRGA 1	3/12/2007	46,23	4,02	53,74	12,80	4,31	1,06	27,23
	3/12/2007			53,34	12,70	4,29	1,05	
	4/2/2008	45,30	3,66	53,20	13,05	4,62	1,10	28,04
	4/2/2008			53,86	13,14	4,60	1,11	27,30
	3/12/2008	45,96	3,71	54,81	13,48	4,33	1,06	26,32
	3/12/2008			54,60	13,67	4,37	1,06	26,29
GRGA 2	3/12/2007	29,27	3,72	32,85	41,11	4,10	0,94	19,06
	3/12/2007			32,35	40,38	4,03	0,92	
	4/2/2008	29,26	3,61	32,95	41,20	4,08	0,93	20,83
	4/2/2008			32,89	41,30	4,07	0,93	20,81
	3/12/2008	28,94	3,56	33,47	42,15	4,29	0,89	19,19
	3/12/2008			33,52	41,66	4,27	0,90	19,64

APÊNDICE 1

Estimativa de composição mineralógica a partir da análise química da MRN

Amostra	Alíquota	Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anastásio	Quartzo
ALFG	1	77,45	9,40	9,05	1,02	1,35
	2			9,04	1,02	
	3	77,12	9,70	8,94	1,01	1,16
	4			8,97	1,00	
	5	77,29	10,34	9,60	1,03	0,88
	6	77,14	10,38	9,62	1,04	0,89
	7	76,66	8,62	9,39	1,02	1,62
	8	76,51	9,32	9,24	1,00	1,28
	9	74,38	9,15	9,87	1,04	1,22
	10			9,69	1,03	
	11	77,18	8,96	9,16	1,04	1,58
	12			9,16	1,04	
	13	76,25	9,23	9,26	1,06	1,72
	14	75,32	9,66	9,26	1,06	1,54
	15	75,42	9,00	9,19	1,06	1,75
	16	75,49	9,28	9,23	1,07	1,61
AVOG	1	15,03	56,60	18,22	3,20	1,75
	2			18,29	3,19	
	3	14,02	56,91	18,24	3,14	1,74
	4			18,23	3,15	
	5	13,75	48,68	18,31	3,13	3,26
	6	14,42	48,49	18,22	3,14	3,35
	7	14,88	50,47	18,19	3,12	1,86
	8	14,82	51,66	18,04	3,12	1,57
	9	14,86	55,32	18,78	3,23	0,06
	10			18,65	3,21	
	11	14,77	53,83	18,05	3,11	0,15
	12			18,42	3,18	
	13	14,94	47,55	17,90	3,09	3,28
	14	14,98	47,38	17,89	3,07	3,28
	15	14,57	47,47	17,89	3,07	3,28
	16	15,08	47,83	18,03	3,09	3,30
SAOG	1	17,05	69,13	5,03	3,79	2,61
	2			4,89	3,71	
	3	16,25	69,30	5,08	3,83	2,99
	4			5,08	3,82	
	5	16,14	60,04	5,15	3,82	4,07
	6	15,58	59,66	5,11	3,79	4,05
	7	16,25	56,40	4,96	3,65	3,80
	8	15,95	56,57	4,96	3,66	3,82
	9	16,58	53,21	5,28	3,82	7,61
	10			5,27	3,81	
	11	16,31	49,94	4,93	4,03	2,06
	12			4,92	4,03	
	13	16,22	58,98	5,13	3,76	4,00
	14	16,37	59,79	5,12	3,79	4,06
	15	15,58	61,49	5,08	3,74	2,59
	16	15,65	61,77	5,04	3,72	2,50

APÊNDICE 1

Estimativa de composição mineralógica a partir da análise química da MRN

Amostra	Alíquota	Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anastásio	Quartzo
GRGF	1	79,95	6,98	9,01	1,33	0,43
	2			9,11	1,33	
	3	79,32	7,13	9,11	1,34	0,32
	4			9,07	1,34	
	5	77,6	6,96	9,54	1,33	0,48
	6	78,4	7,02	9,69	1,34	0,48
	7	76,34	6,66	9,34	1,28	0,46
	8	77,66	6,83	9,54	1,32	0,47
	9	78,6	7,00	9,39	1,37	0,46
	10			9,37	1,37	
	11	77,43	6,34	9,43	1,37	0,71
	12			9,2	1,34	
	13	77,45	6,68	9,81	1,35	0,64
	14	77,0	7,00	9,88	1,37	0,6
	15	78,62	6,89	9,65	1,32	0,48
	16	78,68	6,89	9,64	1,34	0,47
SAGF	1	79,98	12,81	3,83	1,74	0,21
	2			3,79	1,72	
	3	79,32	12,94	3,86	1,74	0,12
	4			3,88	1,73	
	5	78,77	11,64	4,27	1,76	0,71
	6	78,52	11,6	4,26	1,76	0,72
	7	77,74	11,55	4,19	1,7	0,66
	8	77,68	12,00	4,11	1,67	0,29
	9	78,18	9,70	4,15	1,81	2,05
	10			4,09	1,79	
	11	78,91	10,79	4,11	1,74	1,13
	12			4,12	1,75	
	13	78,14	12,17	4,36	1,79	0,65
	14	78,32	12,40	4,34	1,77	0,52
	15	75,68	15,96	4,38	1,89	0,18
	16	75,49	16,34	4,40	1,9	0,05
ALGA	1	66,54	5,57	24,96	1,23	0,26
	2			24,94	1,22	
	3	66,06	5,55	24,52	1,19	0,43
	4			24,48	1,18	
	5	65,77	5,47	25,68	1,18	0,43
	6	65,75	5,57	25,65	1,18	0,43
	7	65,69	4,85	25,83	1,2	0,76
	8	65,72	4,92	25,89	1,2	3,06
	9	65,89	5,43	25,23	1,26	3,38
	10			24,62	1,24	
	11	65,82	5,72	25,10	1,22	0,30
	12			24,15	1,17	
	13	65,48	4,94	25,97	1,17	0,64
	14	65,83	5,23	25,63	1,17	0,55
	15	65,69	6,06	25,75	1,19	0,16
	16	66,02	5,49	26,19	1,20	0,43

APÊNDICE 1

Estimativa de composição mineralógica a partir da análise química da MRN (continuação)

Amostra	Alíquota	Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anastásio	Quartzo
AVGA	1	74,38	10,19	11,53	0,93	0,65
	2			11,53	0,93	
	3	74,42	10,04	11,65	0,94	0,84
	4			11,62	0,94	
	5	73,98	9,94	11,97	0,96	0,87
	6	73,89	9,83	11,92	0,95	0,87
	7	72,17	9,77	12,23	1,01	1,42
	8	72,88	10,04	12,46	1,01	1,24
	9	74,34	8,04	11,83	0,96	1,68
	10			11,83	1,03	
	11	73,43	9,06	11,77	0,96	1,24
	12			11,75	0,96	
	13	71,49	9,70	12,14	1,00	1,39
	14	71,37	9,87	12,10	1,00	1,33
	15	73,03	10,02	12,26	0,96	0,89
	16	73,63	9,96	11,97	0,94	0,89
ALGG	1	82,45	8,21	6,49	1,42	0,31
	2	82,03	7,36	6,74	1,40	0,62
	3	81,32	7,94	6,68	1,38	0,33
	4	81,74	7,49	6,72	1,41	0,55
	5			6,75	1,42	4,12
ALOG	1	8,37	71,74	10,83	3,46	2,84
	2	8,37	59,72	10,58	3,37	4,21
	3	8,52	59,38	10,49	3,36	4,18
	4	9,06	55,30	11,18	3,52	7,60
	5			11,10	3,50	33,44
AVFG	1	74,12	8,40	11,16	1,04	2,68
	2	73,11	7,57	11,31	1,04	3,07
	3	73,74	7,72	11,22	1,04	3,03
	4	74,12	7,40	11,21	1,07	3,27
	5			11,29	1,07	6,77
SAFG	1	76,45	14,81	4,03	1,89	0,81
	2	74,23	13,40	4,61	1,86	1,67
	3	74,74	13,57	4,57	1,88	1,62
	4	75,48	11,53	4,52	1,91	2,41
	5			4,50	1,90	7,81
ALGF	1	84,91	6,49	6,02	1,48	0,37
	2	83,94	6,53	6,56	1,47	0,39
	3	83,49	6,60	6,45	1,46	0,31
	4	82,31	6,40	7,35	1,49	0,45
	5			7,33	1,48	3,47
AVGF	1	79,51	8,79	8,54	1,19	0,59
	2	77,63	8,53	8,99	1,22	0,66
	3	77,80	8,49	8,97	1,21	0,66
	4	77,68	8,21	8,83	1,20	0,80
	5			8,59	1,18	4,55

APÊNDICE 1

Estimativa de composição mineralógica a partir da análise química da MRN (continuação)

Amostra	Aliquota	Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anastásio	Quartzo
SAGA	1	71,72	11,09	9,95	1,85	0,22
	2	69,06	10,89	10,25	1,83	0,62
	3	69,42	10,94	10,17	1,84	0,64
	4	68,94	10,34	10,13	1,85	0,93
	5			10,14	1,85	5,84
GRGA 1	1	71,12	8,55	12,80	1,06	0,29
	2	70,71	7,89	13,48	1,06	0,62
	3	70,83	8,72	13,67	1,06	0,27
	4	69,69	7,79	13,05	1,10	0,96
	5			13,14	1,11	4,60
GRGA 2	1	45,03	7,91	41,11	0,94	0,38
	2	44,52	7,57	42,15	0,89	0,73
	3	44,55	7,51	41,66	0,90	0,74
	4	45,02	7,68	41,20	0,93	0,47
	5	44,60	7,70	41,30	0,93	4,07
PK03ND	1	9,88	65,45	14,80	2,51	1,58
	2	9,69	65,57	14,86	2,52	0,56
	3	10,12	66,83	14,28	2,32	1,02
	4	10,03	66,49	14,32	2,32	1,20
	5	9,94	62,26	13,76	2,77	1,94
PK04ND	1	81,48	11,45	4,46	1,24	0,37
	2	81,32	11,47	4,40	1,25	0,30
	3	79,74	12,26	5,10	1,13	0,15
	4	79,80	12,30	4,98	1,12	0,23
	5	79,37	12,57	4,06	1,36	2,90
PK13ND	1	75,82	19,68	2,04	1,35	0,04
	2	76,28	18,72	2,27	1,40	0,20
	3	75,48	19,36	2,40	1,53	0,04
	4	75,48	19,23	2,40	1,50	0,21
	5	74,63	18,38	1,80	1,70	0,55
PK20ND	1	8,62	72,68	7,78	2,96	1,19
	2	8,49	74,51	7,88	2,93	0,71
	3	8,95	75,40	7,90	2,82	0,07
	4	8,97	75,15	7,80	2,85	0,15
	5	8,57	63,77	6,82	2,84	0,40

APÊNDICE 1

Estimativa de composição mineralógica a partir da análise química da MRN (continuação)

Amostra	Alíquota	Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anastásio	Quartzo
PK21ND	1	69,78	25,26	2,44	1,48	0,09
	2	69,60	25,21	2,38	1,49	0,04
	3	71,32	23,04	2,90	1,31	0,24
	4	71,32	23,11	2,88	1,31	0,21
	5	70,82	21,13	1,94	1,49	1,50
PK23BX	1	40,91	24,77	26,38	2,40	1,02
	2	40,94	24,85	26,46	2,39	1,02
	3	42,25	23,70	27,50	2,06	0,79
	4	42,25	23,72	27,50	2,07	0,74
	5	40,94	24,21	25,62	2,54	0,93
PK25BX	1	20,25	43,45	28,52	2,07	0,75
	2	20,12	43,26	28,48	2,08	0,82
	3	20,45	43,57	29,42	1,74	0,58
	4	20,45	43,23	29,46	1,74	0,78
	5	19,37	38,02	26,85	2,14	0,70
PK28ND	1	10,31	68,66	13,06	2,60	0,32
	2	10,31	63,02	13,00	2,63	2,70
	3	11,17	68,53	12,52	2,59	-0,07
	4	11,11	68,87	12,62	2,61	-0,24
	5	10,80	59,28	11,28	2,70	0,13
PK30ND	1	77,22	13,96	5,36	1,20	0,41
	2	77,28	13,77	5,36	1,19	0,47
	3	77,55	13,57	5,62	1,22	0,44
	4	77,55	13,57	5,64	1,23	0,45
	5	77,34	12,70	5,07	1,25	2,79

APÊNDICE 2

Difratogramas gerados pelos testes de prensagem

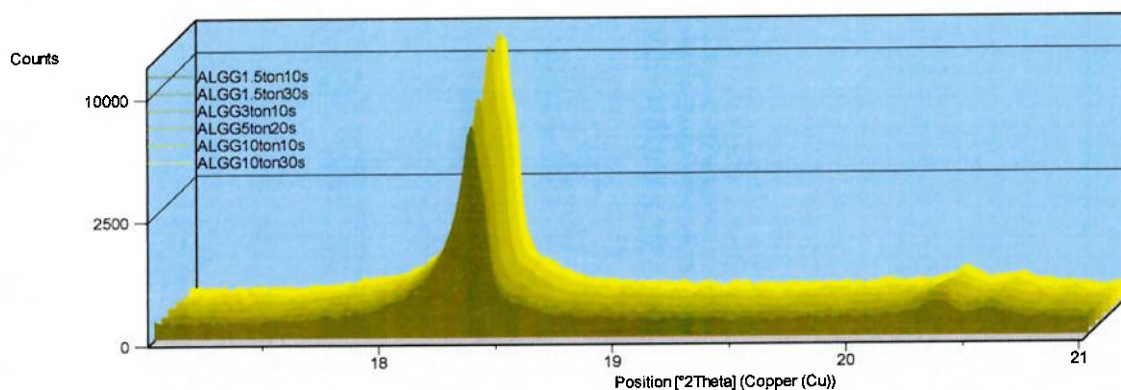


Figura 24 – Amostra ALGG. Difratogramas comparativos das diferentes prensagens (3D)

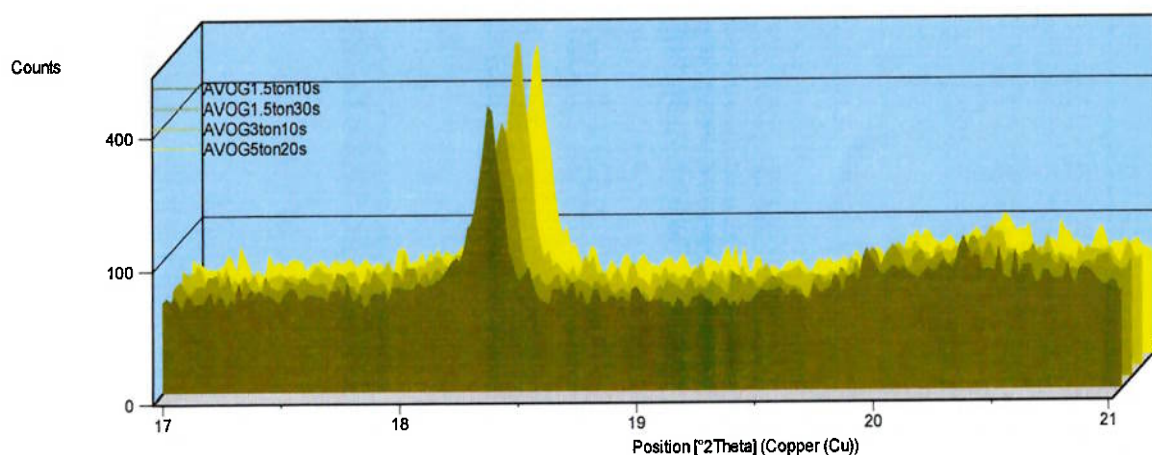


Figura 25 – Amostra AVOG. Difratogramas comparativos das diferentes prensagens (3D)

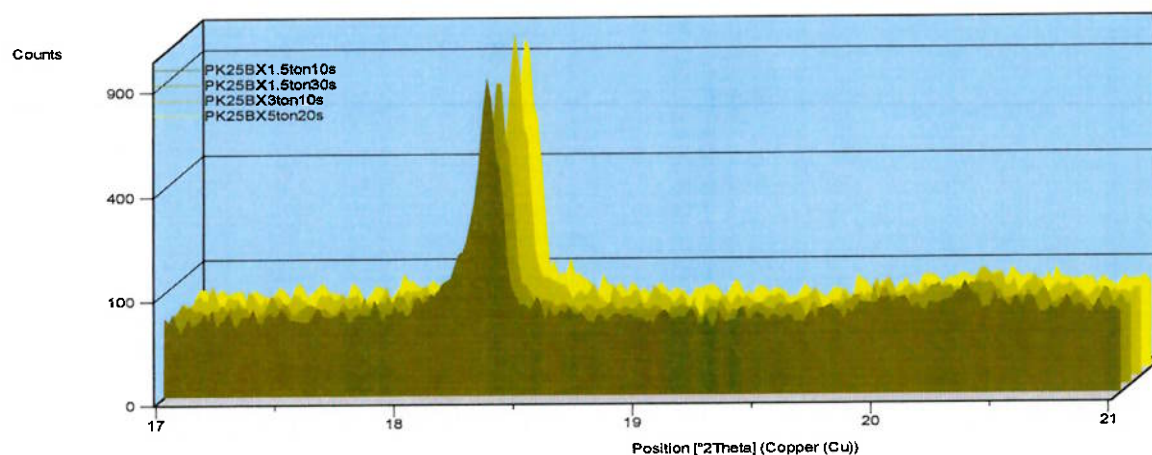


Figura 26 – Amostra PK25BX. Difratogramas comparativos das diferentes prensagens (3D)

APÊNDICE 2

Difratogramas gerados pelos testes de prensagem (continuação)

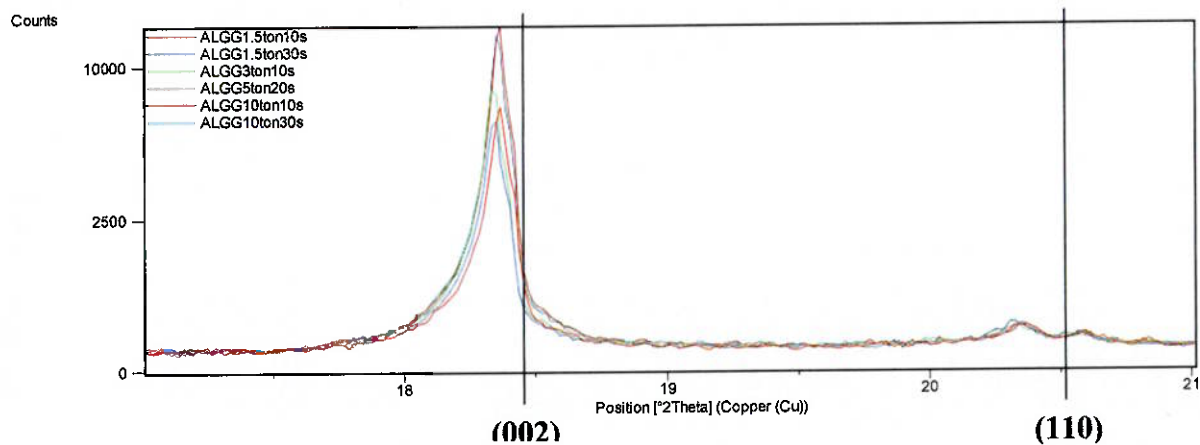


Figura 27 – Amostra ALGG. Difratogramas comparativos das diferentes prensagens

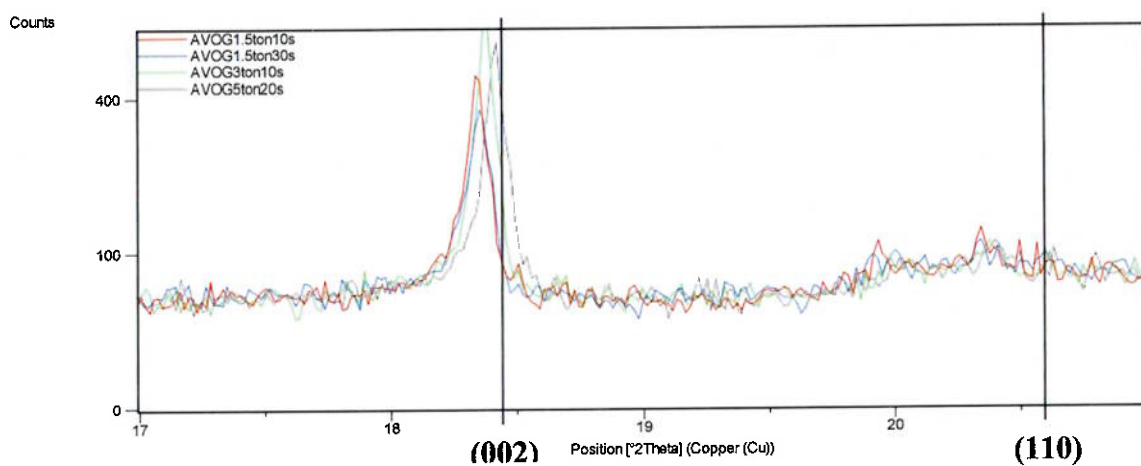


Figura 28 – Amostra AVOG. Difratogramas comparativos das diferentes prensagens

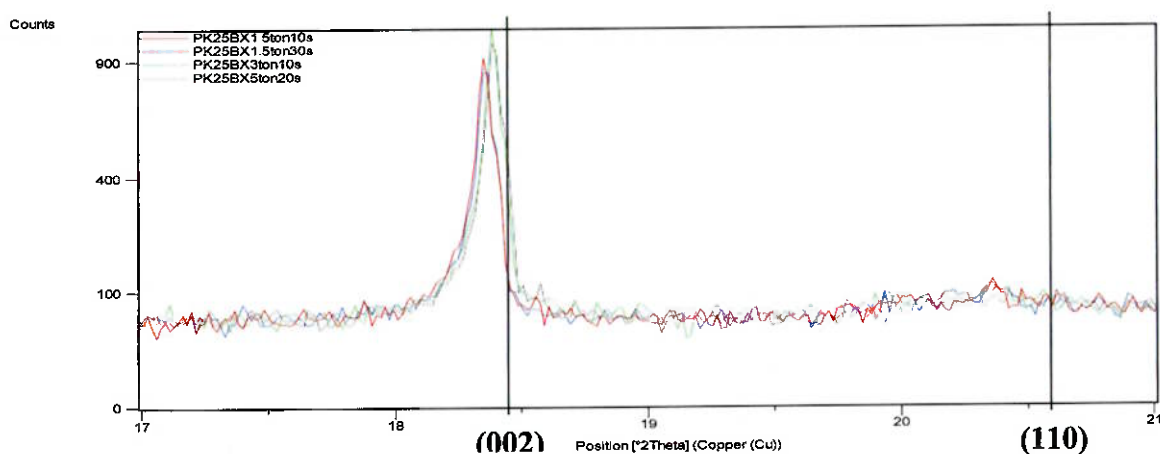


Figura 29 – Amostra 25BX. Difratogramas comparativos das diferentes prensagens

APÊNDICE 3

Resultados dos testes de tempo de coleta

Tabela 8 – Quantificação mineralógica, amostra AVOG, tempo de coleta de 2 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	17,8	70,3	5,7	2,0	4,2	0,0	1,43
2	25,6	59,8	7,0	2,9	3,0	0,8	1,39
3	22,8	63,7	6,5	2,9	3,6	0,5	1,54
4	29,5	57,6	4,6	3,4	4,3	0,6	1,39
5	26,4	59,9	7,6	3,1	3,1	0,0	1,35
Média	24,4	62,3	6,3	2,9	3,6	0,4	1,4
Desvio Padrão	4,4	5,0	1,2	0,5	0,6	0,4	0,1
Desvio Padrão relativo	18,0%	8,0%	18,6%	18,3%	16,6%	95,6%	5,1%

Tabela 9 – Quantificação mineralógica, amostra AVOG, tempo de coleta de 5 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	22,7	63,4	8,8	3,4	1,8	0,1	1,91
2	27,8	56,6	8,7	3,6	3,2	0,2	1,85
3	26,0	59,4	8,0	2,8	3,5	0,4	1,86
4	26,4	55,8	11,3	3,2	3,3	0,2	1,81
5	29,5	57,1	7,7	2,9	2,8	0,2	1,86
Média	26,5	58,4	8,9	3,2	2,9	0,2	1,9
Desvio Padrão	2,5	3,1	1,4	0,3	0,7	0,1	0,0
Desvio Padrão relativo	9,5%	5,2%	15,8%	10,6%	23,6%	54,3%	2,0%

Tabela 10 – Quantificação mineralógica, amostra AVOG, tempo de coleta de 10 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	27,1	56,6	8,0	3,7	4,5	0,0	2,75
2	24,9	50,9	7,6	3,6	4,4	0,6	2,84
3	24,9	58,3	9,1	3,6	3,8	0,2	2,79
4	24,5	60,9	6,7	3,2	4,4	0,3	2,55
5	24,7	60,0	7,9	3,4	3,8	0,2	2,53
Média	25,2	57,3	7,9	3,5	4,2	0,3	2,7
Desvio Padrão	1,1	4,0	0,9	0,2	0,3	0,2	0,1
Desvio Padrão relativo	4,2%	6,9%	11,0%	5,7%	8,4%	84,3%	5,3%

Tabela 11 – Quantificação mineralógica, amostra AVOG, tempo de coleta de 20 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	21,4	63,0	7,2	3,3	4,8	0,4	5,24
2	24,8	58,4	8,3	3,2	4,9	0,4	4,93
3	24,0	59,6	8,4	3,5	4,3	0,2	4,64
4	26,0	58,7	6,9	3,6	4,9	0,0	4,73
5	23,8	60,9	7,4	3,6	4,1	0,1	4,60
Média	24,0	60,1	7,6	3,4	4,6	0,2	4,8
Desvio Padrão	1,7	1,9	0,7	0,2	0,4	0,2	0,3
Desvio Padrão relativo	7,0%	3,1%	8,8%	5,3%	8,1%	81,3%	5,5%

Tabela 12 – Quantificação mineralógica, amostra AVOG, tempo de coleta de 40 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	22,9	60,7	8,2	3,3	4,7	0,2	9,16
2	23,3	61,0	7,3	3,3	4,8	0,4	9,16
3	22,3	62,8	6,7	3,5	4,5	0,2	8,56
4	24,4	58,4	9,0	3,4	4,6	0,1	9,15
5	23,8	60,6	7,8	3,5	4,1	0,2	8,13
Média	23,3	60,7	7,8	3,4	4,5	0,2	8,8
Desvio Padrão	0,8	1,6	0,9	0,1	0,3	0,1	0,5
Desvio Padrão relativo	3,5%	2,6%	11,2%	2,9%	6,0%	49,8%	5,3%

APÊNDICE 3

Resultados dos testes de tempo de coleta (continuação)

Tabela 13 – Quantificação mineralógica, amostra ALGG, tempo de coleta de 2 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	82,9	8,4	7,1	1,3	0,2	0,2	2,33
2	84,7	7,5	6,6	0,7	0,4	0,1	2,33
3	81,3	5,6	11,4	1,2	0,3	0,2	2,51
4	81,5	5,3	9,9	1,0	1,9	0,4	2,15
5	87,1	7,6	3,9	0,7	0,3	0,2	2,27
Média	83,5	6,9	7,8	1,0	0,6	0,2	2,3
Desvio Padrão	2,4	1,4	2,9	0,3	0,7	0,1	0,1
Desvio Padrão relativo	2,9%	19,7%	37,8%	28,3%	116,0%	49,8%	5,6%

Tabela 14 – Quantificação mineralógica, amostra ALGG, tempo de coleta de 5 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	90,0	4,9	3,9	1,0	0,1	0,2	3,27
2	86,7	4,7	7,1	0,9	0,5	0,1	3,74
3	88,9	5,1	5,2	0,6	0,4	0,0	5,99
4	86,9	4,8	6,6	1,2	0,7	0,1	3,43
5	87,6	4,2	6,7	1,0	0,4	0,2	3,64
Média	88,0	4,7	5,9	0,9	0,4	0,1	4,0
Desvio Padrão	1,4	0,3	1,3	0,2	0,2	0,1	1,1
Desvio Padrão relativo	1,6%	7,1%	22,9%	25,0%	52,4%	69,7%	27,9%

Tabela 15 – Quantificação mineralógica, amostra ALGG, tempo de coleta de 10 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	90,5	4,6	3,6	1,0	0,2	0,0	8,01
2	89,2	4,0	5,0	1,2	0,5	0,0	7,62
3	87,3	5,6	5,0	1,1	0,7	0,2	7,62
4	88,5	3,9	5,1	1,1	1,3	0,1	6,51
5	84,3	6,2	7,9	1,0	0,4	0,1	8,52
Média	88,0	4,9	5,3	1,1	0,6	0,1	7,7
Desvio Padrão	2,4	1,0	1,6	0,1	0,4	0,1	0,7
Desvio Padrão relativo	2,7%	20,8%	29,5%	7,7%	67,9%	104,6%	9,7%

Tabela 16 – Quantificação mineralógica, amostra ALGG, tempo de coleta de 20 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	90,3	4,8	3,0	1,0	0,9	0,1	15,50
2	89,5	4,6	4,2	0,9	0,6	0,2	13,70
3	89,7	4,1	4,4	1,0	0,5	0,2	15,10
4	88,5	5,2	4,3	1,0	0,8	0,0	13,00
5	87,9	6,2	4,1	1,1	0,6	0,2	15,10
Média	89,2	5,0	4,0	1,0	0,7	0,1	14,5
Desvio Padrão	1,0	0,8	0,6	0,1	0,2	0,1	1,1
Desvio Padrão relativo	1,1%	15,8%	14,3%	7,1%	24,2%	63,9%	7,4%

Tabela 17 – Quantificação mineralógica, amostra ALGG, tempo de coleta de 40 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	89,0	5,5	3,7	1,2	0,6	0,1	29,50
2	90,5	4,3	3,4	1,1	0,6	0,1	27,10
3	89,6	4,1	4,4	1,1	0,6	0,2	29,70
4	89,2	4,5	4,3	1,2	0,6	0,1	24,90
5	88,5	5,5	4,1	1,1	0,7	0,0	29,90
Média	89,4	4,8	4,0	1,1	0,6	0,1	28,2
Desvio Padrão	0,8	0,7	0,4	0,1	0,0	0,1	2,2
Desvio Padrão relativo	0,8%	14,1%	10,6%	4,8%	7,2%	70,7%	7,7%

APÊNDICE 3

Resultados dos testes de tempo de coleta (continuação)

Tabela 18 – Quantificação mineralógica, amostra 25BX, tempo de coleta de 2 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	34,9	35,0	14,1	1,1	14,6	0,3	1,18
2	29,7	51,1	16,5	0,7	1,9	0,1	1,16
3	34,8	45,2	11,2	0,5	8,2	0,0	1,21
4	36,5	40,8	13,9	1,3	7,5	0,1	1,13
5	39,6	33,7	16,5	1,0	8,8	0,3	1,21
Média	35,1	41,2	14,4	0,9	8,2	0,2	1,2
Desvio Padrão	3,6	7,2	2,2	0,3	4,5	0,1	0,0
Desvio Padrão relativo	10,2%	17,6%	15,2%	34,7%	55,0%	83,9%	2,9%

Tabela 19 – Quantificação mineralógica, amostra 25BX, tempo de coleta de 5 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	38,1	36,4	15,3	2,1	7,9	0,4	1,42
2	33,8	31,7	26,5	1,3	6,1	0,8	1,25
3	33,9	33,6	22,4	0,7	9,5	0,2	1,19
4	38,6	33,9	19,9	1,6	5,4	0,9	1,33
5	34,3	36,0	20,7	1,0	7,2	0,8	1,24
Média	35,7	34,3	20,9	1,3	7,2	0,6	1,3
Desvio Padrão	2,4	1,9	4,1	0,5	1,6	0,3	0,1
Desvio Padrão relativo	6,7%	5,6%	19,4%	39,6%	22,5%	54,1%	7,1%

Tabela 20 – Quantificação mineralógica, amostra 25BX, tempo de coleta de 10 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	33,6	33,2	20,6	1,8	10,3	0,6	1,59
2	30,3	32,3	19,4	1,3	15,9	0,7	1,44
3	29,6	32,8	18,4	1,9	16,4	0,8	1,44
4	33,7	33,4	16,9	1,6	13,9	0,5	1,64
5	34,8	32,2	19,4	0,4	12,9	0,4	1,69
Média	32,4	32,8	18,9	1,4	13,9	0,6	1,6
Desvio Padrão	2,3	0,5	1,4	0,6	2,5	0,2	0,1
Desvio Padrão relativo	7,1%	1,6%	7,3%	43,2%	17,7%	26,4%	7,4%

Tabela 21 – Quantificação mineralógica, amostra 25BX, tempo de coleta de 20 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	31,3	36,2	19,9	1,5	10,4	0,5	2,22
2	29,6	34,6	18,2	1,7	15,2	0,6	2,12
3	27,8	41,6	20,7	0,0	9,8	0,2	2,12
4	33,5	30,8	20,4	1,7	13,3	0,2	2,50
5	34,0	29,4	21,7	1,2	13,6	0,2	2,49
Média	31,2	34,5	20,2	1,2	12,5	0,3	2,3
Desvio Padrão	2,6	4,8	1,3	0,7	2,3	0,2	0,2
Desvio Padrão relativo	8,4%	14,0%	6%	58,4%	18,3%	57,3%	8,4%

Tabela 22 – Quantificação mineralógica, amostra 25BX, tempo de coleta de 40 s/step

Preparação	Gibbsita	Argilominerais	Hematita	Anatásio	Goethita	Quartzo	GOF
1	34,3	30,9	20,1	1,7	12,4	0,5	3,74
2	31,7	33,3	20,2	1,8	12,8	0,2	3,63
3	32,2	31,6	20,9	1,8	13,3	0,2	4,04
4	32,2	34,1	18,0	1,7	13,7	0,3	4,35
5	35,9	29,0	20,5	1,4	13,3	0,0	4,52
Média	33,3	31,8	19,9	1,7	13,1	0,2	4,1
Desvio Padrão	1,8	2,0	1,1	0,2	0,5	0,2	0,4
Desvio Padrão relativo	5,4%	6,3%	5,7%	9,8%	3,9%	75,7%	9,4%

APÊNDICE 3

Resultados dos testes de tempo de coleta (continuação)

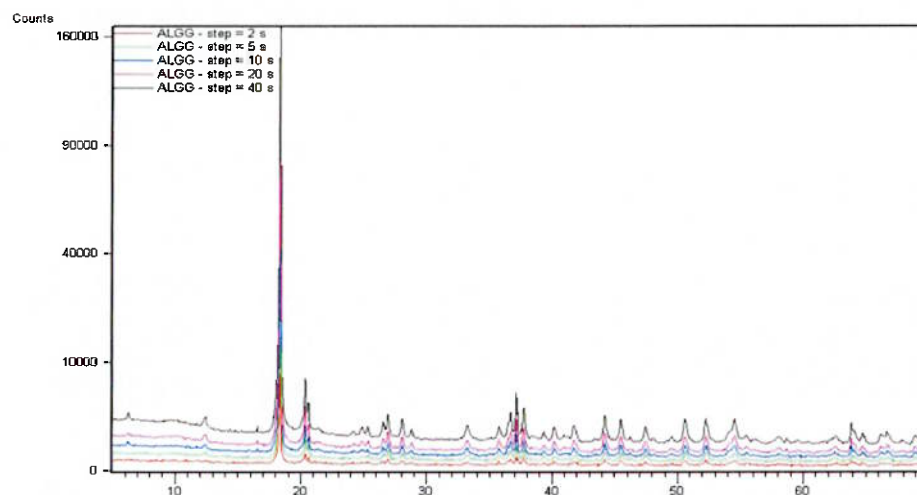


Figura 1 - Difratomogramas com diversos tempos de step da amostra ALGG

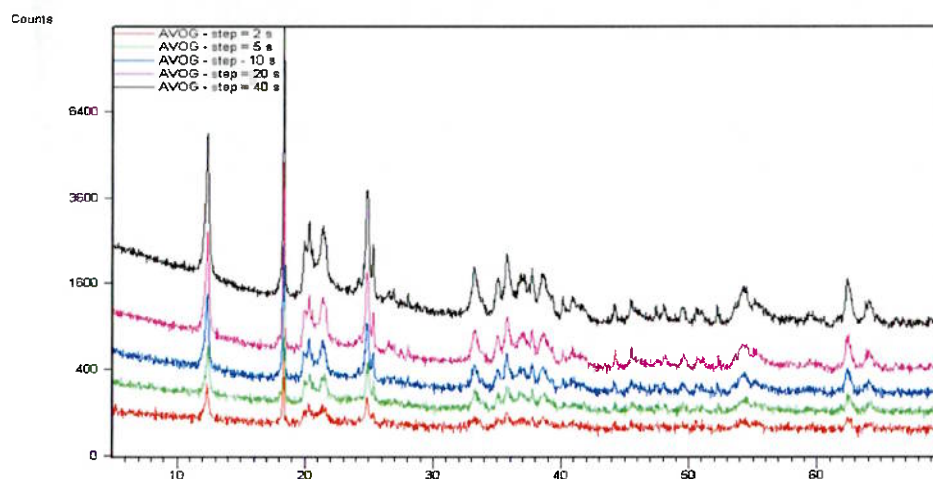


Figura 2 - Difratomogramas com diversos tempos de step da amostra AVOG

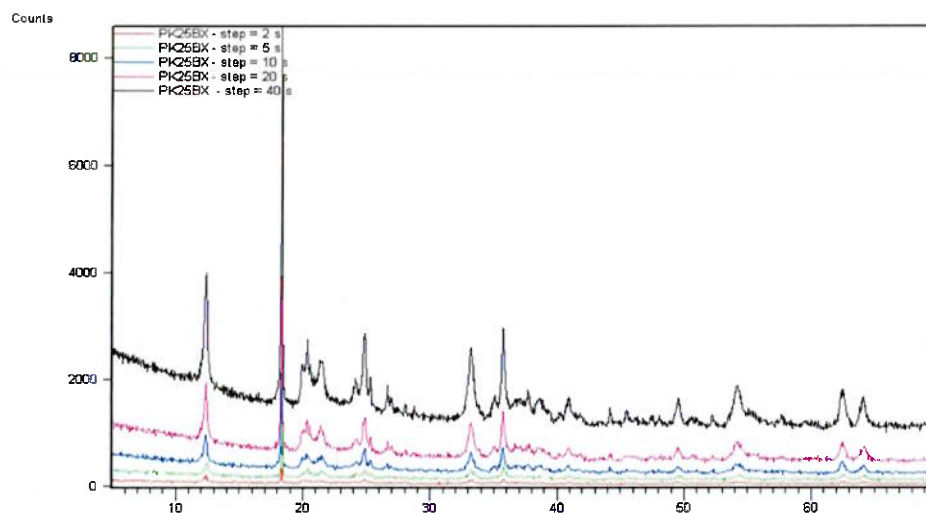


Figura 3 - Difratomogramas com diversos tempos de step da amostra 25BX

APÊNDICE 4

Resultados quantitativos de DRX Rietveld

Amostra	Alíquota	Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anatásio	Quartzo
03ND	1	11,4	76,1	7,8	4,8	0,0
	2	16,4	73,5	5,7	2,9	1,5
	3	10	78,0	7,6	2,5	1,5
04ND	1	73,3	22,5	2,2	1,9	0,2
	2	82,3	14,3	1,5	1,3	0,6
	3	79,9	17,0	1,3	1,2	0,5
13ND	1	71	25,9	1,2	1,5	0,0
	2	69,3	27,8	1,0	1,9	0,1
	3	71,5	25,7	1,1	1,7	0,0
20ND	1	30,3	65,6	1,4	2,7	0,0
	2	5,9	87,2	2,7	3,0	1,2
	3	18,5	73,9	2,7	3,6	1,3
21ND	1	69	27,6	0,9	2,0	0,1
	2	71	26,6	0,6	1,8	0,0
	3	69	28,9	0,7	1,6	0,1
23BX	1	54	22,1	21,5	1,9	0,6
	2	45,2	32,6	19,4	2,3	0,6
	3	49,3	24,9	23,0	1,9	0,9
25BX	1	21,4	50,4	25,3	2,1	0,8
	2	26,4	48,4	22,9	2,1	0,2
	3	19,4	54,9	23,8	1,6	0,2
28ND	1	13,1	77,9	4,1	4,9	0,0
	2	24,1	65,8	7,5	2,0	0,6
	3	9,2	80,1	6,7	2,7	1,2
30ND	1	77,3	18,0	2,5	1,3	0,8
	2	78,3	17,2	2,7	1,2	0,7
	3	77,2	17,5	3,1	1,3	0,9
ALFG	1	82,1	9,5	5,4	0,8	2,2
	2	77,2	13,0	7,2	0,6	1,9
	3	78,1	14,2	5,4	0,7	1,4
ALGA	1	72,6	4,0	22,8	0,5	0,0
	2	73,4	7,2	18,8	0,6	0,0
	3	68,5	8,7	21,5	1,0	0,3
ALGG	1	90,3	4,8	3,9	1,0	0,1
	2	89,5	4,6	4,8	0,9	0,2
	3	89,7	4,1	4,9	1,0	0,2

APÊNDICE 4

Resultados quantitativos de DRX Rietveld (continuação)

Amostra	Aliquota	Gibbsita	Argilominerais	Óxi-hidróxidos de ferro	Anatásio	Quartzo
ALGF	1	88,3	6,9	3,3	1,1	0,4
	2	87,6	7,1	3,6	1,4	0,3
	3	90,5	4,7	3,4	1,1	0,1
ALOG	1	11,4	76,1	7,8	4,8	0,0
	2	10,9	78,3	6,2	4,7	0,0
	3	16,9	69,7	8,2	5,2	0,0
AVGF	1	81,1	12,7	5,1	0,6	0,3
	2	81,8	11,2	5,4	1,2	0,4
	3	76,1	16,9	5,4	1,1	0,4
AVGA	1	75,9	15,9	7,0	0,6	0,7
	2	79,8	10,5	7,9	1,1	0,7
	3	77,9	13,6	7,0	0,7	0,8
AVFG	1	77,3	10,8	7,8	0,7	3,4
	2	76,7	11,8	7,8	0,8	2,9
	3	74,9	15,6	5,7	0,6	3,3
AVOG	1	21,4	63,0	12,0	3,3	0,4
	2	24,8	58,4	13,2	3,2	0,4
	3	24	59,6	12,7	3,5	0,2
GRGF	1	83,3	11,1	4,6	1,0	0,1
	2	79,8	14,1	4,3	0,9	0,8
	3	77,3	16,9	3,7		0,0
GRGA 1	1	78,3	15,2	6,4	0,2	0,0
	2	84,4	8,0	6,9	0,7	0,0
	3	78,1	14,9	6,3	0,7	0,1
GRGA 2	1	52,1	9,2	37,5	0,0	1,3
	2	50,4	10,8	36,2	1,4	1,1
	3	51,8	8,9	37,1	0,4	2,0
SAGF	1	77,5	18,0	2,7	1,6	0,2
	2	79,5	17,0	1,9	1,3	0,3
	3	76,1	19,8	2,2	1,6	0,3
SAGA	1	74,3	17,2	6,4	1,8	0,3
	2	68,9	22,8	6,4	1,9	0,1
	3	68,8	22,8	6,5	1,6	0,2
SAFG	1	71,9	23,4	1,5	2,2	1,0
	2	72,5	22,4	2,1	2,0	0,8
	3	72,3	23,6	1,9	1,6	0,6
SAOG	1	23,7	68,1	2,0	6,2	0,0
	2	35	57,0	3,0	4,8	0,1
	3	25,6	68,7	1,0	4,4	0,2