

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas**

Dissertação de Mestrado

**Caracterização de serpentinito e esteatito ocorrentes em Nova Lima/MG, antes e após processo de moagem, calcinação e separação magnética**

Autor: Leandro Ferreira  
Orientador: Prof. Paulo Roberto Gomes Brandão

Junho / 2017

Leandro Ferreira

Caracterização de serpentinito e esteatito ocorrentes em Nova Lima/MG, antes e após  
processo de moagem, calcinação e separação magnética

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito obrigatório para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de concentração: Tecnologia Mineral

Orientador: Prof. Dr. Paulo Roberto Gomes Brandão

Belo Horizonte  
Escola de Engenharia da UFMG  
2017

|       |   |
|-------|---|
| F383c | <p>Ferreira, Leandro.</p> <p>Caracterização de serpentinito e esteatito ocorrentes em Nova Lima/MG, antes e após processo de moagem, calcinação e separação magnética [manuscrito] / Leandro Ferreira. – 2017.<br/>xvii, 78 f., enc.: il.</p> <p>Orientador: Paulo Roberto Gomes Brandão.</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Bibliografia: f.73-78.</p> <p>1. Engenharia de minas - Teses. 2. Tecnologia mineral - Teses. 3. Microestrutura - Teses. 4. Mineralogia - Teses. 5. Determinação mineralógica - Teses. I. Brandão, Paulo Roberto Gomes. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.</p> <p>CDU: 622(043)</p> |
|-------|---|

Dedicatória

À minha esposa Thailyne e aos meus filhos, Maria Alice e João Pedro, pelo apoio e paciência durante esta jornada.

## AGRADECIMENTOS

O autor agradece, primeiramente, a Deus, e a todos aqueles que direta ou indiretamente, colaboraram na preparação deste trabalho, e em particular:

À Pedras Congonhas Extração Arte e Ind. Ltda., que tornou possível a realização desse trabalho através de seu patrocínio e apoio, em especial ao Sr. Ottávio Raul R. Carmignano, primeiro a me incentivar a encarar esse desafio.

Ao Prof. Paulo Brandão, por ter aceitado a orientação desse trabalho, um profissional que me inspira, pela sabedoria e seriedade.

A todos os amigos da Pedras Congonhas sem exceção, em especial:

Paulo Tribst, pelo grande conhecimento e generosidade.

Alexandre Pizarro, pelos ensinamentos de geologia.

Aline Ferreira, minha irmã, inspiração pela luta e dedicação.

Cataryna Consenza, pelo apoio nos ensaios e preparações de amostras.

Flávio Perez e Bruno Evaristo, pelas conversas e troca de experiências.

Ao Dr. José Domingos Ardisson do CDTN pela realização e grande ajuda na interpretação dos espectros Mössbauer.

Às funcionárias técnicas da EE-UFGM, Isabel de Sousa Batista Carvalho e Ilda de Sousa Batista, pelas análises instrumentais realizadas, com qualidade e disponibilidade.

Aos meus pais, por serem exemplos de honestidade e simplicidade, e meu irmão, Wiliam.

À minha esposa Thailyne, por sempre estar ao meu lado, mesmo nos momentos difíceis.

Aos meus filhos, Maria Alice e João Pedro, pela alegria e por serem a inspiração de tudo que faço.

À Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas (PPGEM), e a todos os funcionários, por proporcionar esse curso de mestrado.

## Sumário

|  |    |
|--|----|
| 1. INTRODUÇÃO.....   | 1  |
| 2. OBJETIVOS.....  | 3  |
| 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....  | 4  |
| 3.1. Reservas Minerais no Brasil.....                                | 4  |
| 3.2. Histórico da empresa Pedras Congonhas e da Mina Mostardas ..... | 4  |
| 3.3. Geologia:serpentinito e esteatito .....                         | 5  |
| 3.3.1. Geologia Local da Mina Mostardas .....                        | 9  |
| 3.3.2. Supergrupo Rio das Velhas (SGRV).....                         | 11 |
| 3.3.3. Complexo Metaultramáfico Córrego dos Boiadeiros (CMCB).....   | 12 |
| 3.3.4. Rochas metaintrusivas .....                                   | 13 |
| 3.3.5. Grupo Nova Lima.....  | 13 |
| 3.3.6. Supergrupo Minas (SGM) .....                                  | 14 |
| 3.4. Utilizações do serpentinito e esteatito.....                    | 14 |
| 3.4.1. Rochas e Minerais na Agricultura .....                        | 15 |
| 3.4.2. O serpentinito na agricultura .....                           | 16 |
| 3.4.3. O serpentinito na indústria de polímeros/compósitos .....     | 16 |
| 3.4.4. Serpentinito na siderurgia.....                               | 19 |
| 3.4.5. Captura de CO <sub>2</sub> com serpentinito.....              | 20 |
| 3.5. Análises .....  | 21 |
| 3.5.1. Análise granulométrica.....                                   | 21 |
| 3.5.2. Análise química .....   | 22 |
| 3.5.3. Difração de raios-X .....                                     | 23 |
| 3.5.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....                | 23 |
| 3.5.5. Espectroscopia por dispersão de energia (EDS).....            | 24 |
| 3.5.6. Análise de área superficial específica (ASE) .....            | 24 |
| 3.5.7. Espectroscopia Mossbauer (EM).....                            | 25 |

|  |    |
|--|----|
| 4. Materiais e Métodos .....   | 25 |
| 4.1. Localização .....   | 25 |
| 4.2. Preparação e coleta das amostras .....                          | 27 |
| 4.3. Procedimento experimental.....                                  | 30 |
| 4.4. Análise granulométrica e área superficial específica (ASE)..... | 31 |
| 4.5. Calcinação .....  | 34 |
| 4.6. Separação magnética.....  | 35 |
| 4.7. Termogravimetria.....   | 36 |
| 4.8. Análises de caracterização .....                                | 36 |
| 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....                                      | 38 |
| 5.1. Granulometria .....   | 38 |
| 5.2. Área Superficial Específica.....                                | 40 |
| 5.3. Separação Magnética .....                                       | 41 |
| 5.4. Análise Química.....  | 41 |
| 5.5. Difractometria de Raios-X.....                                  | 42 |
| 5.6. Termogravimetria.....   | 44 |
| 5.7. Espectroscopia Mössbauer .....                                  | 46 |
| 5.8. Microanálise - MEV EDS .....                                    | 49 |
| 5.8.1. Serpentinó in natura .....                                    | 49 |
| 5.8.2. Serpentinó calcinado .....                                    | 58 |
| 5.8.3. Esteatito in natura .....                                     | 61 |
| 5.8.4. Esteatito calcinado.....                                      | 66 |
| 6. CONCLUSÕES .....  | 70 |
| 7. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....                               | 72 |
| 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....                                   | 73 |

## Índice de Figuras

|  |    |
|--|----|
| FIGURA 3-1 Estrutura cristalina do mineral antigorita, onde são mostradas as linhas tetraédricas e octaédricas alternadas e onduladas. (THOMAS <i>et al.</i> , 2004) .....     | 6  |
| Figura 3-2: Estrutura cristalina do mineral lizardita, onde são mostradas as linhas tetraédricas e octaédricas planas. (THOMAS <i>et al.</i> , 2004) .....                     | 6  |
| FIGURA 3-3: Estrutura cristalina do mineral crisotila, onde são mostradas as linhas tetraédricas e octaédricas organizadas de forma curva. (THOMAS <i>et al.</i> , 2004) ..... | 7  |
| FIGURA 3-4: Corpo de esteatito inserido no serpentinito .....  | 8  |
| FIGURA 3-5: Mapa geológico regional do Quadrilátero Ferrífero com área de estudo assinalada. (ALKMIM <i>etal.</i> , 1998).....   | 9  |
| FIGURA 3-6: Mapa geológico da área do polígono minerário da empresa Pedras Congonhas Extração Arte e Ind. Ltda. (PIZARRO <i>et al.</i> , 2006).....                            | 10 |
| FIGURA 4-1: Mapa de localização da área de estudo, demarcada pelo polígono hachurado. (FERNANDES, 2016).....   | 26 |
| FIGURA 4-2 Fluxo de liberação do material da mina para processo.....   | 27 |
| FIGURA 4-3: Imagem do flanco norte da cava da Mina Mostardas, onde foram coletadas as amostras de serpentinito e esteatito. ....   | 28 |
| FIGURA 4-4: Moinho pendular tipo Raymond, modelo MP275, fabricante Verdés, utilizado no processo de moagem dos materiais.....  | 29 |
| FIGURA 4-5: Fluxo do material da mina até amostra de trabalho.....   | 30 |
| FIGURA 4-6: Fluxo das análises realizadas no material ultra fino.....  | 31 |
| FIGURA 4-7: Fluxo dos testes análises realizadas no material fino .....  | 31 |
| FIGURA 4-8: Equipamento Sympatec Helos 12LA Vectra, utilizado para análise granulométrica dos materiais ultrafinos.....  | 32 |
| FIGURA 4-9: Peneirador vibratório de bancada .....   | 33 |
| FIGURA 4-10 Esquema de funcionamento do separador magnético utilizado na realização dos testes.....  | 35 |
| FIGURA 5-1: Análise termogravimétrica da amostra de serpentinito, incluindo DTG. 44  |    |



|   |    |
|---|----|
| FIGURA 5-2: Análise termogravimétrica da amostra do esteatito, incluindo DTG. ....  | 45 |
| FIGURA 5-3: Espectros Mössbauer, registrados à temperatura ambiente, da amostra de serpentinito in natura e após calcinação a 1200°C..... | 46 |
| FIGURA 5-4: Espectro Mössbauer, registrado à temperatura muito baixa de 25K, da amostra calcinada de serpentinito .....                   | 47 |
| FIGURA 5-5: Espectros Mössbauer, registrados à temperatura ambiente, da amostra do esteatito in natura e após calcinação a 1200°C .....   | 48 |
| FIGURA 5-6: Partículas da amostra de serpentinito in natura, (IER). .....   | 50 |
| FIGURA 5-7: Partícula de lizardita em destaque no centro da imagem, (IER). .....  | 51 |
| FIGURA 5-8: Partícula de lizardita em destaque no centro da imagem, (IER). .....  | 52 |
| FIGURA 5-9: Partícula mista de cromita e magnetita presente na amostra de serpentinito in natura, (IER). .....                            | 53 |
| FIGURA 5-10: Partícula de talco em destaque no centro da imagem, presente na amostra de serpentinito in natura, (IER). .....              | 54 |
| FIGURA 5-11: Partícula de magnetita no centro da imagem, coberta por fragmentos de silicatos. ....  | 55 |
| FIGURA 5-12: Partícula de magnetita presente na amostra de serpentinito in natura. Imagem obtida em seção polida, (IER). .....            | 56 |
| FIGURA 5-13: Imagem de MEV das partículas de serpentinito após a calcinação, (IER). .....   | 58 |
| FIGURA 5-14: Partícula de forsterita, (IER). .....  | 59 |
| FIGURA 5-15: Partícula de magnesioferrita, (IER). .....   | 60 |
| FIGURA 5-16: Partículas de esteatito in natura, com destaque para hematita e antigorita, (IER). .....                                     | 61 |
| FIGURA 5-17: Partícula de hematita presente na amostra de esteatito in natura, (IER). .....   | 62 |
| FIGURA 5-18: Partícula de lizardita presente na amostra de esteatito in natura, (IER). .....  | 63 |
| FIGURA 5-19: Partícula de magnetita presente na amostra de esteatito in natura, (IER). .....  | 64 |

|  |    |
|--|----|
| FIGURA 5-20: Partícula de lizardita presente na amostra de esteatito in natura, (IER).   | 65 |
| FIGURA 5-21: Partícula de enstatita, após a calcinação da amostra de esteatito, (IER).<br>.....  | 66 |
| FIGURA 5-22: Partícula de magnesioferrita da amostra de esteatito calcinado a 1200°C,<br>(IER). ....   | 67 |
| FIGURA 5-23: Partícula de enstatita da amostra de esteatito calcinado a 1200°C, (IER).<br>.....  | 68 |
| FIGURA 5-24: Detalhe da partícula de enstatita da amostra de esteatito calcinado a<br>1200°C, onde observa-se o início do processo de sinterização, (IER)..... | 69 |

## Índice de Tabelas

|   |    |
|---|----|
| TABELA 3-1:Subdivisões estratigráficas propostas para o SGRV.....   | 11 |
| TABELA 4-1: Especificação química e critérios geológicos e petrográficos utilizados na mina.....                                | 28 |
| TABELA 4-2: Nomenclatura das amostras de serpentinito e esteatito após realização da moagem.....                                | 30 |
| TABELA 4-3: Malha das peneiras utilizadas para a análise granulométrica dos materiais finos. ....                               | 33 |
| TABELA 4-4: Parâmetros utilizados na realização dos testes de separação magnética de baixa intensidade.....                     | 36 |
| TABELA4-5: Parâmetros utilizados na realização das análises termogravimétricas.....   | 36 |
| TABELA 5-1: Tabela com resultados do d10, d50 e d90 das amostras finas de serpentinito e esteatito .....                        | 39 |
| TABELA 5-2: Tabela com resultados do d10, d50 e d90 das amostras ultrafinas de serpentinito e esteatito .....                   | 40 |
| TABELA 5-3: Resultados da análise superficial específica das amostras de serpentinito e esteatito .....                         | 40 |
| TABELA 5-4: Resumo dos resultados do teste de separação magnética do serpentinito .....   | 41 |
| TABELA 5-5 Resumo dos resultados do teste de separação magnética do esteatito.....  | 41 |
| TABELA 5-6: Resultados das análises químicas realizadas no serpentinito e esteatito   | 42 |
| TABELA 5-7: Resultado da difração de raios-X para a amostra de serpentinito.....  | 42 |
| TABELA 5-8: Resultado da difração de raios-X para a amostra de esteatito .....  | 43 |
| TABELA 5-9: Análise composicional das partículas de serpentinito in natura em peso% determinadas por EDS, e fase mineral.....   | 57 |
| TABELA 5-10: Análise composicional das partículas de serpentinito calcinado em peso% determinadas por EDS, e fase mineral. .... | 60 |

|  |    |
|--|----|
| TABELA 5-11 Análise composicional das partículas de esteatito in natura em peso% determinadas por EDS, e fase mineral.....           | 65 |
| TABELA 5-12 Análise composicional das partículas de esteatito calcinado a 1200°C em peso% determinadas por EDS, e fase mineral. .... | 69 |

**Índice de Gráficos**

|   |    |
|---|----|
| GRÁFICO 4-1: Curva de calcinação utilizada para as amostras de serpentinito e esteatito .....                 | 34 |
| GRÁFICO 5-1: Distribuição granulométrica do material fino das amostras de serpentinito e esteatito .....      | 38 |
| GRÁFICO 5-2: Distribuição granulométrica do material ultrafino das amostras de serpentinito e esteatito ..... | 39 |

**Lista de notações:**

PP: Polipropileno

PEBD: Polietileno de baixa densidade

PEAD: Polietileno de alta densidade

CMCB: Complexo Metaultramáfico Córrego dos Boiadeiros

MEV: Microscopia eletrônica de varredura

IES: imagem de elétrons secundários

IER: imagem de elétrons retroespalhados

EDS: Espectroscopia por dispersão de energia

ASE: Análise de área superficial específica

SGRV: Supergrupo Rio das Velhas

SGM: Supergrupo Minas

## RESUMO

O serpentinito e o esteatito são rochas existentes em diversas partes do mundo com aplicações industriais relevantes. Em Nova Lima/MG existe uma importante jazida dessas rochas, elas são utilizadas em diversos seguimentos como; agricultura, siderurgia e indústria de polímeros, e sua caracterização é uma ferramenta fundamental no estudo das características desses materiais e no entendimento do seu desempenho funcional.

Nesse trabalho foram caracterizados os dois litotipos, antes e após passarem por processo de moagem e tratamento térmico a 1200°C, isso foi feito para entender as mudanças de fases mineralógicas nessa temperatura. Realizaram-se também testes de separação magnética para avaliar o comportamento dos materiais sob influência de um campo de baixa intensidade, 800 Gauss, antes e após a calcinação.

A caracterização foi realizada por meio das seguintes técnicas: granulometria, análise química quantitativa, análise de fases por difratometria de raios-X e espectrometria Mössbauer, análise termogravimétrica, análise microestrutural por microscopia eletrônica de varredura e espectrometria de raios-X por dispersão de energia; esta última análise também complementou a determinação da composição de fases.

O resultado da separação magnética dos materiais in natura mostrou a presença muito maior de materiais magnéticos na amostra de serpentinito (16%) quando comparada à amostra de esteatito (1,9%). Essa característica magnética teve grande redução na amostra de serpentinito quando calcinada a 1200°C, chegando a 2,7% de material magnético, enquanto que na amostra de esteatito se manteve estável.

O resultado da difratometria de raios-X indicou a presença de alguns minerais comuns nas duas rochas, como lizardita, talco e magnetita. A amostra de esteatito apresentou a hematita como principal fase portadora de Fe, enquanto que a amostra de serpentinito a magnetita.

O esteatito apresentou uma curva granulométrica mais estreita, tanto para o material fino, como para o material ultrafino. A área superficial específica do esteatito foi de 15,3 m<sup>2</sup>/g, pouco menor que a do serpentinito, 16,3 m<sup>2</sup>/g.

Na termogravimetria até 1450°C (TG e DTG), verificou-se no serpentinito uma perda de massa de 12,15%, além de dois picos de perda de massa: da lizardita a 645°C e do talco a 729°C. A curva do esteatito apresentou três picos principais, sendo eles: em 630°C da lizardita, em 733°C do talco, e a 783°C da tremolita; a perda de massa total foi de 9,45%.

Para analisar as fases ricas em ferro, utilizou-se a espectroscopia Mössbauer, com espectros registrados à temperatura ambiente. O esteatito apresentou como principal alteração o aparecimento da maghemita na amostra calcinada, em substituição a magnetita e hematita. Além disso, a amostra calcinada de serpentinito foi também analisada na temperatura muito baixa de 25K. Estes resultados completaram a composição de fases de ambas as amostras calcinadas, com a diminuição da quantidade de magnetita e a presença significativa de magnetoferrita. As fases dominantes foram forsterita e enstatita, ambas contendo ferro, em quantidade baixa, na composição.

A análise microestrutural com MEV e EDS complementaram as outras técnicas utilizadas, confirmando as mudanças de fase e estruturais. Pela mesma análise, observou-se a mudança morfológica das partículas, com diminuição expressiva das fibras finas, para formas mais arredondadas de bastonetes, tanto no serpentinito como no esteatito. Também se notou o início do processo de sinterização a 1200°C.

Espera-se que, com esses resultados, novas utilizações sejam desenvolvidas para essas rochas, assim como o entendimento do sucesso nas aplicações já consolidadas.



## ABSTRACT

Serpentinite and steatite are existing rocks in various parts of the world with relevant industrial applications. In Nova Lima / MG there is an important deposit of these rocks, they are used in several areas; agriculture, steel and polymer industry, and its characterization is a fundamental tool in the study of the characteristics of these materials and in the understanding of their functional performance.

In this work, the two lithotypes were characterized, before and after the milling process and thermal treatment at 1200°C, this was done to understand the mineralogical phase changes at this temperature. Magnetic separation tests were also carried out to evaluate the behavior of the materials under the influence of a low-intensity 800 Gauss field before and after calcination.

The characterization was carried out by means of the following techniques: grain size analysis, quantitative chemical analysis, phase analysis by X-ray diffraction and Mössbauer spectrometry, thermogravimetric analysis, microstructural analysis by SEM and EDS; this latter analysis also complemented the determination of the phase composition.

The result of the magnetic separation of the *in natura* materials showed a much larger presence of magnetic materials in the serpentinite sample (16%) when compared to the steatite sample (1.9%). This magnetic characteristic had a great reduction in the serpentinite sample when calcined at 1200°C, reaching 2.7% of magnetic material, while in the steatite sample it remained stable.

The results of X-ray diffraction analysis indicated the presence of some common minerals in the two rocks, such as lizardite, talc and magnetite. The sample of steatite presented in its mineralogy mainly the talc, serpentines and small amounts of tremolite, besides traces of hematite. The serpentinite sample had the lizardite as the main mineral, and talc and magnetite in medium and low quantities respectively.

Steatite presented a narrower particle size curve for both the fine material and ultrafine material. The d<sub>90</sub> of the steatite for the thin material was 0.48 mm versus 0.65 mm of the serpentinite. For the ultrafine material, the result was 11.3µm versus 19.4µm respectively. The specific surface area of steatite was 15.3 m<sup>2</sup>/g, slightly lower than that of the serpentinite, 16.3 m<sup>2</sup>/g.

In thermogravimetry up to 1450 ° C (TG and DTG), a mass loss of 12.15% was verified in the serpentinite, in addition to two peaks of mass loss: for lizardite at 645°C and for talc at 729°C. The steatite curve presented three main peaks, being: at 630°C for lizardite, at 733°C for talc, and at 783°C for tremolite; the total mass loss was 9.45%.

To analyze the iron-rich phases, Mössbauer spectroscopy was used, with spectra recorded at room temperature. The steatite presented as main alteration the appearance of maghemite in the calcined sample, replacing magnetite and hematite. In addition, the calcined serpentinite sample was also analyzed at the very low temperature of 25K.

These results completed the phase composition of both calcined samples, with the decrease of the amount of magnetite and the significant presence of magnesioferrite. The dominant phases were forsterite and enstatite, both containing iron, in low amount, in their composition.

The microstructural analysis with SEM and EDS complemented the other techniques used, confirming the phase and structural changes. By the same analysis, the

morphological change of the particles was observed, with expressive decrease of the fine fibers, for more rounded forms of rods, in both serpentinite and steatite. The beginning of the sintering process at 1200°C was also noted.

It is expected that, with these results, new uses will be developed for these rocks, as well as the understanding of the success in already consolidated applications.

## 1. INTRODUÇÃO

A utilização e o desenvolvimento dos minerais industriais crescem a cada ano e seu uso nas mais diversas áreas reforça sua importância para a sociedade moderna. Fertilizantes, materiais cerâmicos, cargas minerais e agregados para construção civil, são exemplos de materiais utilizados diariamente em diversos seguimentos industriais.

O aumento de pesquisas e conhecimento sobre os minerais industriais expande as possibilidades de utilizações, uma vez que cada mineral interfere diferentemente na correção de defeitos e em diversas propriedades do meio com o qual interage. Características como: porosidade e área superficial específica, resistência química, mecânica e térmica, lavabilidade e polimento, flexibilidade, brilho e cor são alguns exemplos de propriedades que podem ser alteradas com a inserção de uma rocha ou mineral em um polímero, por exemplo.

Segundo CIMINELLI, 2005, conhecer as particularidades dos minerais industriais, diferenciando-os dos metálicos que caracterizam a cultura mineral predominante no país, e identificar onde e como ele pode ser utilizado, são fatores determinantes para a valorização desse setor mineral. Aplicações podem ser obtidas através de ativações superficiais com aditivos orgânicos ou inorgânicos, combinações de minerais, processos químicos como sulfatações ou térmicos, como calcinações e sinterizações. Esses fatos reforçam a importância das pesquisas relacionadas a minerais industriais.

A busca pelo conhecimento e a utilização plena dos produtos explorados, estimula o desenvolvimento e a pesquisa por novas características e propriedades minerais, e este trabalho, de caracterização das rochas; serpentinito e esteatito da Mina Mostardas, localizada no município de Nova Lima/MG, surge dentro desse contexto, e, mesmo já tendo sido bastante estudadas, algumas características específicas ainda são desconhecidas, assim como suas propriedades, após passar por calcinações e separações magnéticas.

As litologias, serpentinito e esteatito, representam grande parte das rochas presentes no depósito mineral em questão. O serpentinito, e suas variações tipológicas, é composto

principalmente por silicatos de magnésio, ele existe em diversas partes do mundo: na Itália, é utilizado como rocha ornamental, na Austrália, como refratário, na Nova Zelândia, tem grande destaque como fertilizante e nos Estados Unidos, segundo SHANK (2014), onde é usado como fundente para o processo siderúrgico, além de utilizado como revestimento e agregado na construção civil.

O conhecimento sobre as características físico-químicas se torna fundamental para viabilizar novas aplicações e é com esse objetivo que este trabalho de mestrado pretende desenvolver uma profunda pesquisa sobre as rochas serpentinito e esteatito, não apenas na sua composição *in natura*, mas também após passarem por processos de moagem, calcinação e separação magnética.

## 2. OBJETIVOS

Caracterizar detalhadamente duas tipologias das rochas; serpentinito e esteatito, após passarem por processo de moagem em moinho pendular, em duas granulometrias, fina ( $100\% < 1000 \mu\text{m}$ ) e ultrafina ( $100\% < 35 \mu\text{m}$ ). Pretende-se identificar os minerais presentes, composição química e distribuição granulométrica para auxiliar o entendimento do desempenho funcional nas aplicações atuais além de produzir informações que subsidiem novas utilizações. Também realizar caracterização microestrutural destas amostras.

Caracterizar também minuciosamente os calcinados a  $1200^\circ\text{C}$ , obtidos a partir das mesmas rochas. Esta caracterização será fundamental para identificar as mudanças de fases e as alterações das fases portadoras de Fe.

Realizar testes de separação magnética em baixo campo (800 Gauss), nas amostras cruas e calcinadas, para avaliar as características das fases portadoras de Fe em cada amostra.

### **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

É apresentada neste capítulo uma breve revisão da literatura técnica, compreendendo aspectos gerais sobre a rocha serpentinito e esteatito, sobre sua formação geológica, algumas utilizações já consolidadas e outras que ainda são temas de pesquisas.

#### **3.1. Reservas Minerais no Brasil**

No Brasil, atualmente existem 51 processos ativos de serpentinito no Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), sendo um deles da empresa Pedras Congonhas. As reservas desta rocha estão distribuídas em praticamente todas as regiões do país, podendo ser encontrada nos estados da Bahia, Goiás, Tocantins, Rio Grande do Norte, Minas Gerais, Pará, Paraná, Rio Grande do Sul, Santa Catarina, São Paulo, Espírito Santo. Já para o esteatito existem no DNPM atualmente apenas cinco processos ativos, quatro no estado de Minas Gerais e apenas um em Goiás (DNPM, 2017).

#### **3.2. Histórico da empresa Pedras Congonhas e da Mina Mostardas**

Fundada em 14 de maio de 1971, a Pedras Congonhas Extração Arte Industria Ltda é detentora do direito minerário de uma área de serpentinito no Córrego dos Boiadeiros em Nova Lima/MG, onde está localizada a Mina Mostardas, ela dedicou-se a extração de blocos de pedra sabão (esteatito) e de serpentinito, para emprego ornamental. A produção de rochas ornamentais foi interrompida em 1985, quando a Empresa passou a se dedicar exclusivamente ao mercado siderúrgico, fornecendo serpentinito como fundente básico (fonte de MgO) para sinterizações.

Ao longo de seus 46 anos, esta empresa apresenta um histórico variado de trabalhos, pesquisas geológicas e tecnológicas com o objetivo de viabilizar novos produtos, influenciada, principalmente pelo aumento do conhecimento e por novas tecnologias de processamento e tratamento de seu minério.

O trabalho de reavaliação de reservas realizado em 2006 caracterizou o serpentinito e o classificou em friável e compacto, sendo que o material friável continuou sendo utilizado na siderurgia e o compacto passou a ser utilizado como agregado para a construção civil a partir dos anos 2000, nessa mesma época o serpentinito que passou a ser estudado como remineralizador de solos através de rochagem.

Como trabalhos recentes realizados com os minérios da Pedras Congonhas, pode-se citar a utilização do serpentinito no tratamento de águas como adsorvente de surfactantes (TRIBST, C.C.L., 2014), e como catalizador para produção de biodiesel (BALLOTIN, F. C., 2016). O esteatito foi estudado por PINTO *et al.* (2011), como componente de espumas de poliuretano flexível e por ORÉFICE *et al.* (2012), onde avaliou o comportamento do polipropileno e polietileno de alta e baixa densidade com a adição desse mineral.

Atualmente a Pedras Congonhas utiliza sua rocha como agregado na construção civil (PIZARRO *et al.*, 2006), como fundente na siderurgia (SUSAKI, K. 2008), como remineralizador de solos na agricultura (KONDORFER *et al.*, 2002), como carga mineral na indústria de plástico e vulcanização de borracha e como agente anticlustering na pelotização de minério de ferro (PEREIRA, J.G., 2012).

### **3.3. Geologia: serpentinito e esteatito**

Serpentinitos são rochas constituídas principalmente por minerais do grupo da serpentina, é formado pela hidratação de rochas ultramáficas ricas em olivina a temperaturas relativamente baixas. Os principais minerais ricos em Mg (olivina, ortopiroxênio e clinopiroxênio) são substituídos por minerais hidratados de silicato de magnésio em camadas (serpentinhas), magnetita e em alguns casos brucita [Mg(OH)<sub>2</sub>]. (EVANS *et al.* 2013).

Os serpentinitos são rochas oriundas de metamorfismo hidrotermal de dunitos e peridotitos, compostas principalmente de serpentina. O nome serpentina define o subgrupo de minerais filossilicatos 1:1, com sítios trioctaedrais preenchidos por cátions

diversos, como  $Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Zn^{+2}$ ,  $Cr^{+3}$  e  $Al^{+3}$ . Os minerais que compõem a serpentina são: a crisotila, a lizardita e a antigorita, todos com a fórmula química próxima de  $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ . Outros minerais comuns encontrados em serpentinitos são a cromita e a magnetita (PINTO *et al.*, 2009).

É uma rocha de granulação fina, verde escuro (comumente cruzada por veios de crisotila ou calcita), cuja densidade é significativamente menor que a do peridotito primário, além de ter susceptibilidade magnética.

As principais características da rocha serpentinito; uma rocha ígnea, contendo composição ultrabásica, possuindo cerca de 45% de sílica, composta por minerais do grupo da serpentina, como antigorita (FIGURA3-1), lizardita(FIGURA3-2) e crisotila (FIGURA3-3).

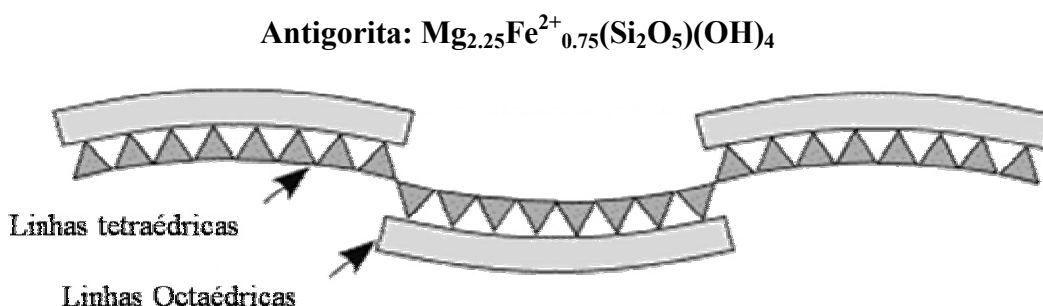


FIGURA 3-1 Estrutura cristalina do mineral antigorita, onde são mostradas as linhas tetraédricas e octaédricas alternadas e onduladas. (THOMAS *et al.*, 2004)

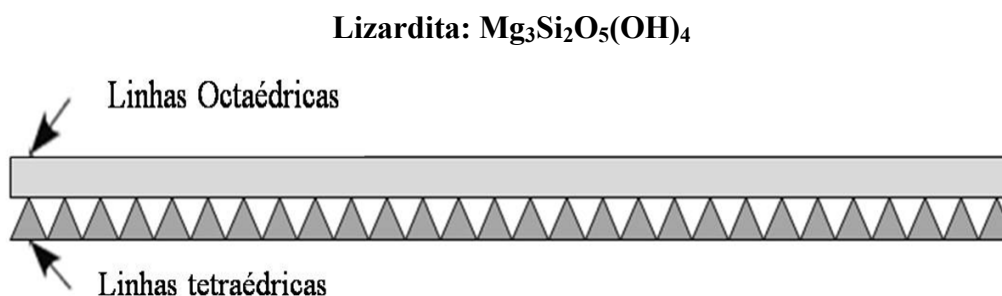


Figura 3-2: Estrutura cristalina do mineral lizardita, onde são mostradas as linhas tetraédricas e octaédricas planas. (THOMAS *et al.*, 2004)



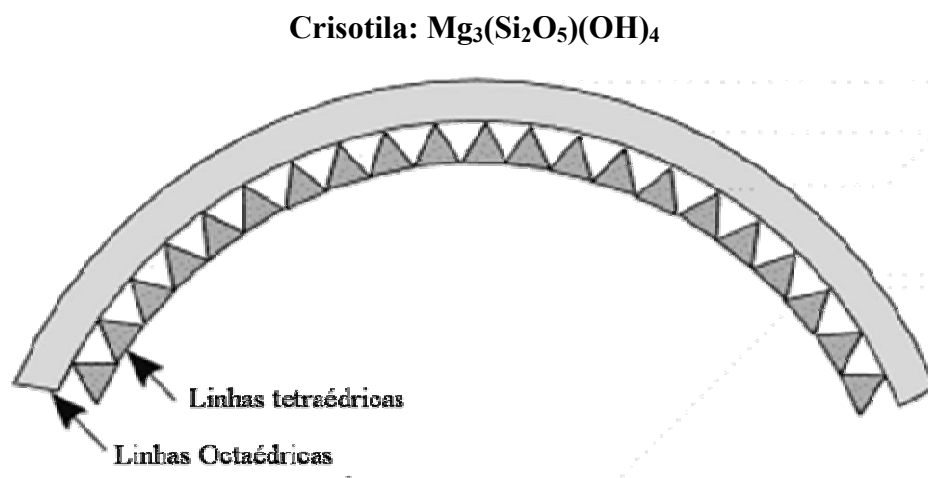


FIGURA 3-3: Estrutura cristalina do mineral crisotila, onde são mostradas as linhas tetraédricas e octaédricas organizadas de forma curva. (THOMAS *et al.*, 2004)

DEER *et al.* (2009), descreve de maneira muito completa sobre a formação dos serpentinitos. Sua origem mineralógica está ligada ao metamorfismo de baixo grau com forte hidratação de rochas ultramáficas. O metamorfismo da rocha com pressão parcial de  $CO_2$  crescente provoca o deslocamento do magnésio das fases silicáticas para fases carbonáticas e o silicato associado na reação se torna mais silicoso do que a serpentina, como por exemplo, o talco  $Mg_6(Si_8O_{20})(OH)_4$ . A maior pressão de  $CO_2$  leva à formação do esteatito,  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ . O esteatito analisado da mina Mostardas é encontrado envolto pelo corpo de serpentinito (FIGURA 3-4).



FIGURA 3-4: Corpo de esteatito inserido no serpentinito

O esteatito configura uma rocha de tonalidade acinzentada, especialmente associada ao serpentinito. Os esteatitos são usualmente formados por diversos minerais, entre os quais se destacam o talco  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$  e a dolomita  $CaMg(CO_3)_2$ . Também são encontrados no esteatito alguns minerais acessórios como a magnetita, (DEER *et al.*, 1992). A mineralogia do esteatito é composta por talco, carbonato e quantidades menores de tremolita e serpentinas (FERNANDES, 2016). Outros autores (PIZARRO *et al.*, 2006) denominam esse tipo de rocha como metapiroxenito, contudo, nesse trabalho, foi adotada a nomenclatura esteatito para essa tipologia.

Uma das possíveis paragêneses do talco pode se dar pela reação a seguir (DEER *et al.*, 1992):



Assim, as rochas, serpentinito e esteatito dessa mina, podem reunir algumas variações na composição mineralógica, com maiores ou menores concentrações de serpentinas, minerais carbonáticos e calcíferos, além de magnetita e anfibólios.

### 3.3.1. Geologia Local da Mina Mostardas

A Mina Mostardas encontra-se inserida no contexto geológico do Quadrilátero Ferrífero (QF), (FIGURA 3-5). A descrição geológica apresentada nos capítulos seguintes teve como base os trabalhos de COSTA (1995), PIZARRO *et al.* (2006) e FERNANDES (2016).

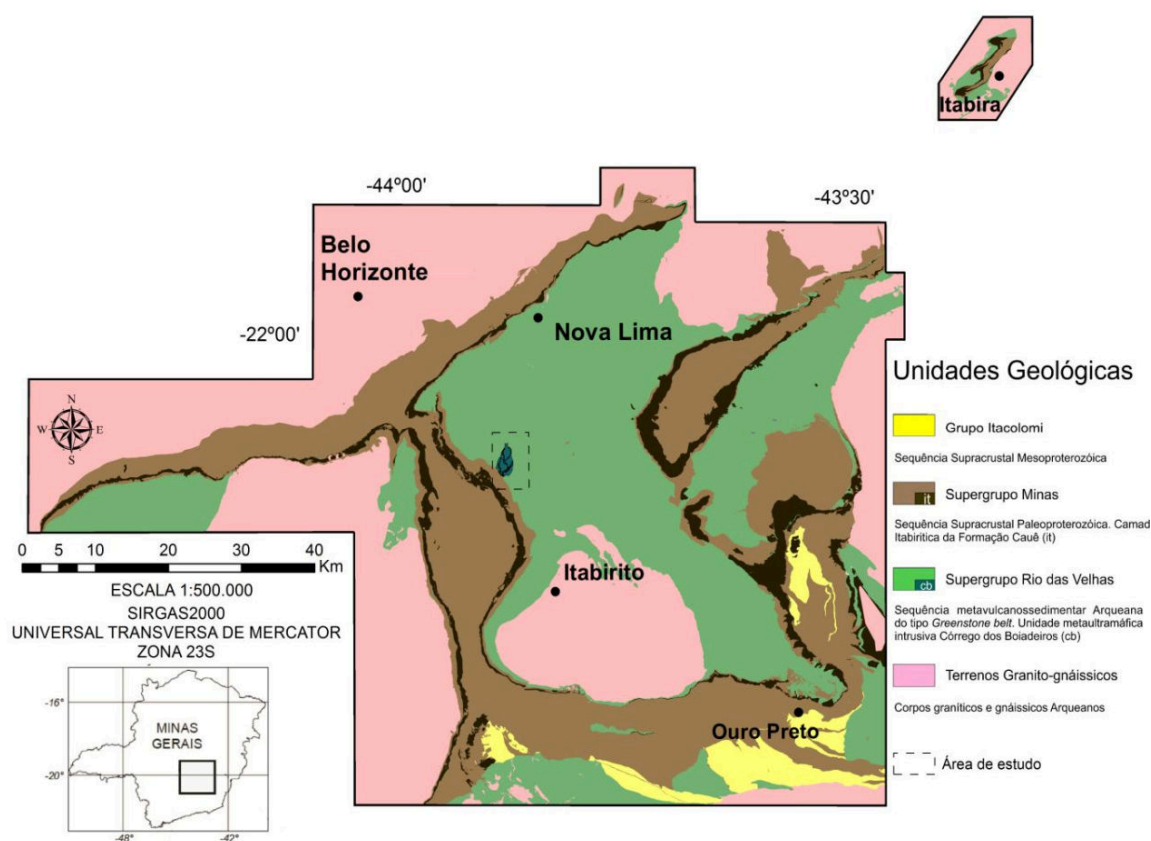


FIGURA 3-5: Mapa geológico regional do Quadrilátero Ferrífero com área de estudo assinalada. (ALKMIM *et al.*, 1998).

A geologia do polígono, onde está inserida a Mina Mostardas da Pedras Congonhas Ltda., apresenta localmente as seguintes unidades geológicas: Grupo Caraça, Grupo Nova Lima e o Complexo Córrego dos Boiadeiros (FIGURA 3-6).

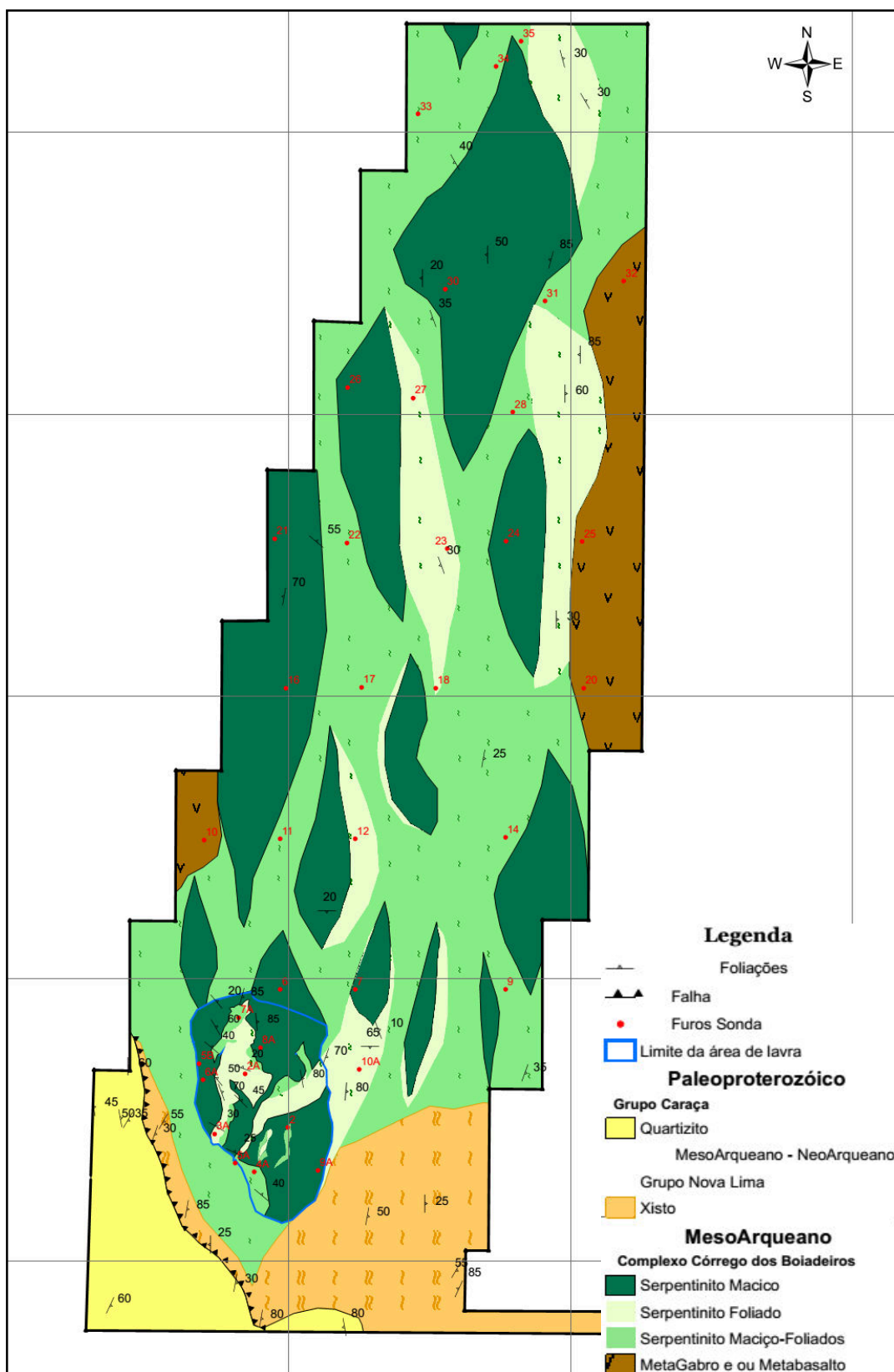


FIGURA 3-6: Mapa geológico da área do polígono minerário da empresa Pedras Congonhas Extração Arte e Ind. Ltda. (PIZARRO *et al.*, 2006).

### 3.3.2. Supergrupo Rio das Velhas (SGRV)

O trabalho de FERNANDES (2016) apresenta a TABELA 3-1, onde agrupa as inúmeras subdivisões estratigráficas propostas para o SGRV.

TABELA 3-1: Subdivisões estratigráficas propostas para o SGRV.

|                                 | <b>Grupo</b><br><i>Dorr 1969</i><br><i>Schorscher</i><br><i>1979</i> | <b>Formação</b><br><i>O'Rouke</i><br><i>1957</i><br><i>Gair 1962</i> | <b>Unidade</b><br><i>Ladeira 1980</i> | <b>Unidade</b><br><i>Zuchetti et al. 1996</i> | <b>Associação de</b><br><b>fácies</b><br><i>Zuchetti et al. 1998</i> |
|---------------------------------|--|--|---------------------------------------|---|--|
| Supergrupo<br>Rio das<br>Velhas | Maquiné  | Casa Forte   | –                                     | Capanema                                      | Não-Marinha  |
|                                 |  |  |                                       | Córrego do Engenho                            |  |
|                                 |  |  |                                       | Jaguará                                       |  |
|                                 |  |  |                                       | Chica Donda                                   |  |
|                                 |  | Palmital   |                                       | Rio das Pedras                                | Ressedimentada   |
|                                 | Nova<br>Lima   | –  | Metassedimentar<br>Clástica           | Andaimes                                      | Costeira/Litorânea   |
|                                 |  |  |                                       | Pau D'Óleo                                    |  |
|                                 |  |  |                                       | Córrego da Paina                              | Ressedimentada   |
|                                 |  |  |                                       | Fazenda Velha                                 |  |
|                                 |  |  |                                       | Catarina Mendes                               |  |
|                                 |  |  |                                       | Córrego do Sítio                              |  |
|                                 |  |  | Mindá                                 |   |  |
|                                 |  |  | Metassedimentar<br>Química            | Mestre Caetano                                | Vulcanoclástica  |
|                                 |  |  |                                       | Ribeirão Vermelho                             |  |
|                                 |  |  |                                       | Santa Quitéria                                | Sedimentar química-<br>pelítica                                      |
|                                 |  |  | Metavulcânica                         | Morro Vermelho                                | Vulcanossedimentar-<br>química                                       |
|                                 | Ouro Fino  | Vulcânica-plutônica<br>Máfico-Ultramáfica                            |                                       |   |  |
| Quebra<br>Osso                  |  | –  |                                       | Vulcânica-plutônica<br>Máfico-Ultramáfica     |  |

PIZARRO *et al.*(2006), no seu trabalho de reavaliação de reservas, trata de maneira mais simplificada essa divisão estratigráfica. Devido ao seu trabalho ter sido concentrado na área do polígono minerário da empresa, ele representa o SGRV, da base para o topo, por:

- Complexo Metaultramáfico Córrego dos Boiadeiros (CMCB);
- Rochas metaintrusivas;
- Grupo Nova Lima.

### 3.3.3. Complexo Metaultramáfico Córrego dos Boiadeiros (CMCB)

Segundo COSTA.(1995), o CMCB exibe a forma de um corpo alongado, com direção N-S, com cerca de 5 km de extensão por 2 km de largura. É composto por serpentinitos, metapiroxenitos (esteatitos) e talco xistos. O serpentinito corresponde ao litotipo de maior extensão areal. Em função das variações texturais/estruturais, é possível distinguir duas variedades de serpentinitos os foliados e os maciços. Os primeiros correspondem àqueles afetados por intensa deformação cisalhante, de natureza dúctil-rúptil, enquanto que os maciços referem-se aos termos não cisalhados ou pouco foliados.

As rochas metaultramáficas e metamáficas do Corpo Córrego dos Boiadeiros encontram-se empurradas sobre os quartzitos da Formação Moeda (Grupo Caraça) a sudoeste. As estruturas estritamente rúpteis ocorrem indiscriminadamente por toda a área de estudo. Correspondem a uma rede de fraturas sem orientação preferencial segundo uma malha caótica e de difícil caracterização (FERNANDES 2016).

Os serpentinitos foliados descritos por COSTA.(1995) apresentam granulação fina, coloração verde com tonalidades escuras e grande fissilidade. Exibem como mineralogia: antigorita, magnetita, clorita, talco e carbonatos subordinadamente. A foliação anastomosada que o caracteriza é definida pela orientação das lamelas de serpentina. É comum a ocorrência de veios preenchidos por antigoritas (com espessuras milimétricas a decimétricas). Há possibilidade destes veios se formarem a partir da deformação e recristalização da crisotila.

Os serpentinitos maciços têm granulação variando de média a grossa. Variam de indeformados a pouco deformados. Ocorrem geralmente fraturados com padrões retangulares a romboédricos. Estas fraturas podem ser preenchidas por crisotilas. Sua mineralogia é constituída por: antigorita, crisotila, lizardita, minerais opacos (ilmenita principalmente), clorita, tremolita, talco e carbonato (magnesita). Na área da mina, é possível a distinção dos serpentinitos foliados-maciços cujo critério de definição foi à ocorrência de serpentinitos foliados envoltos por lentes de serpentinitos maciços com dimensões decimétricas (COSTA, 1995).

Segundo FERNANDES (2016), a mineralogia do esteatito é composta por talco, carbonato e quantidades menores de tremolita e serpentinas. Em termos microestruturais a rocha é inequigranular granolepidoblástica. As porções lepidoblásticas são constituídas por finos agregados orientados de talco, ao passo que as porções granoblásticas se traduzem nos agregados de carbonato granular a sacaroidal, apresentam colorações gradando de esverdeadas a acinzentadas.

Os talcos xistos se posicionam em faixas de direção geral N-S, geralmente com larguras no máximo de dez metros, ocorrendo preferencialmente nos contatos entre os serpentinitos e os xistos do Grupo Nova Lima (bordas SW e E da área). São observados também na forma de estruturas envolvendo núcleos de serpentinitos maciços. Podem originar-se a partir da milonitização, em zonas de cisalhamento dúcteis, de cumulos ultramáficos (COSTA, 1995).

#### **3.3.4. Rochas metaintrusivas**

As rochas metabásicas da área correspondem a metagabros e metabasaltos, do CMCB, apresentam-se com aspecto maciço, coloração verde acinzentada essencialmente composta por grãos de anfibólio e plagioclásio, com granulação fina a grossa. Na região de contato com as rochas do CMCB estas metabásicas encontram-se com uma foliação milonítica caracterizada pela orientação anastomosada dos minerais máficos (PIZARRO *et al.*, 2006).

#### **3.3.5. Grupo Nova Lima**

As rochas do Grupo Nova Lima afloram nas porções SW e SE do polígono da mineração Pedras Congonhas ocupando aproximadamente 10% da área. Na porção SW tem contato de lapa com os quartzitos do Grupo Caraça, Supergrupo Minas, com situação estratigráfica invertida e contato de capa com os serpentinitos e talco-xistos integrantes do Complexo Metaultramáfico Córrego Boiadeiro correspondem a tremolita-actinolita-clorita xistos, sericita-quartzo xistos e filitos de coloração esverdeada a acinzentada, bastante deformados (COSTA, 1995).

### 3.3.6. Supergrupo Minas (SGM)

As rochas do SGM encontram-se no extremo SW, representando apenas 5,7% da área do polígono minerário. Correspondem a quartzitos, filitos e quartzo-sericita xistos da Formação Moeda-Grupo Caraça, integrantes do flanco E invertido do Sinclinal Moeda, estando em contato com os litotipos do SGRV por falha de cavalgamento (COSTA, 1995).

### 3.4. Utilizações do serpentinito e esteatito

Existem diversas referências que tratam das utilizações do serpentinito e esteatito, uma delas é no processo de sinterização. HONORATO (2005) descreve a preferência pelo uso de fundentes silicatados como o serpentinito como fonte de MgO, ao invés dos carbonatos (dolomita) para melhoria das propriedades a quente do sinter dentro do alto-forno. Devido, principalmente, a reatividade do primeiro ser melhor que o segundo, melhorando a qualidade física do sinter e produtividade das plantas de sinterização.

ISMAEIL *et al.* (2007) e WAGNER *et al.* (1972) destacam a utilização do serpentinito e esteatito como rocha ornamental, sendo essa, inclusive a primeira aplicação do serpentinito pela empresa Pedras Congonhas em 1971, ano de sua fundação.

Como possíveis aplicações, são descritos o uso potencial no tratamento de drenagens ácidas de minas elevando a alcalinidade do sistema (BERNIER, 2005); e na produção de óxido de magnésio através de ataques ácidos. A tecnologia usada para obter óxido de magnésio a partir de soluções inclui as seguintes etapas: precipitação de hidróxido de magnésio, filtração, lavagem da pasta Mg(OH)<sub>2</sub>, secagem e calcinação de Mg(OH)<sub>2</sub> a MgO (GLADIKOVA *et al.* 2007).

TEIR (2009) avalia o potencial da rocha serpentinito na produção de hidromagnesita através da fixação de dióxido de carbono, onde é verificada a viabilidade do processo para a produção de hidromagnesita, sílica amorfa e óxido de ferro.



ALVES (2011) avalia a dissolução do silicato de magnésio através de ataques ácidos produzindo carbonato de magnésio além da possibilidade de sequestro de gás carbônico (CO<sub>2</sub>) durante a formação do carbonato. Entre os principais resultados obtidos pode-se citar, que o serpentinito é, de fato, adequado para o processo de carbonatação, devido à alta concentração de Mg em sua composição.

A produção de pelotas de minério de ferro empregando o serpentinito como fonte de MgO é descrita por FONSECA (2003). Uma avaliação do serpentinito como carga mineral empregada em polímeros é feita por SCHENEIDER (2008) e PINTO (2011). CIMINELLI (2005) cita o uso do talco como carga mineral, sendo o talco um dos principais minerais que compõe o esteatito.

### **3.4.1. Rochas e Minerais na Agricultura**

O uso de rochas na agricultura, principalmente rochas básicas e ultrabásicas, consiste em uma técnica de fertilização natural que, além de corrigir a acidez do solo, contribui com a reposição dos nutrientes. Esta técnica, denominada de rochagem ou remineralização do solo, se resume na adição do pó de rocha ao solo que, pelo intemperismo químico, no qual a água possui ação solvente, decompõe o pó de rocha lentamente e, desse modo, os nutrientes são liberados gradualmente.

A velocidade de reação entre os minerais e o solo é diretamente influenciada pelas impurezas que o compõe, a ação de micro-organismos existentes, a granulometria da rocha, além da umidade.

A utilização desses novos insumos minerais na agricultura, além de corrigir a acidez do solo, contribui com a reposição de nutrientes, o que reduz o consumo de fertilizantes industriais. Assim, os efeitos benéficos para a fertilidade do solo e a nutrição das plantas podem ampliar o potencial de uso de rochas como corretivos de solos e, desta forma, agregar valor a estas novas fontes de insumos alternativos, em virtude do seu efeito multinutriente e condicionador de solos (SILVEROL *et al.*, 2007). No entanto, uma rocha ou rejeito só deve ser incorporado ao solo quando não prejudicar suas

características originais, mas beneficiar, de algum modo, a adaptação das culturas (FALCÃO, 2005).

### **3.4.2. O serpentinito na agricultura**

O emprego do serpentinito na agricultura sustentável é proposto por ZAIDAN (2003), como fonte de silício para o solo agricultável, na cultura de arroz. Outros autores, como KONDORFER *et al.* (2003) e TEIXEIRA (2010) indicam a possibilidade de uso de serpentinito para a agricultura, como fonte de silício e magnésio, agindo como remineralizador e corretivo de solos.

Os agrominerais que podem ser empregados para o solo agricultável, são avaliados por LUZ *et al.* (2010), entre eles o serpentinito, como corretivo de acidez de solo e como promotor da liberação lenta de silicatos e micronutrientes para as culturas. Estes autores descrevem vários minerais que podem adicionar elementos nutrientes ao solo, de forma conjunta e não isoladamente.

Uma comparação entre o serpentinito e outras fontes de magnésio usadas na cultura do café tais como sulfato de magnésio e fertilizantes químicos disponíveis no mercado é feita por SANTINATO *et al.* (2012), e conclui que seu emprego corrigiu a deficiência de magnésio do solo e ainda causou um aumento expressivo da produtividade da planta. TEIXEIRA (2010) comprova que o serpentinito age como corretivo de solos ácidos em Andorinha, Bahia, através da confirmação da elevação do pH do solo.

### **3.4.3. O serpentinito na indústria de polímeros/compósitos**

Durante os últimos anos, um substancial desenvolvimento de compósitos para aplicações estruturais na indústria foi observado e uma das principais motivações desta grande evolução foi à possibilidade de se produzir compósitos com propriedades mecânicas adequadas as necessidades da sua utilização. O objetivo principal em se produzir compósitos é combinar diferentes materiais para produzir um único dispositivo com propriedades superiores às dos componentes unitários.

Em compósitos com polímeros, as cargas minerais são usadas devido a várias razões: redução de custo, melhorar o processamento, controle de densidade, efeitos ópticos, controle de expansão térmica, retardamento de chama, condutividade térmica, resistência elétrica e susceptibilidade magnética, além da melhora das propriedades mecânicas, tais como a dureza e a resistência ao rasgo (CIMINELLI, 1988).

É fato que a utilização de cargas minerais em polímeros possibilita inúmeras variações e resultados que podem surpreender de maneira muito positiva, destacando propriedades do polímero reforçado como as listadas a seguir:

- Maiores rigidez, resistência e estabilidade dimensional;
- Maior tenacidade ou resistência ao impacto;
- Maior resistência à deformação com a temperatura;
- Maior capacidade de amortecimento;
- Permeabilidade reduzida;
- Mais baixo custo (no caso de os agentes de reforço serem menos onerosos que o próprio polímero).

A obtenção de várias dessas vantagens depende dos parâmetros do sistema escolhido: tipo, forma e concentração dos componentes e propriedades interfaciais. Embasado pelo desenvolvimento de novas aplicações a Pedras Congonhas, junto com o Laboratório de Engenharia de Polímeros e Compósitos da Universidade Federal de Minas Gerais sob a coordenação do Professor Rodrigo L. Oréfice desenvolveu nos anos de 2012 e 2013 uma série de cinco relatórios que fizeram parte do trabalho, polímeros contendo serpentinito, que teve entre os objetivos, determinar a influência da adição do serpentinito no comportamento reológico e propriedades mecânicas dos seguintes polímeros:

- Polipropileno (PP);
- Polietileno de baixa densidade (PEBD);
- Polietileno de alta densidade (PEAD).

Os resultados desses trabalhos foram muito promissores para os diversos tipos de polímeros utilizados na indústria, indicando potencial para novas pesquisas e testes industriais.

Com a adição de 10% de serpentinito em PP, tanto o módulo de elasticidade quanto a resistência mecânica foram aumentados de forma igual ou superior que as observadas quando foi usado carbonato de cálcio. Houve também uma pequena redução da resistência ao impacto quando comparado com a mesma propriedade referente ao PP puro, tal redução foi inferior à observada quando comparada a mesma adição de carbonato de cálcio. (ORÉFICE *et al.* 2012).

O estudo da morfologia das superfícies de fratura dos compósitos com PP mostrou que as etapas de processamento foram eficientes em favorecer uma redução do tamanho das partículas de serpentinito e orientação destas em função da direção de injeção. As partículas se mostraram bem dispersas e distribuídas pela matriz de polipropileno e com elevado grau de adesão em relação à matriz. Os resultados de análise térmica sugeriram que essa rocha pode exercer o papel de agente de nucleação para o polipropileno (ORÉFICE *et al.* 2012).

Testes com PEAD também foram desenvolvidos e a adição de 10% de serpentinito resultou no aumento do módulo de elasticidade, além de uma menor redução na deformação de fratura quando comparado com o PEAD contendo carbonato de cálcio. Nesses testes com PEAD os resultados de resistência ao impacto foram similares quando comparado ao carbonato (ORÉFICE *et al.* 2012).

Foi comprovada a possibilidade de preparação de concentrados com alta proporção de serpentinito (cerca de 50% em massa). A produção de concentrados é uma estratégia útil na indústria de conformação de plásticos, já que permite alta flexibilidade na formulação de materiais dentro de amplas faixas de composição. Foi demonstrada a viabilidade de se obter diferentes composições dos compósitos com serpentinito através de procedimentos de diluição dos concentrados a partir do uso de extrusora. As propriedades mecânicas dos compósitos obtidos a partir de concentrados mostraram

uma tendência de apresentar mais elevados valores do que amostras de mesma composição preparadas anteriormente sem o uso de concentrados (misturas formuladas já com as concentrações finais definidas). A presença de altas concentrações de serpentinito em compósitos (40% em massa) com PP, PEAD e PEBD permitiu ganhos significativos de módulo de elasticidade e resistência mecânica. Tais ganhos foram, em geral, superiores àqueles observados para misturas de mesma composição obtidas com carbonato de cálcio (ORÉFICE *et al.* 2012).

#### **3.4.4. Serpentinito na siderurgia**

O serpentinito da mina Mostardas passou a ser utilizado na siderurgia como fundente em 1979, nas siderúrgicas Usiminas e Cosipa, e durante praticamente três décadas atendeu as grandes siderúrgicas da região sudeste do Brasil.

Segundo SUSAKI (2008), as substâncias com propriedades fundentes utilizados na siderurgia são essencialmente CaO, MgO e SiO<sub>2</sub>. A principal substância fluxante é o CaF<sub>2</sub>. O calcário é o principal portador de CaO e pode ser utilizado bruto ou calcinado. Quando se objetiva determinado teor de MgO na escória, utiliza-se dolomito e ou seu equivalente calcinado, a cal dolomítica. A principal fonte de SiO<sub>2</sub> é o quartzito mas podem ser utilizados o dunito e o serpentinito, que contêm também MgO, o que permite balancear a carga de dolomito.

Os escorificantes são utilizados nas etapas de preparação da carga, redução, pré-tratamento de gusa, refino primário e refino secundário. As matérias-primas e os combustíveis contêm gangas e elementos indesejáveis, cuja remoção é feita ao longo de diversas etapas de processamento siderúrgico, via fase gasosa, caso do CO, ou, na maioria dos casos, por meio da escória. É impossível produzir aço totalmente isento de impurezas. Estas, na verdade, tendem a se distribuir entre o metal líquido e a escória, também líquida. Assim, é necessário formar a escória com características tais que apresentem máxima capacidade de absorção de impureza se, posteriormente, separá-la do metal líquido. Os escorificantes são utilizados justamente para a formação destas

escórias (SUSAKI, 2008), e o serpentinito devido a sua composição química pode ser utilizado como tal.

A utilização do serpentinito como matéria-prima na produção do sinter se justifica, pois, possibilita o aumento do teor de MgO neste processo e conseqüentemente a redução da susceptibilidade de desintegração do sinter, intensificada pela presença de hematita secundária, formada por reoxidação da magnetita produzida no processo de sinterização. Principalmente no caso da sinterização os serpentinitos são preferencialmente mais utilizados em relação a outros materiais como por exemplo a dolomita por apresentarem um maior teor em magnésio, o que permite uma maior resistência à corrosão, resistência mecânica e ductilidade.

### **3.4.5. Captura de CO<sub>2</sub> com serpentinito**

A utilização do serpentinito como alternativa para sequestro de CO<sub>2</sub> é uma dentre várias técnicas que vem sendo estudadas e desenvolvidas há alguns anos devido à grande repercussão que os temas aquecimento global e mudança climática causam atualmente na sociedade moderna.

Alguns autores desenvolveram trabalhos com o objetivo de buscar alternativas para mitigação dos gases de efeito estufa e entre as tecnologias propostas para o armazenamento de CO<sub>2</sub>, é destacado o armazenamento oceânico, o armazenamento geológico e a carbonatação.

A carbonatação consiste na reação de fixação do CO<sub>2</sub> em minerais ou resíduos industriais que contenham metais alcalino-terrosos, tais como cálcio (Ca) e magnésio (Mg), e/ou ferro (Fe). Por meio da passagem de um fluxo de gás CO<sub>2</sub> numa solução rica nesses metais, obtêm-se como produtos carbonatos estáveis (TEIR *et al.*, 2007).

Uma das formas de acelerar o processo de carbonatação é pelo aumento da área superficial, ou seja, por meio da redução da rocha ou do mineral de faixa granulométrica de 106-150µm para < 37µm. Com isto, ocorre um aumento na

conversão em carbonatos de 10% para 90 %, segundo a literatura (HUIJGEN *et al.*, 2003).

Outras formas de acelerar o processo de carbonatação são a agitação da reação e a adição de soluções ácidas e/ou básicas. TEIR *et al.* (2007) realizaram estudos envolvendo o serpentinito nos quais testaram vários ácidos (HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCOOH e CH<sub>3</sub>COOH) e bases (NaOH, KOH, NH<sub>3</sub>, NH<sub>4</sub>Cl) a fim de melhorar a eficiência de dissolução dos silicatos, ou seja, deixando os metais desejáveis mais disponíveis para posterior carbonatação. Segundo estes trabalhos, a dissolução realizada apenas em solução básica não foi satisfatória, diferentemente do ocorrido com as soluções ácidas, que propiciaram excelentes resultados de dissolução, principalmente com os ácidos HCl, HNO<sub>3</sub> e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Trabalhando com cristais do mineral olivina, PRIGGIOBE *et al.* (2009) verificaram que a utilização de soluções tais como HCl e C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>, antes da reação de carbonatação (na etapa de extração e /ou dissolução) e LiOH, para manter o pH entre 3 e 8, colaborou para a aceleração da reação, tanto na dissolução quanto na carbonatação mineral.

### **3.5. Análises**

Para caracterizar as amostras, diversas análises foram necessárias, além de alguns testes. São revistos aqui os aspectos mais importantes de cada metodologia utilizada, sendo divididas em subcapítulos.

#### **3.5.1. Análise granulométrica**

O conhecimento do tamanho e da distribuição do tamanho de partícula é um pré-requisito fundamental para muitas operações de produção e processamento envolvendo sistemas de materiais particulados. A distribuição do tamanho de partícula influi de maneira significativa em várias etapas de produção (transporte, compactação, sinterização, etc.) e na microestrutura do material, afetando a resistência mecânica, a densidade e as propriedades térmicas e elétricas dos produtos acabados. Portanto a sua

determinação é uma etapa crítica em todos os processos que de alguma maneira envolvam materiais na forma de pós. Caso realizada incorretamente, podem ser geradas perdas econômicas decorrentes de produtos de baixa qualidade e de altas taxas de rejeição (Jillavenkates *et al.*,2001).

A granulometria a laser faz parte de um conjunto de técnicas, onde as partículas são dispersas num fluido em movimento esse método é indicado para partículas menores que 38 $\mu\text{m}$ . Os limites de detecção para instrumentos convencionais são de 200 $\mu\text{m}$  a 0,150 $\mu\text{m}$  (laser de 650nm óptica simples), para instrumentos modernos de 200 $\mu\text{m}$  a 0,010 $\mu\text{m}$  (laser de 650nm e LED de 405nm óptica complexa).

As partículas causam descontinuidades no fluxo do fluido, que são detectadas por uma luz incidente, e correlacionadas com o tamanho de partícula. Ao atingir uma quantidade de partículas, a luz incidente sofre uma interação segundo quatro diferentes fenômenos (difração, refração, reflexão e absorção) formando um invólucro tridimensional de luz. O formato e o tamanho deste invólucro são afetados pelo índice de refração relativo da partícula no meio dispersante, pelo comprimento de onda da luz e pelo tamanho e formato da partícula. Detectores estrategicamente posicionados medem a intensidade e o ângulo da luz espalhada. O sinal dos detectores é então convertido para o cálculo da distribuição de tamanho de partícula através de algoritmos. Algumas fontes de erros são descritas a seguir: forma das partículas, diâmetro equivalente, agregação/dispersão das partículas, massas específicas aparentes, outras propriedades físicas, agitação da suspensão e diluição (concentração) da suspensão (BRANDÃO, 2013).

### **3.5.2. Análise química**

Na fluorescência de raios-X, o processo de excitação da amostra deve-se à irradiação de um feixe primário de raios-X, que resulta na produção de uma radiação secundária devido às emissões características dos elementos químicos presentes. Conhecendo-se os ângulos de reflexão e a intensidade da radiação, é possível não só identificar esses elementos, como proceder à quantificação. A análise quantitativa consiste na medida das linhas do espectro característico dos elementos procurados e do relacionamento de



valores de intensidade com sua concentração na matriz onde se encontram dispersos. O espectrômetro de fluorescência de raios x é um instrumento sequencial, com configuração WDS, que prioriza a alta intensidade da excitação, isto é, usa um tubo de anodo de ródio de alta intensidade (mínimo de 3000-4000 watt). O objetivo é minimizar o limite de detecção para todos os elementos químicos, atingindo a faixa de ppm e mesmo ppb, para vários elementos. (BRANDÃO, 2013).

### **3.5.3. Difração de raios-X**

Através dessa análise pode-se saber quais minerais compõem a rocha e quais alterações ocorreram após sua calcinação. Os raios-X são radiações eletromagnéticas com comprimentos de onda que se estendem de 0,1 a 1000 Angstroms, podendo ser polarizados, refletidos e difratados. O feixe difratado, sem mudança do comprimento de onda, resultante da dispersão dos raios-X pelos elétrons dos átomos do cristal, só é produzido se for satisfeita a equação de Bragg: ( $n\lambda=2d\sin\theta$ ), sendo  $\lambda$  o comprimento de onda dos raios difratados,  $d$  = distância dos átomos ou da rede de planos cristalinos – distância interplanar,  $n$  = número inteiro correspondente à ordem de difração e  $\theta$  o ângulo oblíquo ou ângulo de Bragg. Assim, cada substância cristalina tem um padrão de difração único e próprio. Os feixes de raios-X são produzidos pelo bombardeio do anodo por elétrons do catodo, acelerados por alta voltagem. O feixe monocromático de raios-X incidente na amostra é difratado em cada família de planos cristalinos, provocando uma interferência construtiva, detectada pelo contador de radiação e traduzida em termos de sinal eletrônico para um registrador gráfico. O material analisado pode ser um simples cristal ou uma substância mono ou policristalina sob forma de pó (BRANDÃO, 2013).

### **3.5.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite a obtenção de uma imagem ampliada e tridimensional da amostra a partir da interação de um feixe de elétrons com o material, desde que este seja não transparente aos elétrons. O princípio da microscopia eletrônica de varredura consiste na emissão de um feixe de elétrons por

um filamento de tungstênio, que concentrado, controlado e reduzido por um sistema de lentes eletromagnéticas e fendas, incide sobre a amostra, provocando uma série de emissões de sinais relacionados com a interação do feixe de elétrons (primários) incidente e a amostra. As imagens geradas por elétrons secundários (elétrons emitidos a partir do material da amostra) oferecem melhor resolução espacial e, também, melhor visão da topografia do material, enquanto que as imagens geradas por elétrons retroespalhados (elétrons primários defletidos), por sua vez, oferecem informação acerca do número atômico dos elementos químicos presentes (BRANDÃO, 2013).

### **3.5.5. Espectroscopia por dispersão de energia (EDS)**

Este tipo de análise usa um material semicondutor, para detectar os raios-X, e um analisador multicanal que converte a energia de raios-X em uma contagem eletrônica. A partir do valor acumulado destas contagens é criado um espectro que representa a análise química da amostra. Para a análise quantitativa dos elementos, utilizam-se padrões com concentrações conhecidas dos elementos a serem analisados. Apesar da técnica EDS ser uma análise de espectroscopia, ela é usualmente apresentada juntamente com a microscopia eletrônica de varredura pela sua disponibilidade nestes equipamentos. De acordo com SKOOG *et al.* (1998), na espectroscopia por dispersão em energia (EDS), a intensidade de raios-X emitida por vários elementos em um material é aproximadamente proporcional às frações em peso de cada elemento que emite radiação.

### **3.5.6. Análise de área superficial específica (ASE)**

A análise de ASE fornece o total da área exposta do material particulado, por unidade de massa. Dentre os fatores que influenciam na ASE tem-se: distribuição dos tamanhos das partículas, distribuição dos poros, forma das partículas, rugosidade da superfície. À medida que se pulveriza o material, a área superficial aumenta.

### 3.5.7. Espectroscopia Mossbauer (EM)

A espectrometria Mössbauer foi utilizada na identificação das fases de Fe das amostras in natura e após a calcinação. Para poder detectar uma absorção deve-se (como em qualquer espectroscopia) criar e destruir as condições de ressonância, ou seja, tem-se que ter um dispositivo que possa variar a energia dos fótons emitidos. Na espectroscopia Mössbauer (EM) isto é feito pelo acréscimo de energia Doppler ao fóton quando se põe a fonte emissora em movimento:  $\delta E = (v_x/c)E\gamma$ . As experiências de EM necessitam de uma fonte (ancorada a um oscilador eletromecânico que se move com velocidade  $v_x$ ) e de um absorvedor. Utiliza-se uma fonte monocromática (onde os níveis de energia do estado Mössbauer estão degenerados), constituindo esta uma referência para analisar as interações hiperfinas no absorvedor. A energia do fóton emitido ou absorvido sem excitação de fótons é determinada principalmente pelas propriedades nucleares, mas também é afetada, ainda que em escala muito menor, pela distribuição eletrônica externa ao núcleo (interações hiperfinas).

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Localização

As amostras estudadas neste trabalho são duas tipologias, serpentinito (SPT) e esteatito (EST), mapeadas na área da cava, que se encontra na porção sul do polígono minerário localizado no interior do município de Nova Lima, região centro-sudeste de Minas Gerais (FIGURA 4-1).

A área de estudo, situa-se nas adjacências do distrito Rio do Peixe, é balizada a oeste pelo Sinclinal Moeda e a sudeste pelo Rio do Peixe, delimitada pelos vértices NW (7780300m 616000m), SE (7773000m 618300m), zona 23S, localiza-se no interior do município de Nova Lima, região centro-sudeste de Minas Gerais. Situa-se nas adjacências do distrito Rio do Peixe e das mineradoras Pedras Congonhas Extração Arte & Indústria Ltda. e Extramil. A área é balizada a oeste pelo Sinclinal Moeda e a sudeste

pelo Rio do Peixe. O acesso à área de estudo, a partir da capital mineira Belo Horizonte, se dá através da BR-040 sentido Sul, em um translado de cerca de 26 km em direção ao Centro de Tecnologia de Ferrosos (CTF) – VALE. Em seguida faz-se necessário percorrer cerca de 15 km de estradas vicinais que dão acesso às minas Capitão do Mato (VALE), Extrativa Mineral, Extramil e Pedras Congonhas. Tendo como ponto de partida a cidade de Ouro Preto, o acesso ao local se faz a partir da BR- 356 em direção à BR-040 e ao (CTF) – VALE em um trajeto de aproximadamente 74 km. Posteriormente deve-se percorrer os 15 km de vias não pavimentadas restantes.

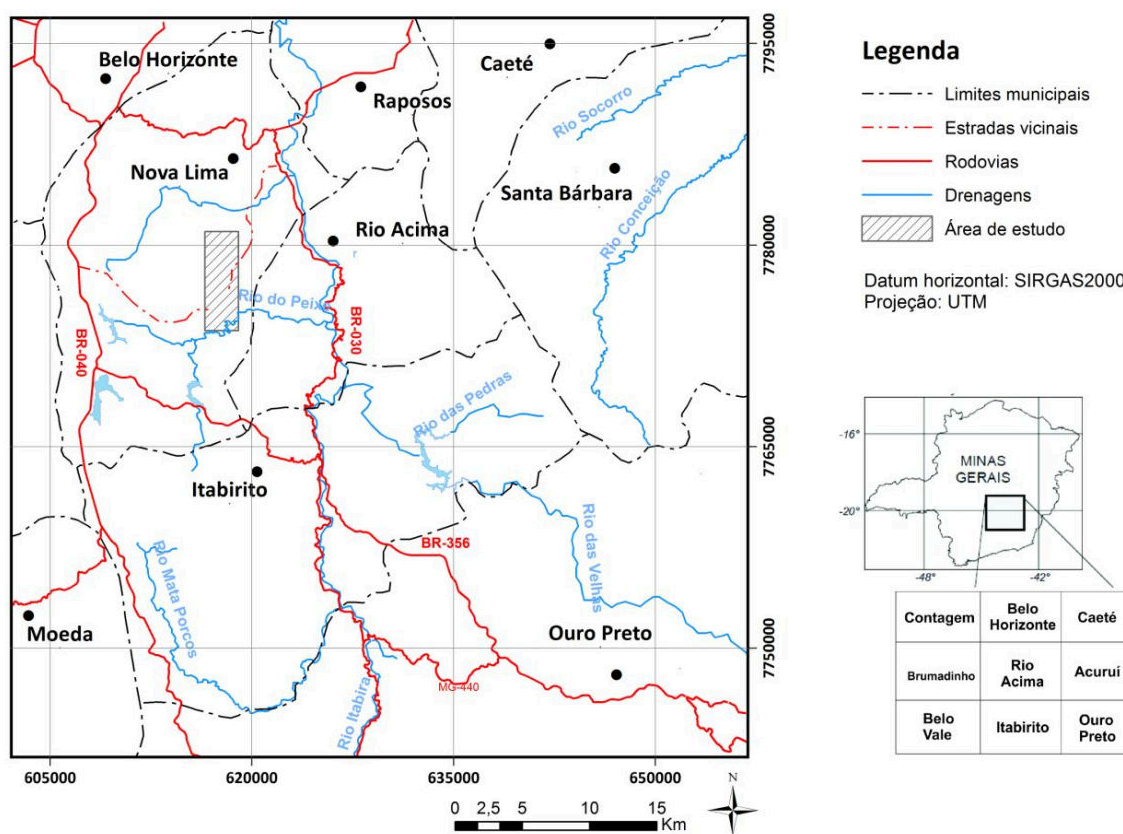


FIGURA 4-1: Mapa de localização da área de estudo, demarcada pelo polígono hachurado. (FERNANDES, 2016)

## 4.2. Preparação e coleta das amostras

A seleção e coleta dos materiais seguiu a rotina utilizada na mineradora. Atualmente a empresa Pedras Congonhas já trabalha com essas duas tipologias de maneira separada para atender requisitos de qualidade na sua linha de produtos, são utilizados critérios geológicos, mapeamento e descrição geológica; e químicos, análise química, para diferenciar esses as tipologias de acordo com a FIGURA 4-2 e TABELA 4-1.

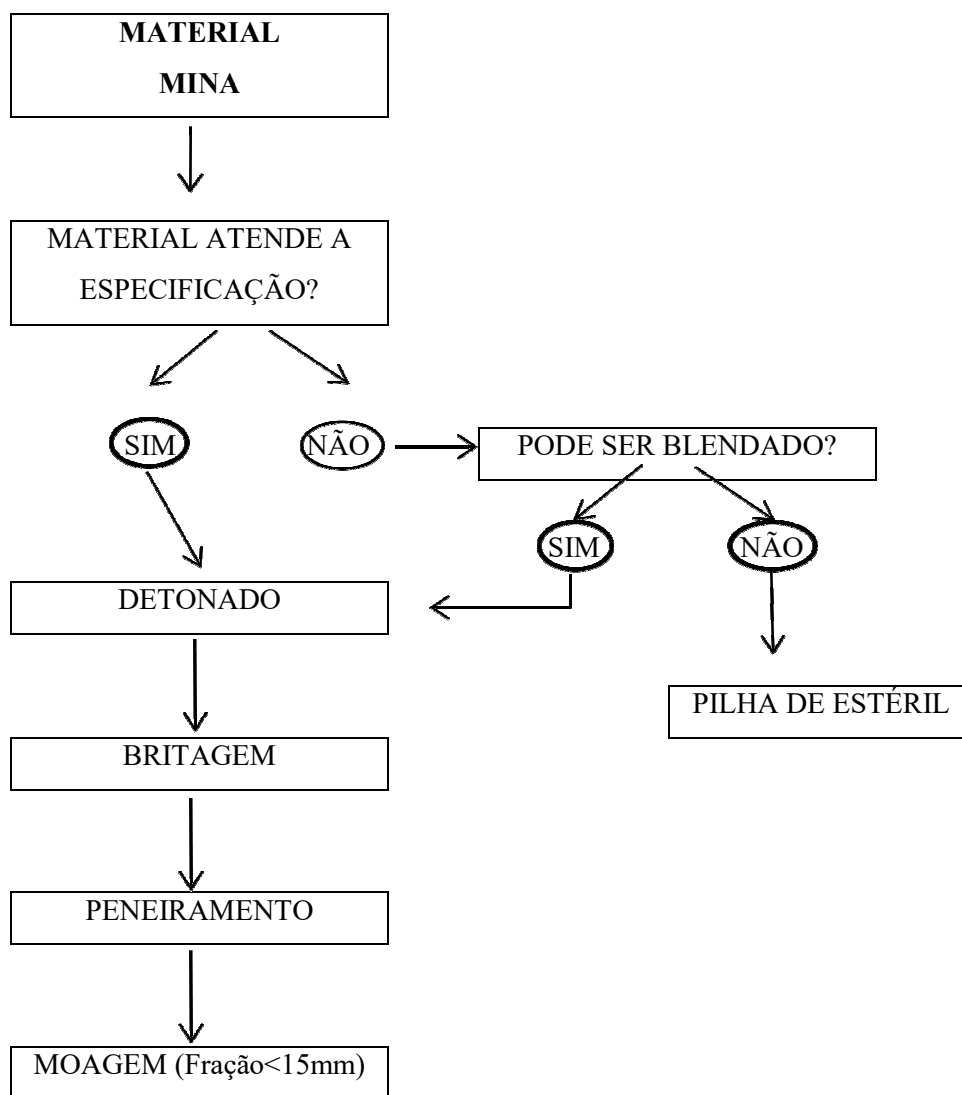


FIGURA 4-2 Fluxo de liberação do material da mina para processo

TABELA 4-1: Especificação química e critérios geológicos e petrográficos utilizados na mina.

| SERPENTINITO                    |                                  |       | ESTEATITO             |                                  |       |
|---------------------------------|----------------------------------|-------|-----------------------|----------------------------------|-------|
| <b>QUIMICO</b>                  |                                  |       |                       |                                  |       |
| <SiO <sub>2</sub>               | < Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | >MgO  | >SiO <sub>2</sub>     | < Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | <MgO  |
| 40,0%                           | 8,0%                             | 35,0% | 45,0%                 | 10,0%                            | 30,0% |
| <b>GEOLOGICO E PETROGRAFICO</b> |                                  |       |                       |                                  |       |
| Presença de fraturas            |                                  |       | Ausência de fraturas  |                                  |       |
| Presença de foliações           |                                  |       | Ausência de foliações |                                  |       |
| Ausência de talco               |                                  |       | Presença de talco     |                                  |       |

A FIGURA 4-3 traz uma imagem da cava, onde foram extraídos os materiais.



FIGURA 4-3: Imagem do flanco norte da cava da Mina Mostardas, onde foram coletadas as amostras de serpentinito e esteatito.

Após a definição das tipologias e aprovação pelo controle de qualidade é realizada detonação com uso de explosivos e o material é transportado para a Usina de Britagem onde o minério é processado, e na sequência alimenta o sistema de moagem apenas a fração menor que 15mm.

Após essa primeira etapa os materiais foram moídos em um moinho pendular tipo Raymond (FIGURA 4-5), modelo MP275, fabricante Verdés, em duas granulometrias distintas, fina, ( $100\% < 1000\mu\text{m}$ ) e ultrafina ( $100\% < 35\mu\text{m}$ ). Essas granulometrias fazem parte da especificação de produtos comercializados atualmente pela empresa, o primeiro atende a agricultura e o segundo o mercado de polímeros.



FIGURA 4-4: Moinho pendular tipo Raymond, modelo MP275, fabricante Verdés, utilizado no processo de moagem dos materiais.

A FIGURA 4-5 mostra como foi realizada a amostragem e as respectivas reduções em cada etapa até a composição das amostras utilizadas nesse trabalho. A seqüência apresentada foi a mesma utilizada para as duas rochas estudadas e para as duas granulometrias.

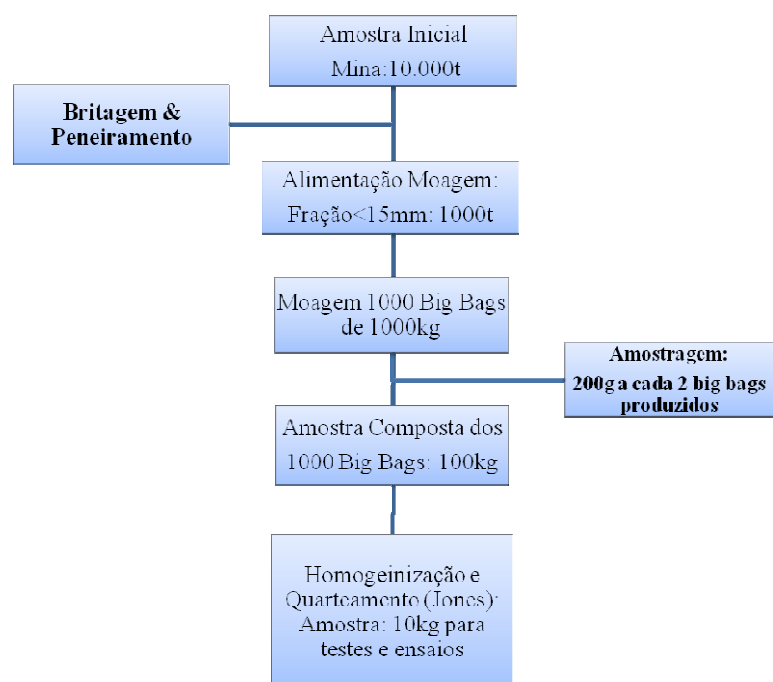


FIGURA 4-5: Fluxo do material da mina até amostra de trabalho

Após o processo de moagem, obtiveram-se quatro amostras, duas de cada litologia, onde se adotou a nomenclatura apresentada na TABELA 4-2:

TABELA 4-2: Nomenclatura das amostras de serpentinito e esteatito após realização da moagem

|                        |        |
|------------------------|--------|
| Serpentinito fino      | SPT    |
| Serpentinito ultrafino | SPT-UF |
| Esteatito fino         | EST    |
| Esteatito ultrafino    | EST-UF |

### 4.3. Procedimento experimental

Os ensaios consistiram em selecionar os dois minérios, com características diferentes, calcinar a 1200°C, realizar testes de separação magnética após a calcinação e caracterizar os produtos destes testes, além das amostras in natura. As FIGURAS 4-6 e 4-7 trazem o fluxo dos ensaios e testes realizados com cada granulometria, ultra fino e



fino, respectivamente, tanto do serpentinito como do esteatito, assim como a quantidade de amostra utilizada.

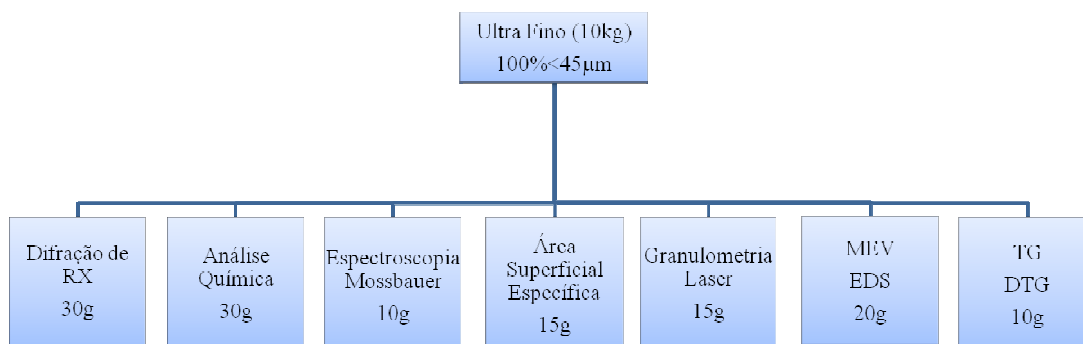


FIGURA 4-6: Fluxo das análises realizadas no material ultra fino.

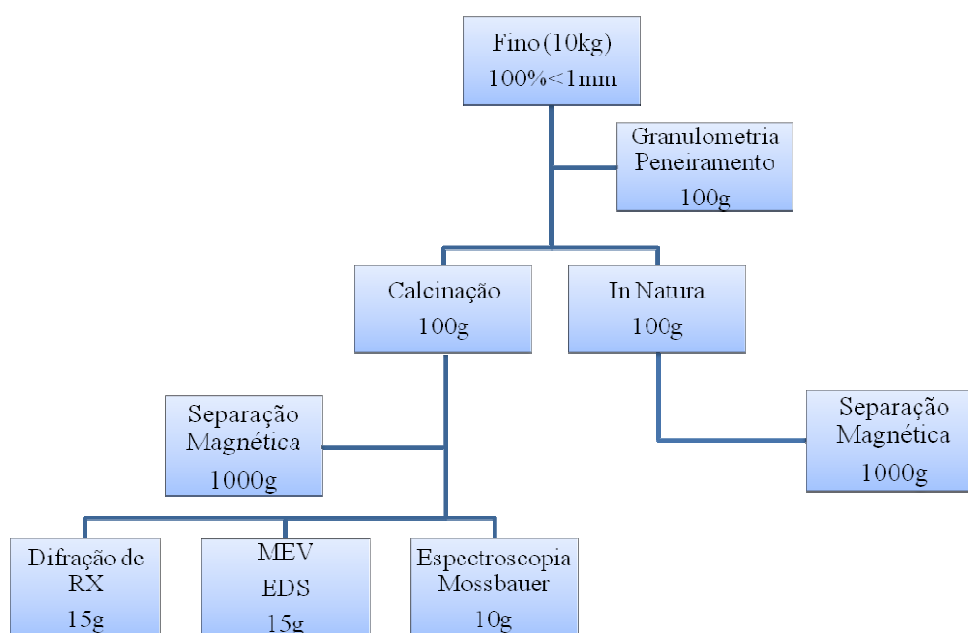


FIGURA 4-7: Fluxo dos testes análises realizadas no material fino

#### 4.4. Análise granulométrica e área superficial específica (ASE)

Como se trabalhou com materiais finos e ultrafinos, utilizou-se duas metodologias para realização dessa análise; a análise granulométrica do material fino foi realizada com peneiramento convencional em peneirador vibratório de bancada com peneira circular

de malha quadrada regular. No material ultrafino utilizou-se a metodologia de granulometria a laser.

Utilizou-se o equipamento Sympatec Helos 12LA Vectra (FIGURA 4-8), por difração de laser, para obter as curvas de distribuição granulométrica das amostras ultrafinas, com granulometria menor que  $38\mu\text{m}$ . Como as duas amostras, tanto de serpentinito, como do esteatito apresentavam uma quantidade representativa de talco na sua composição, foi utilizado o etanol para ajudar a dispersar o material.



FIGURA 4-8: Equipamento Sympatec Helos 12LA Vectra, utilizado para análise granulométrica dos materiais ultrafinos.

Para as amostras de material fino, utilizou-se o peneirador vibratório de bancada (FIGURA 4-9). Os materiais maiores que  $75\mu\text{m}$  foram classificados a seco e a fração passante foi feita via úmida. As duas análises foram realizadas com peneiras de 203mm (8") e tela de malha quadrada, as peneiras utilizadas são apresentadas na TABELA 4-3.

TABELA 4-3: Malha das peneiras utilizadas para a análise granulométrica dos materiais finos.

| Malhas Utilizadas |         |
|-------------------|---------|
| mm                | Peneira |
| 0,038             | 400     |
| 0,045             | 325     |
| 0,075             | 200     |
| 0,15              | 100     |
| 0,18              | 80      |
| 0,3               | 50      |
| 0,5               | 35      |
| 0,85              | 20      |
| 1                 | 18      |
| 1,2               | 10      |



FIGURA 4-9: Peneirador vibratório de bancada

A análise de área superficial específica foi realizada no equipamento Quantachrome, onde, pela técnica de BET, foram obtidas as isotermas de adsorção gasosa para as duas amostras analisadas, sendo utilizado como adsorvato o gás nitrogênio. O método utilizado foi o de multiponto, e os resultados expressos através dos coeficientes abaixo:

1. Coeficiente de correlação
2. Inclinação da reta (slope)
3. Intercepto da reta
4. Coeficiente C
5. Área superficial específica

#### 4.5. Calcinação

As amostras finas foram calcinadas em forno mufla em 1200°C, de acordo com as curvas de aquecimento apresentadas no GRÁFICO 4-1. Após atingir as temperaturas determinadas, as amostras permaneceram por aproximadamente 3h e em seguida o forno foi desligado, onde as amostras permaneceram esfriaram naturalmente por aproximadamente 12h.

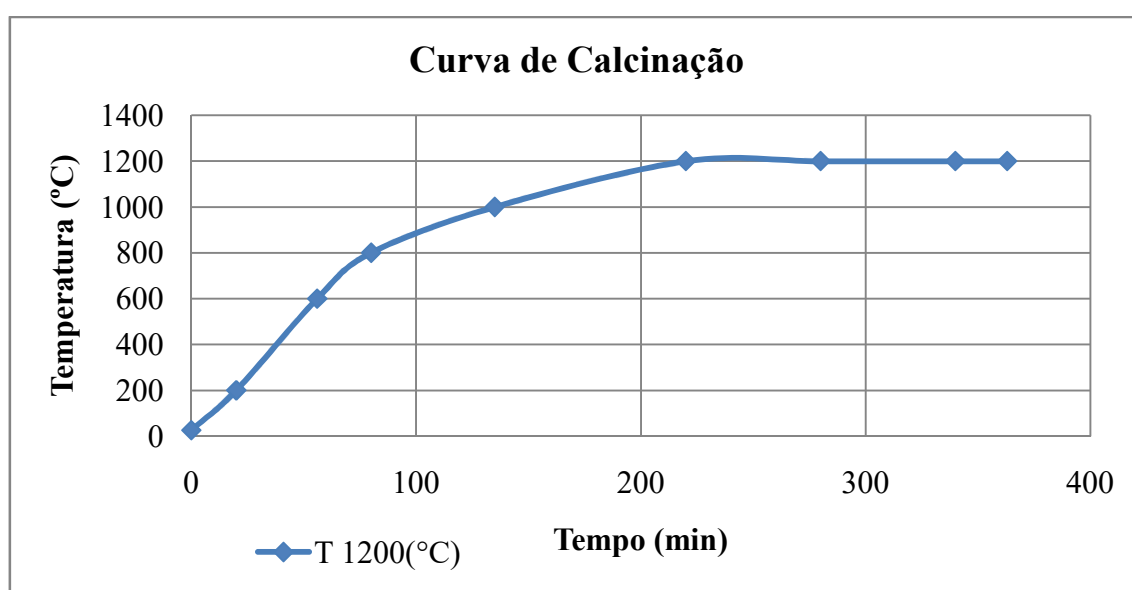


GRÁFICO 4-1: Curva de calcinação utilizada para as amostras de serpentinito e esteatito

#### 4.6. Separação magnética

Realizou-se também nos materiais finos, testes de separação magnética. Este teste foi efetuado com o objetivo de confirmar o comportamento magnético que as amostras apresentavam quando em contato com ímã de mão, teste realizado em bancada antes do início do trabalho. Fez-se a separação magnética de baixa intensidade (LIMS) no separador magnético SALAS de tambor rotativo (FIGURA 4-10).

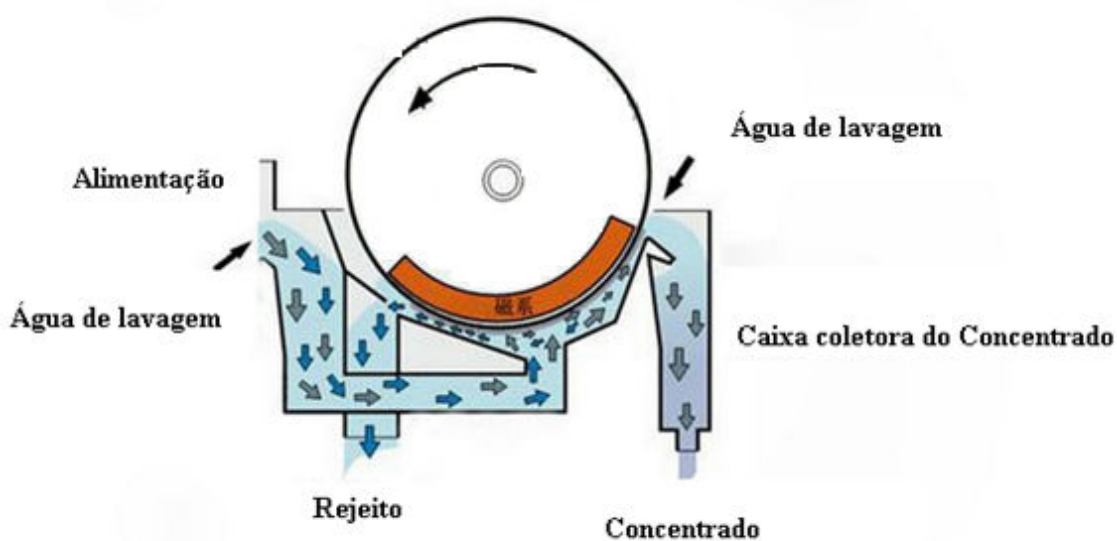


FIGURA 4-10 Esquema de funcionamento do separador magnético utilizado na realização dos testes.

O material foi misturado em água e passou por um processo de agitação de aproximadamente dois minutos; após isso a polpa alimentou o separador, onde coletou-se os produtos magnéticos e não magnéticos, que foram secados e pesados. Os parâmetros para este ensaio são apresentados na TABELA 4-4.

TABELA 4-4: Parâmetros utilizados na realização dos testes de separação magnética de baixa intensidade

|                        |          |
|------------------------|----------|
| Porcentagem de sólidos | 10%      |
| Tempo de agitação      | 2min     |
| Campo magnético        | 800gauss |
| Quantidade Amostra     | 1000g    |

#### 4.7. Termogravimetria

Foi realizada também análise termogravimétrica das duas rochas em atmosfera inerte ( $N_2$ ), de acordo com os parâmetros apresentados na TABELA 4-5. O equipamento utilizado para essa análise foi Netzsch, modelo STA 409 PC.

TABELA4-5: Parâmetros utilizados na realização das análises termogravimétricas

|                        |          |
|------------------------|----------|
| Temperatura máxima     | 1450°C;  |
| Taxa de aquecimento    | 10°C/min |
| Fluxo de gás ( $N_2$ ) | 50ml/min |

#### 4.8. Análises de caracterização

Os ensaios de caracterização de fases e microestrutural incluem a análise em microscópio eletrônico de varredura com espectrômetro EDS, difração de raios-X e espectroscopia Mössbauer.

A partir das amostras moídas, realizou-se a análise química, essa análise fornecerá a composição química do material, de maneira quantitativa, indicando todos os compostos presentes na amostra. A análise química foi realizada pelo método de espectrometria de fluorescência de raios-X por dispersão de energia, utilizando-se o equipamento da marca Shimadzu modelo EDX-720. Foram utilizadas pastilhas prensadas com adição de 10% em massa de amido. Os seguintes elementos foram

analisados: SiO<sub>2</sub>, MgO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, NiO, K<sub>2</sub>O. O teor de PPC foi obtido por calcinação em forno mufla.

Os resultados da difração foram obtidos através do difratômetro de raios-X (DRX) para amostras em pó PHILIPS (PANALYTICAL), sistema X'Pert-APD, controlador PW 3710/31, gerador PW 1830/40, goniômetro PW 3020/00.

As medidas Mössbauer foram feitas no Laboratório de Física Aplicada do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN). Os espectros Mössbauer de <sup>57</sup>Fe foram obtidos a temperatura ambiente (298K), para as amostras in natura; para a amostra calcinada de serpentinito foi necessário fazer o espectro a 25K, devido à dificuldade de interpretação do primeiro espectro. Os resultados numéricos dos ajustes são reportados como os parâmetros hiperfinos, os quais são o campo magnético hiperfino (B<sub>hf</sub>) que é dado em T, área subspectral relativa (A) em %, o desdobramento quadrupolar (2εQ, ΔE<sub>q</sub>) e desvio isomérico (δ) que são dados em mm/s. Os desvios isoméricos são dados em referência ao ferro metálico (α-Fe) à temperatura ambiente.

O MEV-FEG utilizado foi o microscópio dual de feixe de íons e elétrons com canhão por emissão de efeito de campo (FEG), marca FEI, modelo Dual-FIB Quanta 3D, com resolução (feixe de elétrons) de 0,8nm a 30kV em alto vácuo, com EDS marca BRUKER, mod. Nano X Flash Detector 5010, software Esprit. A metalização das amostras foi feita com liga de ouro-paládio. Todas as fotos registradas foram obtidas com imagem de elétrons retroespalhados (IER).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesse capítulo são apresentados os resultados obtidos nos ensaios de caracterização dos minérios estudados. Para facilitar o entendimento, os resultados foram apresentados de acordo com as análises, ensaios e técnicas analíticas utilizadas nesse trabalho, sendo que cada uma delas corresponde a um subcapítulo.

### 5.1. Granulometria

Os resultados da análise granulométrica dos materiais finos são apresentados no GRÁFICO 5-1. Essa análise foi realizada em peneirador de bancada com peneiras convencionais de malha quadrada.

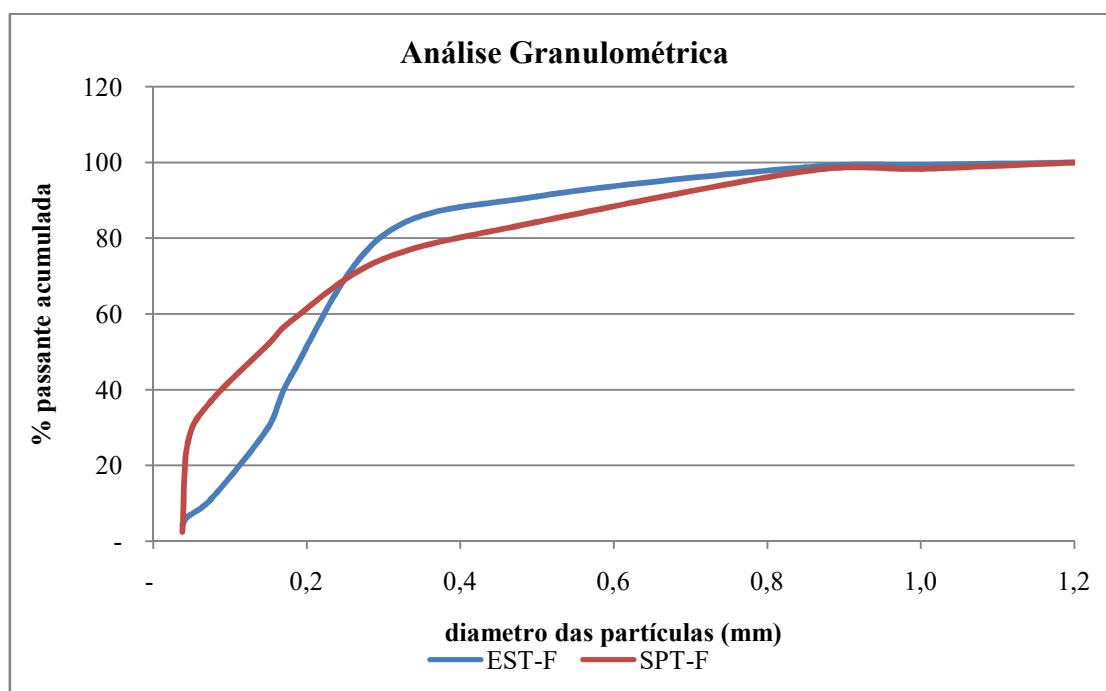


GRÁFICO 5-1: Distribuição granulométrica do material fino das amostras de serpentinito e esteatito.

O esteatito apresentou  $d_{50}$  em 0,21mm, enquanto o serpentinito em 0,15mm, apresentados na TABELA 5-1. Quando se observa o  $D_{90}$  das duas amostras, pode-se



perceber que o esteatito tem uma curva granulométrica mais estreita, diferente do serpentinito.

TABELA 5-1: Tabela com resultados do d10, d50 e d90 das amostras finas de serpentinito e esteatito

|       | EST    | SPT    |
|-------|--------|--------|
| d10 = | 0,07mm | 0,04mm |
| d50 = | 0,21mm | 0,15mm |
| d90 = | 0,48mm | 0,65mm |

Os materiais ultrafinos foram analisados através da granulometria a laser, e trouxeram resultados interessantes (GRÁFICO 5-2): a amostra de esteatito apresentou uma granulometria mais fina que o serpentinito mesmo tendo passado pelo mesmo processo de moagem.

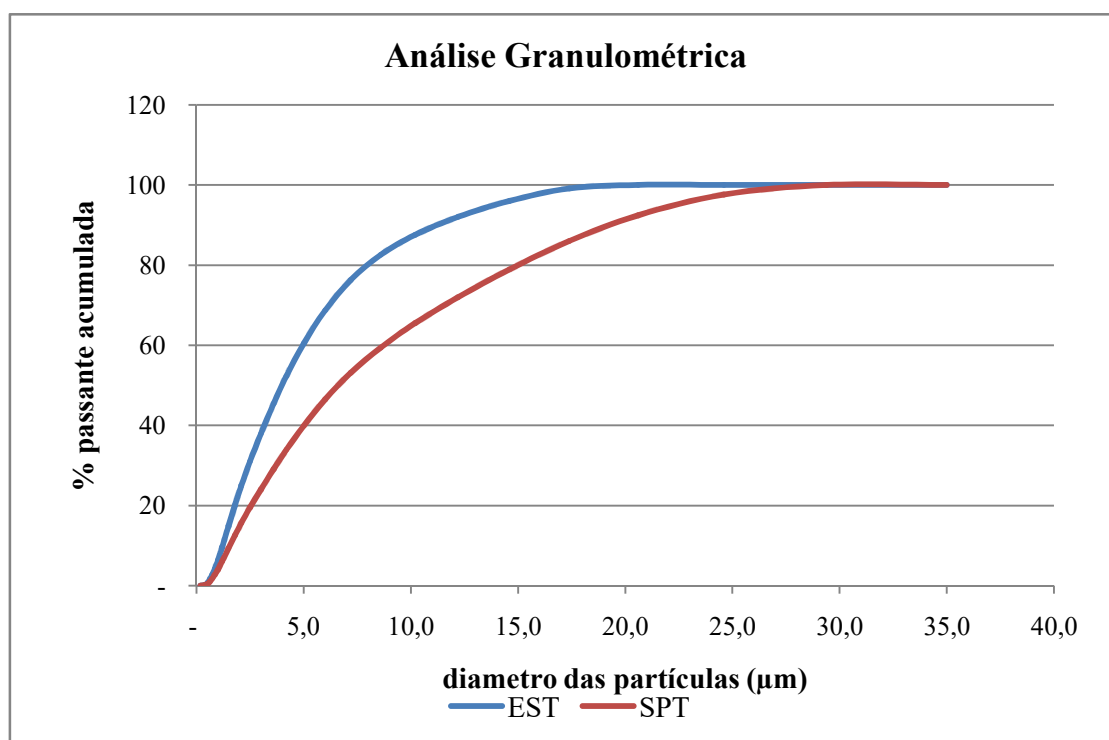


GRÁFICO 5-2: Distribuição granulométrica do material ultrafino das amostras de serpentinito e esteatito.

Os resultados de d10 e d50 (TABELA 5-2) encontrados estão muito próximos, já o d90 do esteatito apresentou um valor consideravelmente menor. Esse resultado é proporcional ao encontrado nos resultados granulométricos dos materiais finos.

A composição mineralógica pode ter influenciado nesse resultado, porém fica muito difícil afirmar esse fato, devido ter sido realizado apenas uma análise granulométrica por amostra, assim essa diferença pode ser associada a variações normais dos processos, assim como, no material fino.

TABELA 5-2: Tabela com resultados do d10, d50 e d90 das amostras ultrafinas de serpentinito e esteatito

|       | EST-UF              | SPT-UF              |
|-------|---------------------|---------------------|
| d10 = | 1,22 $\mu\text{m}$  | 1,56 $\mu\text{m}$  |
| d50 = | 4,00 $\mu\text{m}$  | 6,64 $\mu\text{m}$  |
| d90 = | 11,31 $\mu\text{m}$ | 19,40 $\mu\text{m}$ |

## 5.2. Área Superficial Específica

O resultado da análise de área superficial específica (TABELA 5-3) mostrou que a amostra de SPT-UF com uma área superficial na casa de 16,32m<sup>2</sup>/g, o que pode ser considerado alto para materiais nessa granulometria, o EST-UF teve resultado próximo, contudo um pouco menor, 15,27m<sup>2</sup>/g. A interferência do talco presente nas amostras, foi minimizado com a utilização de etanol para ajudar na dispersão das partículas. O coeficiente C, negativo para a amostra de esteatito pode ser justificada pela grande quantidade de talco nessa amostra.

TABELA 5-3: Resultados da análise superficial específica das amostras de serpentinito e esteatito.

|                             | EST-UF                  | SPT-UF                  |
|-----------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Coefficiente de correlação  | 0,999608                | 0,999916                |
| Inclinação da reta (slope)  | 228,426                 | 213,035                 |
| Intercepto da reta          | 4,310e <sup>-01</sup>   | 2,918e <sup>-01</sup>   |
| Coefficiente C              | -528,957                | 731,066                 |
| Área superficial específica | 15,275m <sup>2</sup> /g | 16,325m <sup>2</sup> /g |

### 5.3. Separação Magnética

A separação magnética confirmou o indicativo observado com os testes realizados com imã de mão, onde o serpentinito apresentou um comportamento magnético muito mais forte que o esteatito. Isso pode ser observado nas TABELAS 5-4 e 5-5, respectivamente. A amostra de SPT teve uma considerável alteração na característica magnética após o processo de calcinação, reduzindo o percentual magnético de 16,7% para 2,7%. Acredita-se que a oxidação da magnetita presente na amostra original durante o processo de calcinação provocou essa perda de propriedade magnética. O resultado dos espectros Mössbauer, que serão apresentados a frente, auxiliaram no entendimento desse resultado.

TABELA 5-4: Resumo dos resultados do teste de separação magnética do serpentinito.

| Amostra      | Massa Inicial (g) | Magnético (g) | (%)   |
|--------------|-------------------|---------------|-------|
| SPT          | 1.001,30          | 161,50        | 16,7% |
| SPT - 1200°C | 1.060,10          | 27,52         | 2,7%  |

Acredita-se que parte do  $Fe_2O_3$  presente na amostra de EST esteja contido na hematita, clorita e na própria lizardita, que pode ter Fe na sua estrutura. Esse Fe não sofreu alteração significativa que pudesse ser verificada com o campo utilizado nos testes.

TABELA 5-5 Resumo dos resultados do teste de separação magnética do esteatito

| Amostra      | Massa Inicial (g) | Magnético (g) | (%)  |
|--------------|-------------------|---------------|------|
| EST          | 1.001,50          | 18,20         | 1,9% |
| EST - 1200°C | 821,60            | 18,70         | 2,4% |

### 5.4. Análise Química

Os resultados das análises químicas são apresentados na TABELA 5-6. Estas análises representam, em termos químicos, o que se esperava encontrar em cada amostra, principalmente devido ao histórico e a seleção dos materiais. A amostra de serpentinito apresenta teores de MgO mais altos, na ordem de 37%, além de uma perda por calcinação de 12%. Os teores de  $SiO_2$ , nessa amostra são mais baixos que da amostra de

esteatito, 40% contra 47%. A perda por calcinação e o teor de MgO na amostra de esteatito, são 9,2% e 29,1% respectivamente.

TABELA 5-6: Resultados das análises químicas realizadas no serpentinito e esteatito

|        | PPC   | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | NiO  | K <sub>2</sub> O | CaO  | MgO   |
|--------|-------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------------------|------|-------|
| SPT-UF | 12,0% | 40,0%            | 1,7%                           | 7,9%                           | 0,7%                           | 0,2% | 0,0%             | 0,4% | 37,2% |
| EST-UF | 9,2%  | 47,5%            | 2,1%                           | 9,5%                           | 0,7%                           | 0,1% | 0,0%             | 1,9% | 29,1% |

### 5.5. Difractometria de Raios-X

Realizou-se a difratometria de raios-x para as amostras in natura, e após a calcinação a 1200°C. Os resultados para a amostra de serpentinito são apresentados na TABELA 5-7. Observou-se a mudança de algumas fases após o tratamento térmico, e o aparecimento de outras que não foram detectadas na amostra original. O talco e a lizardita deram lugar a forsterita e enstatita, respectivamente, parte da magnetita foi oxidada, dando lugar à hematita e magnesioferrita.

TABELA 5-7: Resultado da difração de raios-X para a amostra de serpentinito

| MINERAL                | FORMULA QUÍMICA   | SPT-UF | SPT-1200°C |
|------------------------|---|--------|------------|
| <b>Talco</b>           | Mg <sub>3</sub> Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub>                 | M      | -          |
| <b>Lizardita</b>       | Mg <sub>3</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>                  | A      | -          |
| <b>Magnetita</b>       | Fe <sup>3+</sup> <sub>2</sub> Fe <sup>2+</sup> O <sub>4</sub>                     | B      | T          |
| <b>Tremolita</b>       | Ca <sub>2</sub> Mg <sub>5</sub> Si <sub>8</sub> O <sub>22</sub> (OH) <sub>2</sub> | -      | -          |
| <b>Magnesioferrita</b> | Mg(Fe <sup>3+</sup> ) <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                 | -      | B          |
| <b>Cromita</b>         | Fe <sup>2+</sup> Cr <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                   | T      | -          |
| <b>Forsterita</b>      | Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>  | -      | A          |
| <b>Enstatita</b>       | Mg <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub>                                    | -      | M          |
| <b>Hematita</b>        | Fe <sup>3+</sup> <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                      | T      | B          |

*Legenda: A: abundante; M: médio; B: baixo; T: traço; -: ausente*

A amostra de esteatito, assim como o serpentinito, também sofreu alterações na estrutura cristalina de alguns minerais. Inicialmente o espectro de raios x detectou grande quantidade de lizardita e talco, além de tremolita, clorita e magnetita. Nenhum desses minerais foi detectado após a calcinação e verificou-se o aparecimento da enstatita, clinoenstatita e, como fase portadora de Fe, a maghemita.

TABELA 5-8: Resultado da difração de raios-X para a amostra de esteatito

| <b>MINERAL</b>        | <b>FORMULA QUÍMICA</b>                        | <b>EST-UF</b> | <b>EST-1200°C</b> |
|-----------------------|---|---------------|-------------------|
| <b>Talco</b>          | $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$                        | M             | -                 |
| <b>Lizardita</b>      | $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$                           | A             | -                 |
| <b>Magnetita</b>      | $Fe^{3+}_2Fe^{2+}O_4$                         | B             | -                 |
| <b>Tremolita</b>      | $Ca_2Mg_5Si_8O_{22}(OH)_2$                    | M             | -                 |
| <b>Clorita</b>        | $Mg_{3,75}Fe^{2+}_{1,25}Si_3Al_2O_{10}(OH)_8$ | B             |                   |
| <b>Cromita</b>        | $Fe^{2+}Cr_2O_4$                              | T             | -                 |
| <b>Enstatita</b>      | $Mg_2Si_2O_6$                                 | -             | A                 |
| <b>Hematita</b>       | $Fe^{3+}_2O_3$                                | B             | -                 |
| <b>Maghemita</b>      | $\gamma-Fe^{3+}_2O_3$                         | -             | B                 |
| <b>Clinoenstatita</b> | $Mg_2Si_2O_6$                                 | -             | M                 |

*Legenda: A: abundante; M: médio; B: baixo; T: traço; -: ausente*

## 5.6. Termogravimetria

O resultado da termogravimetria (TG) do serpentinito, FIGURA 5-1, mostra uma perda de massa inicial de 0,4% próximo de 100°C, que pode ser atribuída à umidade do material. Perto de 500°C, inicia-se uma segunda perda de massa que vai até pouco mais de 800°C com uma passagem intermediária entre 650°C e 700°C, que chega a 10,8%. Ao final da curva de aquecimento, em 1450°C, há uma perda de massa total de 12,15%. Pela DTG, na faixa de temperatura entre 500°C e 800°C, observam-se dois picos de perda de massa: o primeiro, da lizardita em 645°C e o segundo, do talco a 729°C.

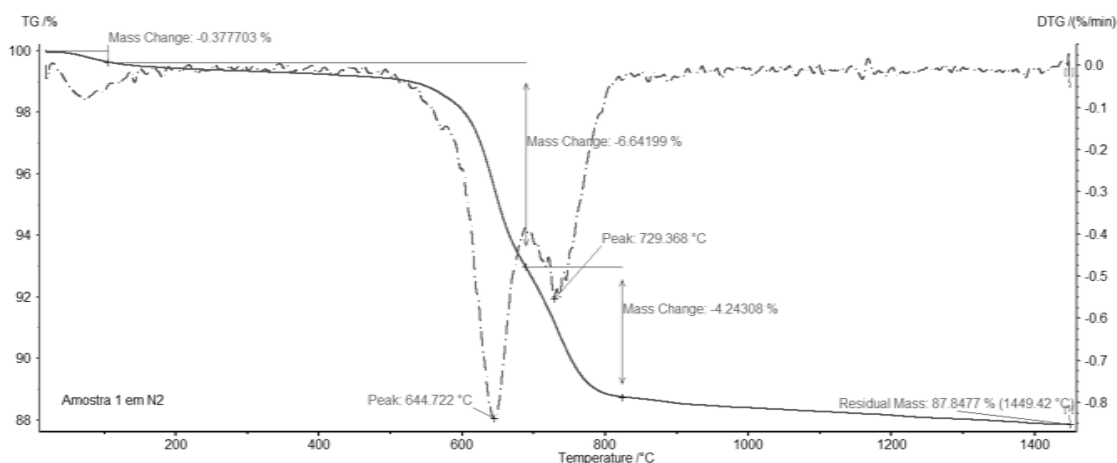


FIGURA 5-1: Análise termogravimétrica da amostra de serpentinito, incluindo DTG.

A análise termogravimétrica (TG) do esteatito, FIGURA 5-2, mostra uma perda de massa inicial de 0,60% próximo de 100°C, que pode ser atribuída à umidade do material. Perto de 500°C, inicia-se uma segunda perda de massa que vai até perto de 1000°C; a perda de massa nesse intervalo é de 8,3%. Ao final da curva de aquecimento, em 1450°C, há uma perda de massa total de 9,5%.

Pela DTG, na faixa de temperatura entre 600°C e 800°C, observam-se dois picos de perda de massa: o primeiro, da lizardita em 638°C; o segundo, do talco a 738°C; há um terceiro pico, o da tremolita, que ocorre a 887°C.

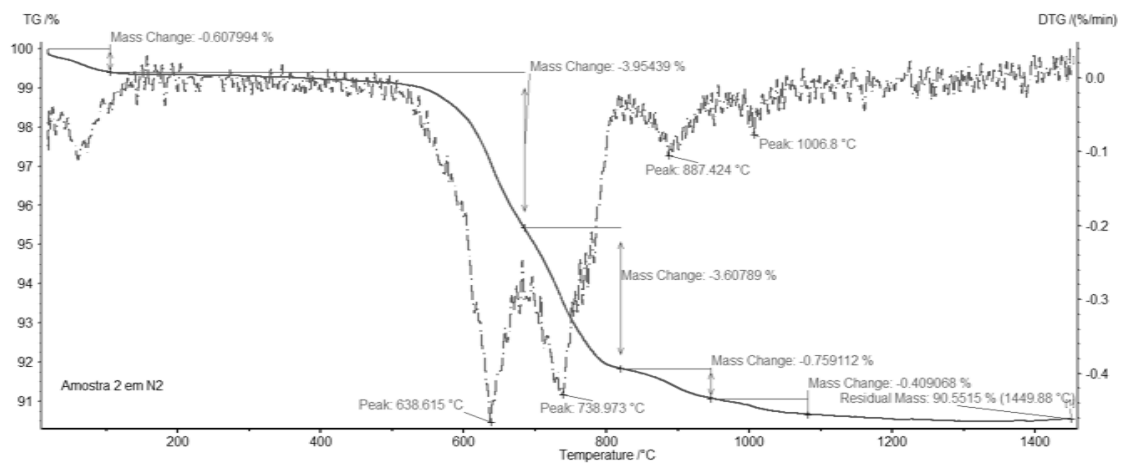


FIGURA 5-2: Análise termogravimétrica da amostra do esteatito, incluindo DTG.

### 5.7. Espectroscopia Mössbauer

O espectro Mössbauer da amostra in natura do serpentinito analisado mostra presença dos íons  $\text{Fe}^{+2}$  e  $\text{Fe}^{+3}$  nas serpentinas; isso pode ser explicado devido à presença destes íons em solução sólida na rede cristalina da lizardita.

Os demais picos dos íons  $\text{Fe}^{+2}$  e  $\text{Fe}^{+3}$  neste espectro correspondem à fase magnetita e a traços de cromita para a amostra in natura. A FIGURA 5-3, traz os espectros do material in natura e após calcinação.

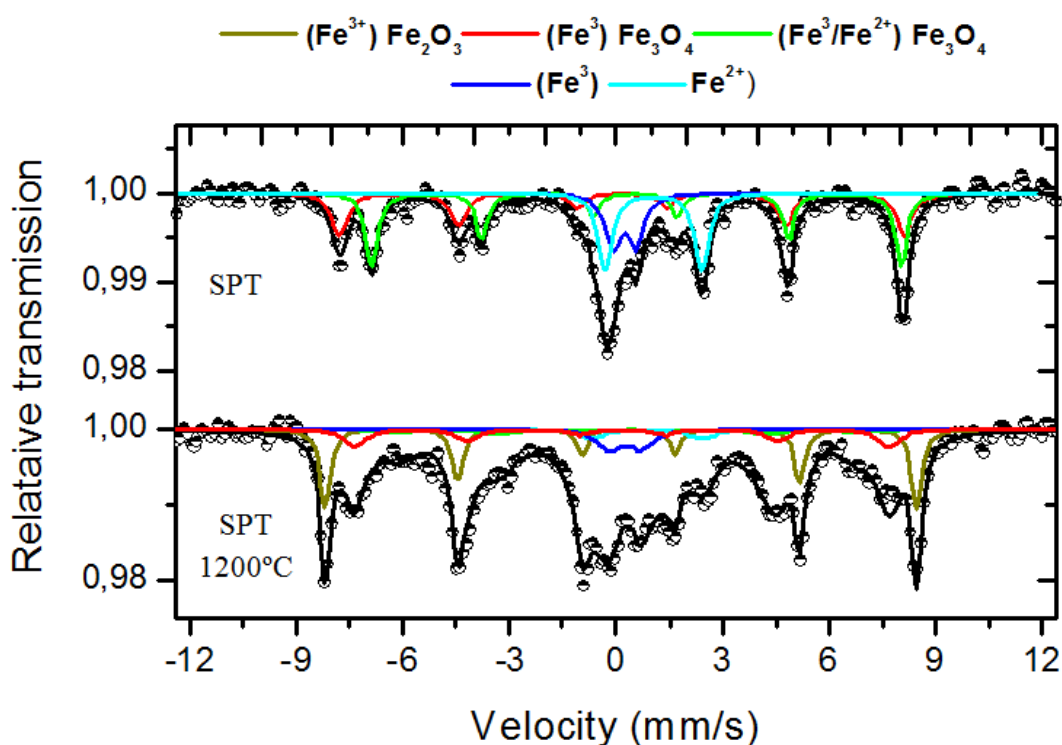


FIGURA 5-3: Espectros Mössbauer, registrados à temperatura ambiente, da amostra de serpentinito in natura e após calcinação a 1200°C

O resultado do material após o tratamento térmico indicou alterações consideráveis, nas fases magnéticas, que diminuíram em quantidade, se comparadas com a amostra in natura. Para essa interpretação, foi necessária a realização de outro espectro à temperatura muito baixa de 25K (FIGURA 5-4). Destaca-se a presença de magnesioferrita ( $\text{MgFe}_2\text{O}_4$ ) após a calcinação, como principal fase magnética, portadora



de  $\text{Fe}^{3+}$ . Há também ocorrência considerável de  $\text{Fe}^{3+}$  na fase hematita. Ambos  $\text{Fe}^{+2}$  e  $\text{Fe}^{+3}$  foram detectados nas redes cristalinas dos silicatos forsterita e enstatita.

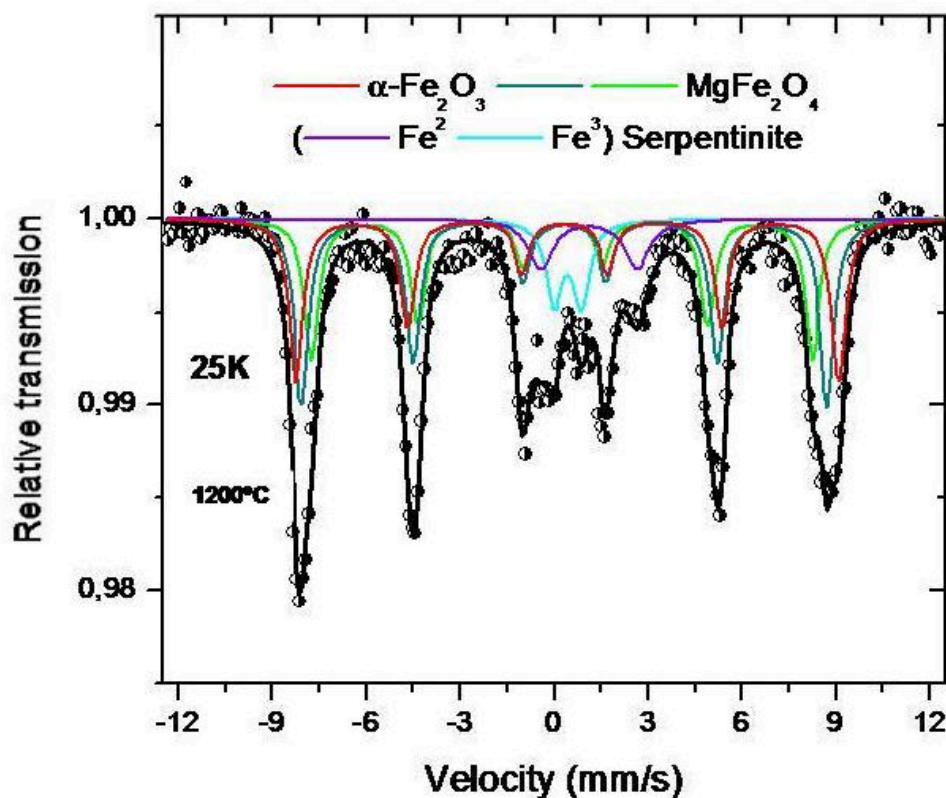


FIGURA 5-4: Espectro Mössbauer, registrado à temperatura muito baixa de 25K, da amostra calcinada de serpentinito

A FIGURA 5-5 mostra os espectros das amostras in natura e calcinada do esteatito. O espectro Mössbauer da amostra in natura do esteatito indica presença dos íons  $\text{Fe}^{+2}$  nas serpentinas; que pode ser explicado devido à presença destes íons em solução sólida na rede cristalina da lizardita, clorita e cromita.

O resultado do material após o tratamento térmico, ao contrário da amostra de serpentinito, apresentou menos alterações. Destaca-se a presença de maghemita ( $\gamma\text{-Fe}^{3+}_2\text{O}_3$ ) após a calcinação, como principal fase portadora de  $\text{Fe}^{3+}$ . Há também ocorrência considerável de  $\text{Fe}^{3+}$  na fase hematita. Ambos  $\text{Fe}^{+2}$  e  $\text{Fe}^{+3}$  foram detectados nas redes cristalinas dos silicatos enstatita e clinoenstatita.

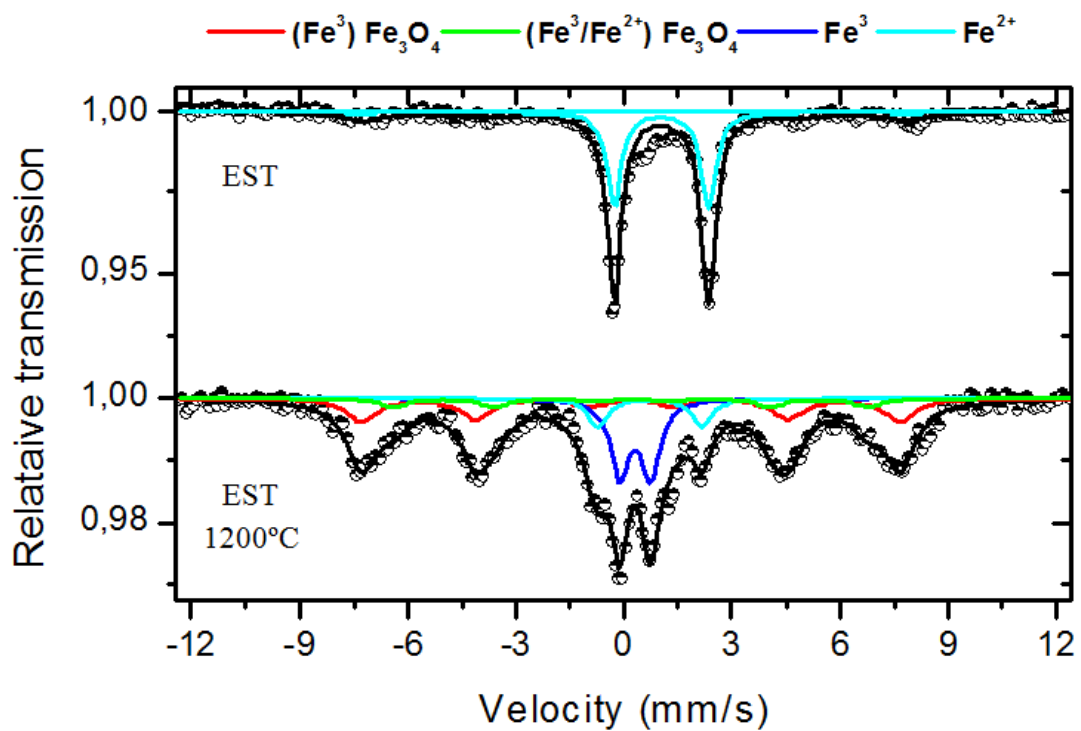


FIGURA 5-5: Espectros Mössbauer, registrados à temperatura ambiente, da amostra do esteatito in natura e após calcinação a 1200°C

## **5.8. Microanálise - MEV EDS**

### **5.8.1. Serpentinó in natura**

As amostras foram selecionadas para exame sob microscópio eletrônico de varredura (MEV) com microanalisador de raios-X dispersivo em energia (EDS). Observações com MEV e EDS fornecem informações texturais e sobre a mineralogia e a microquímica. Realizaram-se análises com partículas soltas e em seções polidas. A identificação das fases foi confirmada pela microanálise por EDS. A TABELA 5-9 apresenta o resultado de análises composicionais das FIGURAS de 5-6 a 5-12.

Foi possível observar a alterações na morfologia do material após passar pelo processo de calcinação. A FIGURA 5-6 traz uma imagem geral da amostra de serpentinito. Observa-se a presença de partículas lamelares e algumas fibras finas.

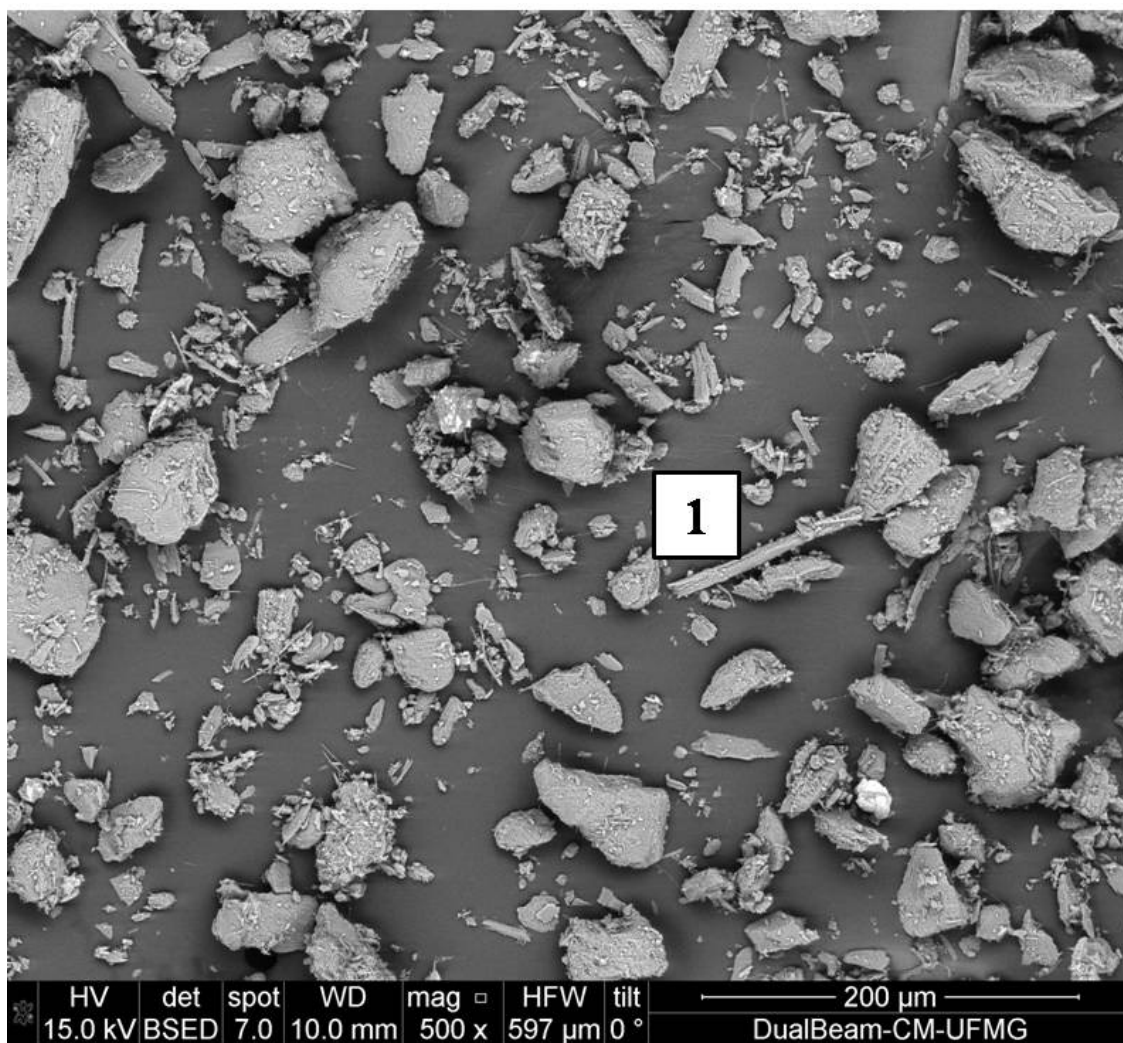


FIGURA 5-6: Partículas da amostra de serpentinito in natura, (IER).

A partícula marcada com o número 1 na FIGURA 5-7 trata-se de uma lizardita, onde é possível observar a presença de fibras nas extremidades.

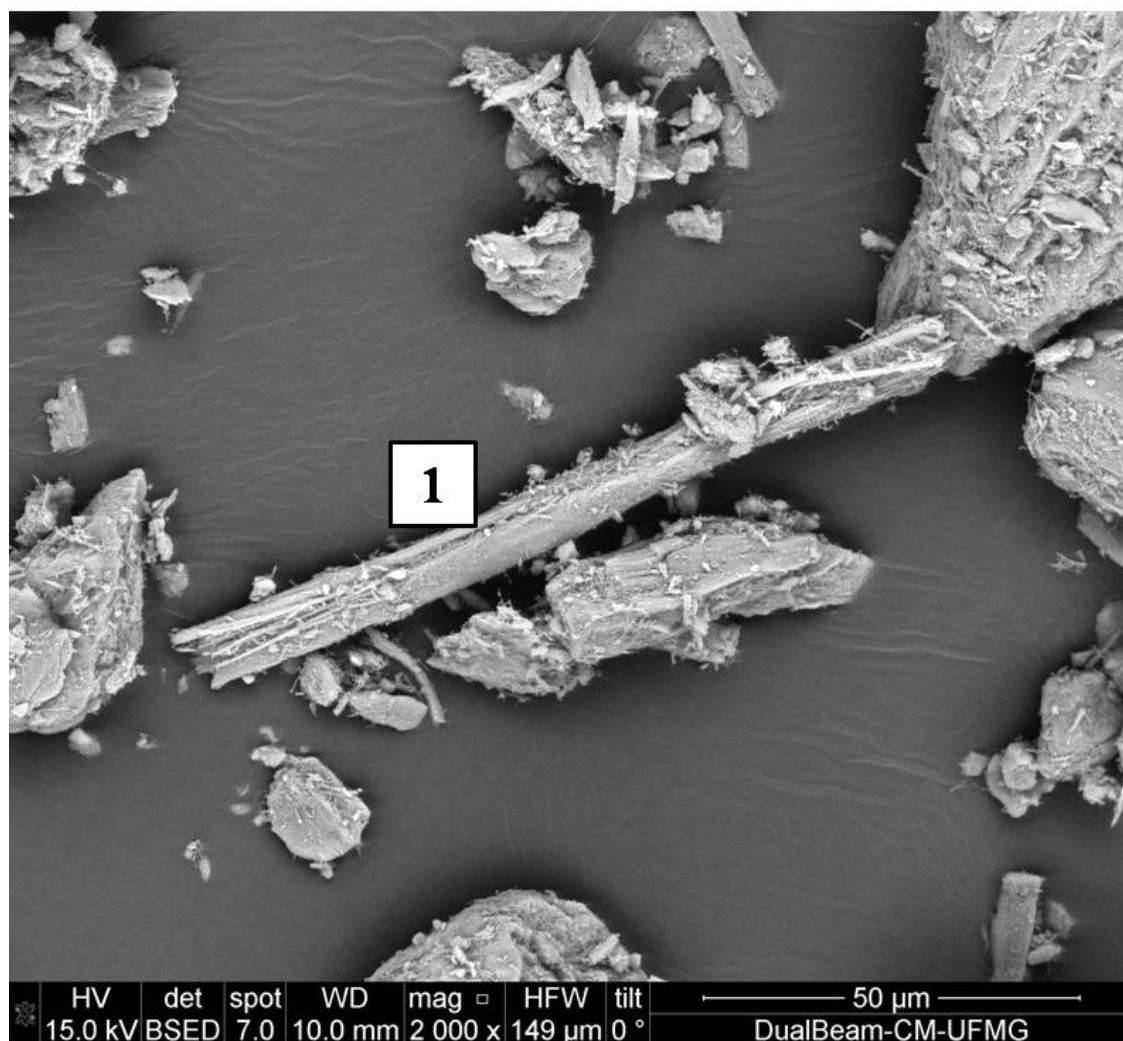


FIGURA 5-7: Partícula de lizardita em destaque no centro da imagem, (IER).

Tem-se em destaque na FIGURA 5-8 uma partícula alongada de lizardita, que, assim como aquela da figura anterior, apresenta fibras finas nas extremidades.

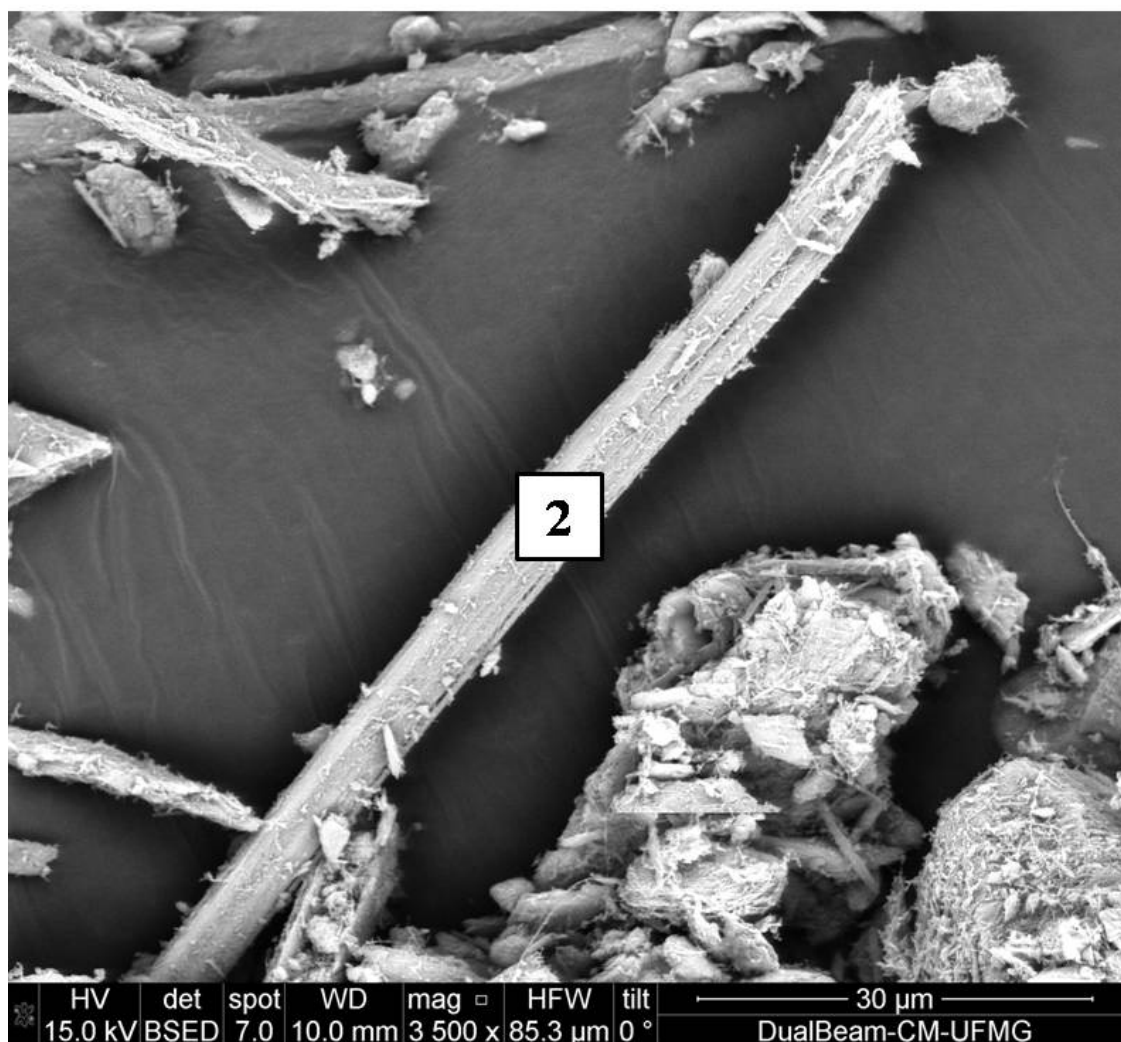


FIGURA 5-8: Partícula de lizardita em destaque no centro da imagem, (IER).

Na amostra de serpentinito foram identificados cromita e talco. As FIGURAS 5-9 e 5-10 mostram respectivamente esses minerais. Na partícula de número 3, pela análise composicional por EDS (TABELA 5-9), pode-se verificar o alto teor de Fe 48,9%, bem como teor significativo de Cr 9,7%; deve-se tratar de uma partícula mista, com cromita e provavelmente magnetita. O talco pode ser observado na partícula 4, onde nota-se a foliação característica desse mineral.

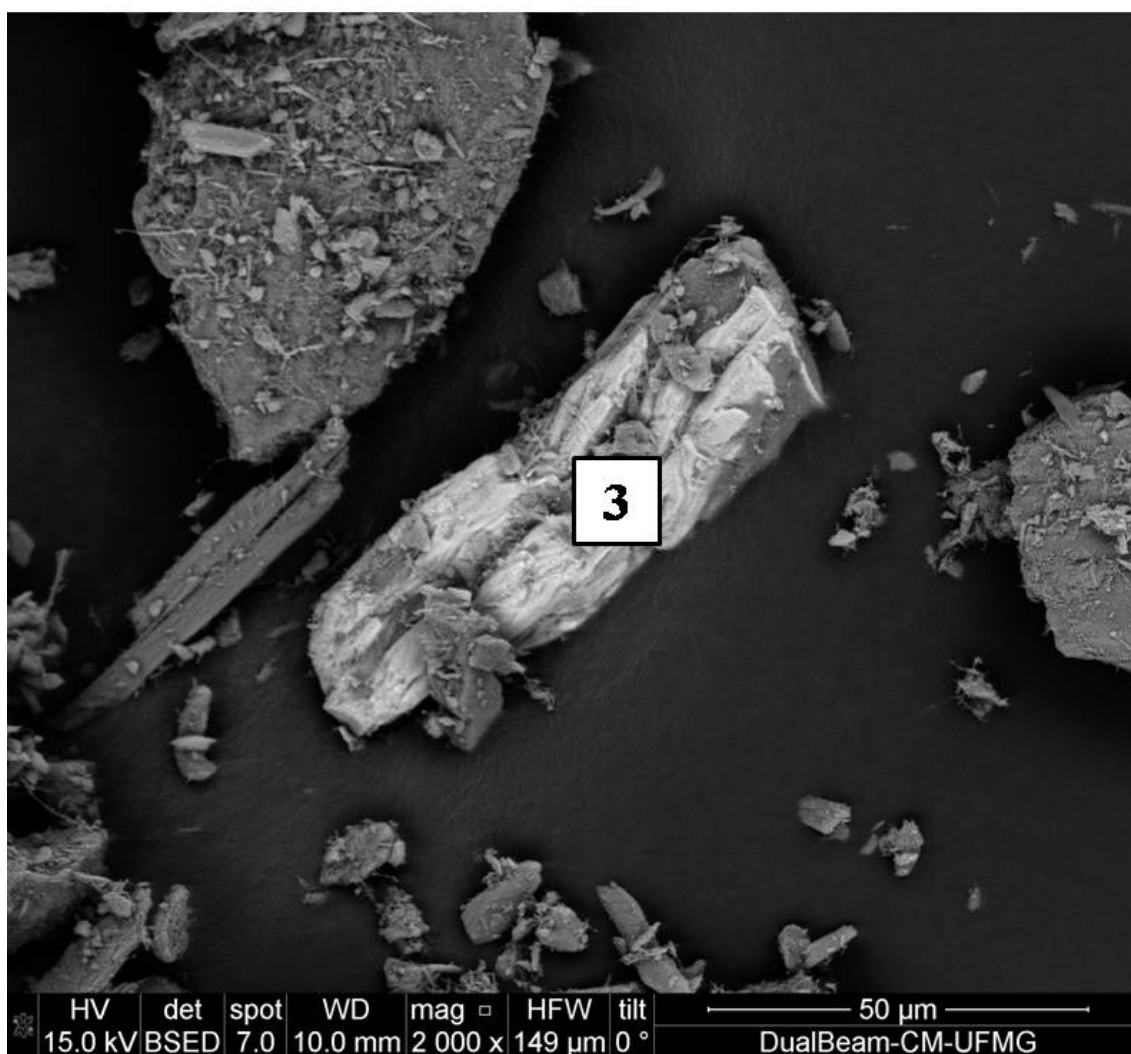


FIGURA 5-9: Partícula mista de cromita e magnetita presente na amostra de serpentinito in natura, (IER).

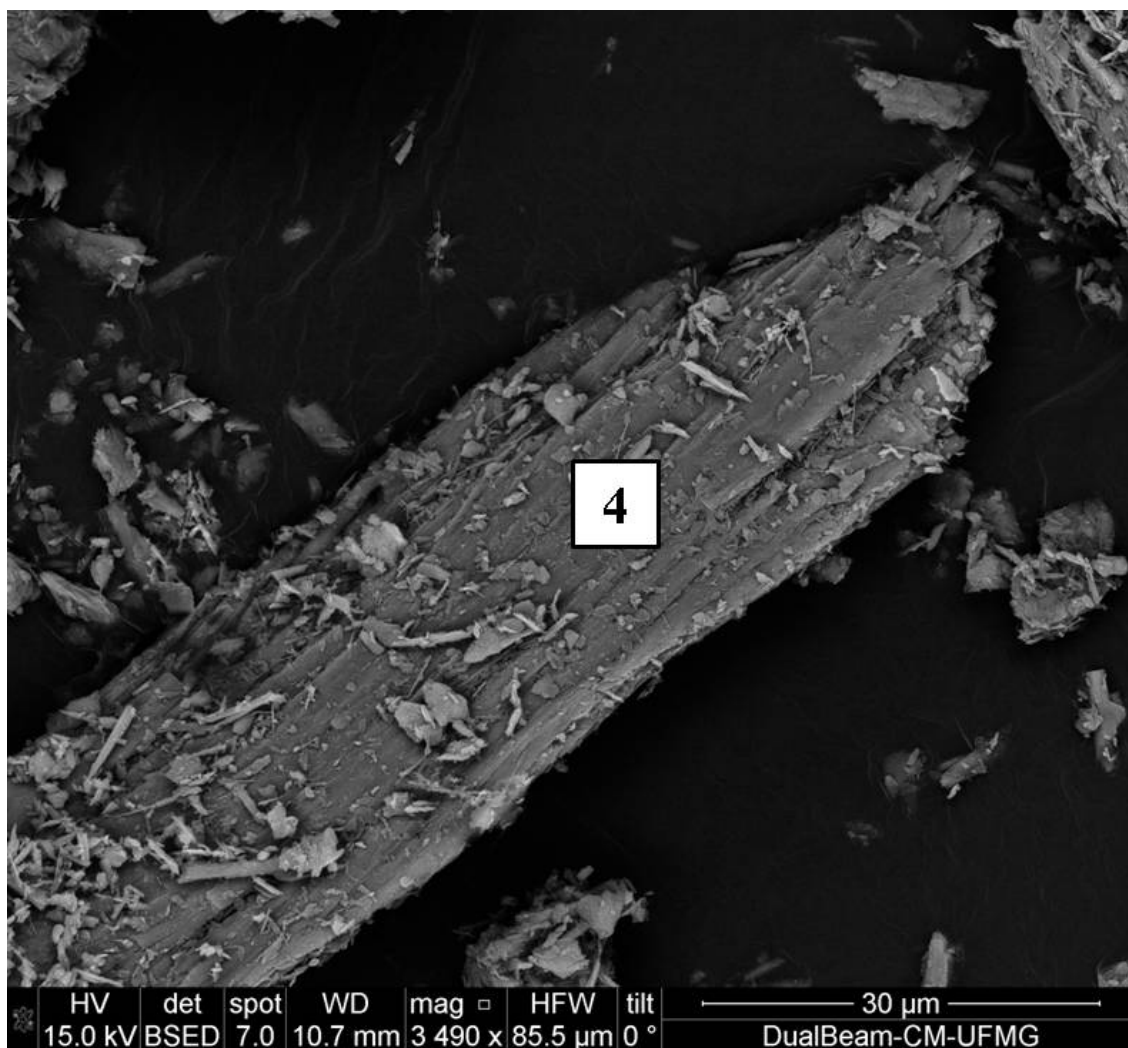


FIGURA 5-10: Partícula de talco em destaque no centro da imagem, presente na amostra de serpentinito in natura, (IER).



Foi possível identificar uma partícula de magnetita com a presença de fragmentos dos silicatos sobre ela (FIGURA 5-11); sua composição química é confirmada na TABELA 5-9.

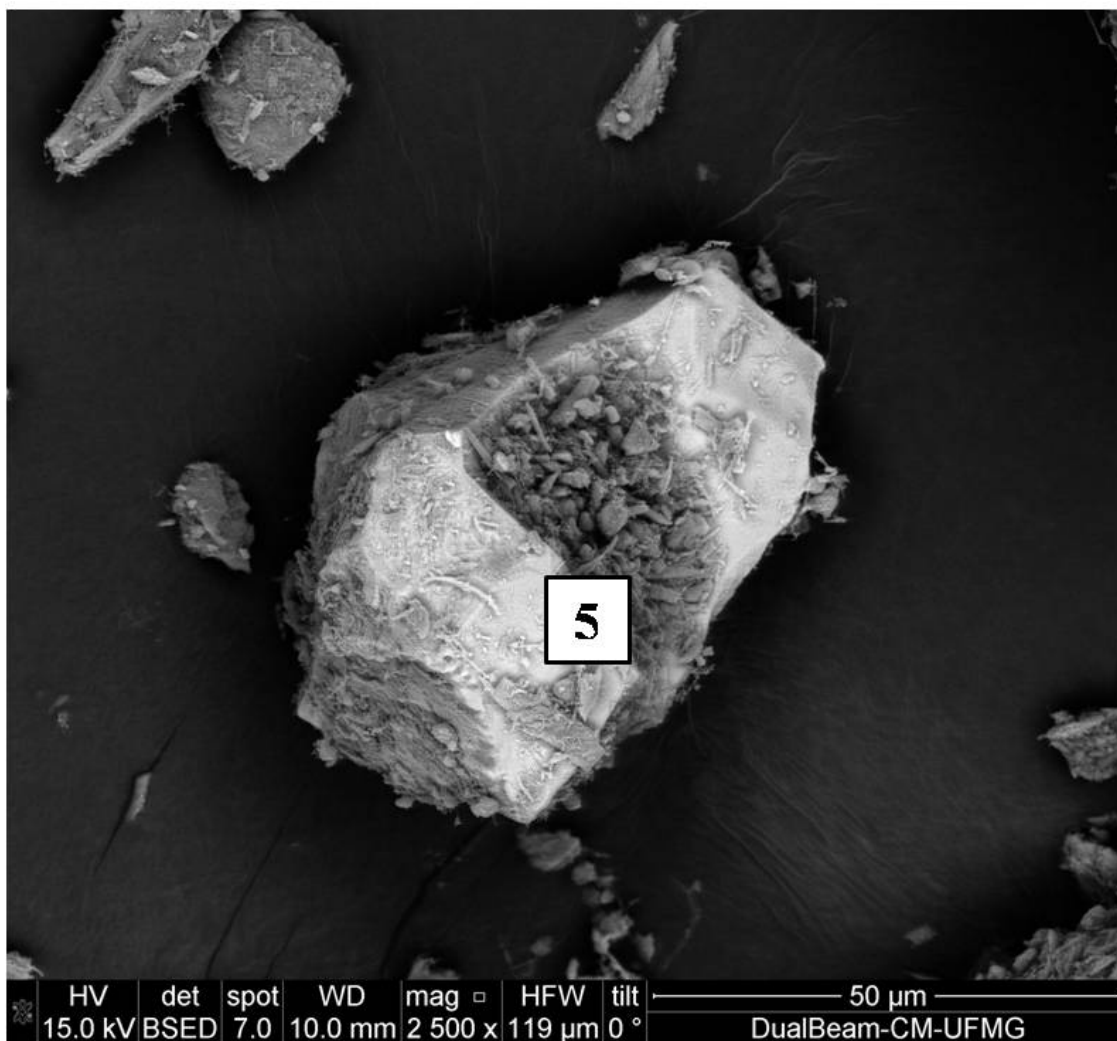


FIGURA 5-11: Partícula de magnetita no centro da imagem, coberta por fragmentos de silicatos.

Realizaram-se também análises em seção polida; a FIGURA 5-12 mostra um cristal de magnetita, onde é possível observar a forma octaédrica do mesmo.

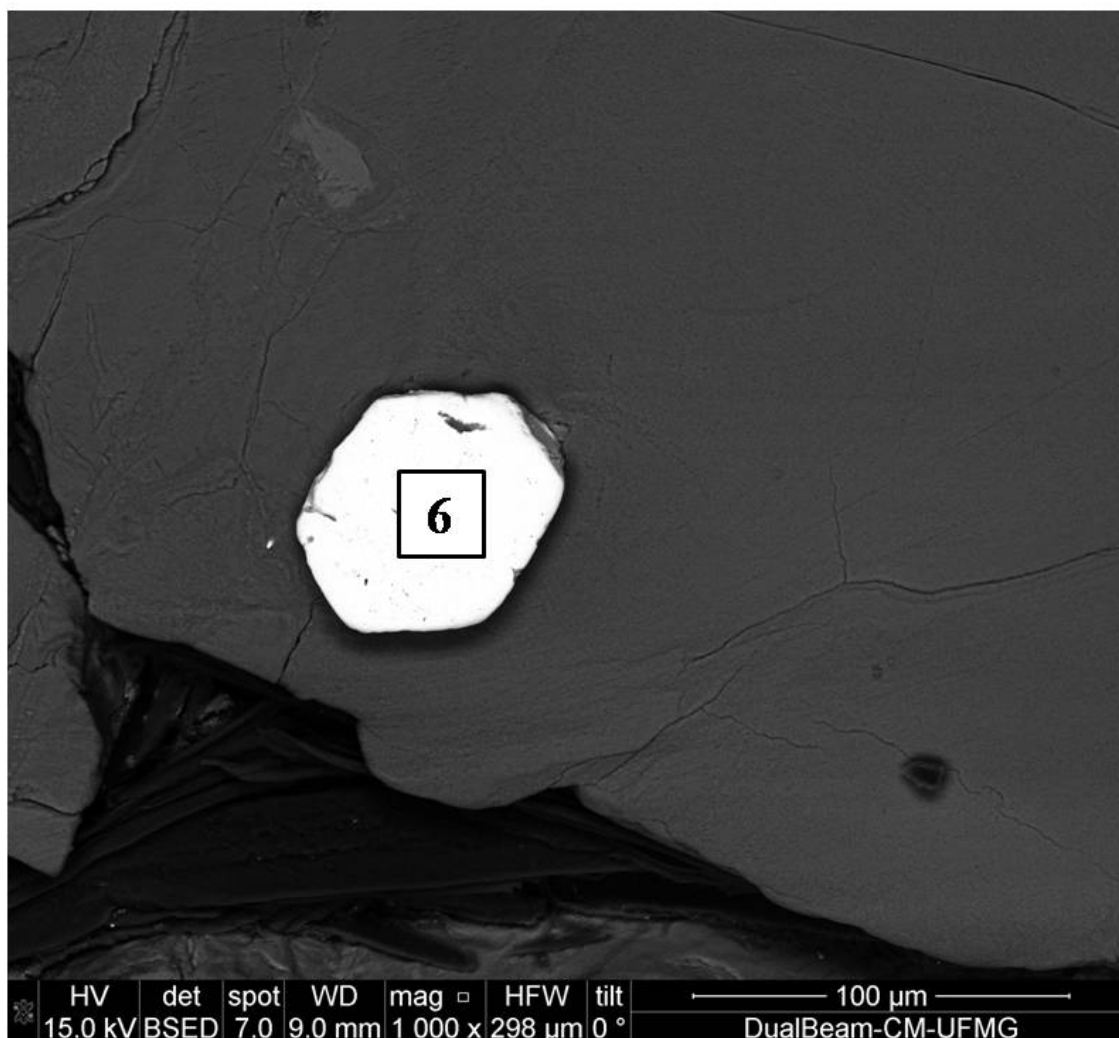


FIGURA 5-12: Partícula de magnetita presente na amostra de serpentinito in natura.

Imagem obtida em seção polida, (IER).

TABELA 5-9: Análise composicional das partículas de serpentinito in natura em peso% determinadas por EDS, e fase mineral.

| <b>Partícula</b> | <b>%O</b> | <b>%Mg</b> | <b>%Si</b> | <b>%Fe</b> | <b>%Cr</b> | <b>%Al</b> | <b>Mineral/Fase</b>      |
|------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|------------|--------------------------|
| <b>1</b>         | 42,28     | 28,17      | 22,98      | 4,41       | 1,16       | 0,99       | <b>Lizardita</b>         |
| <b>2</b>         | 48,03     | 24,32      | 20,48      | 5,59       | 0,00       | 1,58       | <b>Lizardita</b>         |
| <b>3</b>         | 24,11     | 10,29      | 6,97       | 48,90      | 9,73       | 0,00       | <b>Cromita/Magnetita</b> |
| <b>4</b>         | 45,71     | 20,84      | 25,02      | 7,62       | 0,00       | 0,81       | <b>Talco</b>             |
| <b>5</b>         | 27,24     | 8,11       | 8,64       | 50,04      | 1,41       | 4,57       | <b>Magnetita</b>         |
| <b>6</b>         | 29,75     | 0,00       | 0,00       | 70,24      | 0,00       | 0,00       | <b>Magnetita</b>         |

### 5.8.2. Serpentinito calcinado

As três figuras a seguir mostram o serpentinito após a calcinação. Observa-se redução acentuada nas fibras finas, e destaque das partículas lamelares e com forma de bastonetes. Ressalte-se na FIGURA 5-13, as partículas 7 e 8 que são evidenciadas nas FIGURAS 5-14 e 5-15, respectivamente.

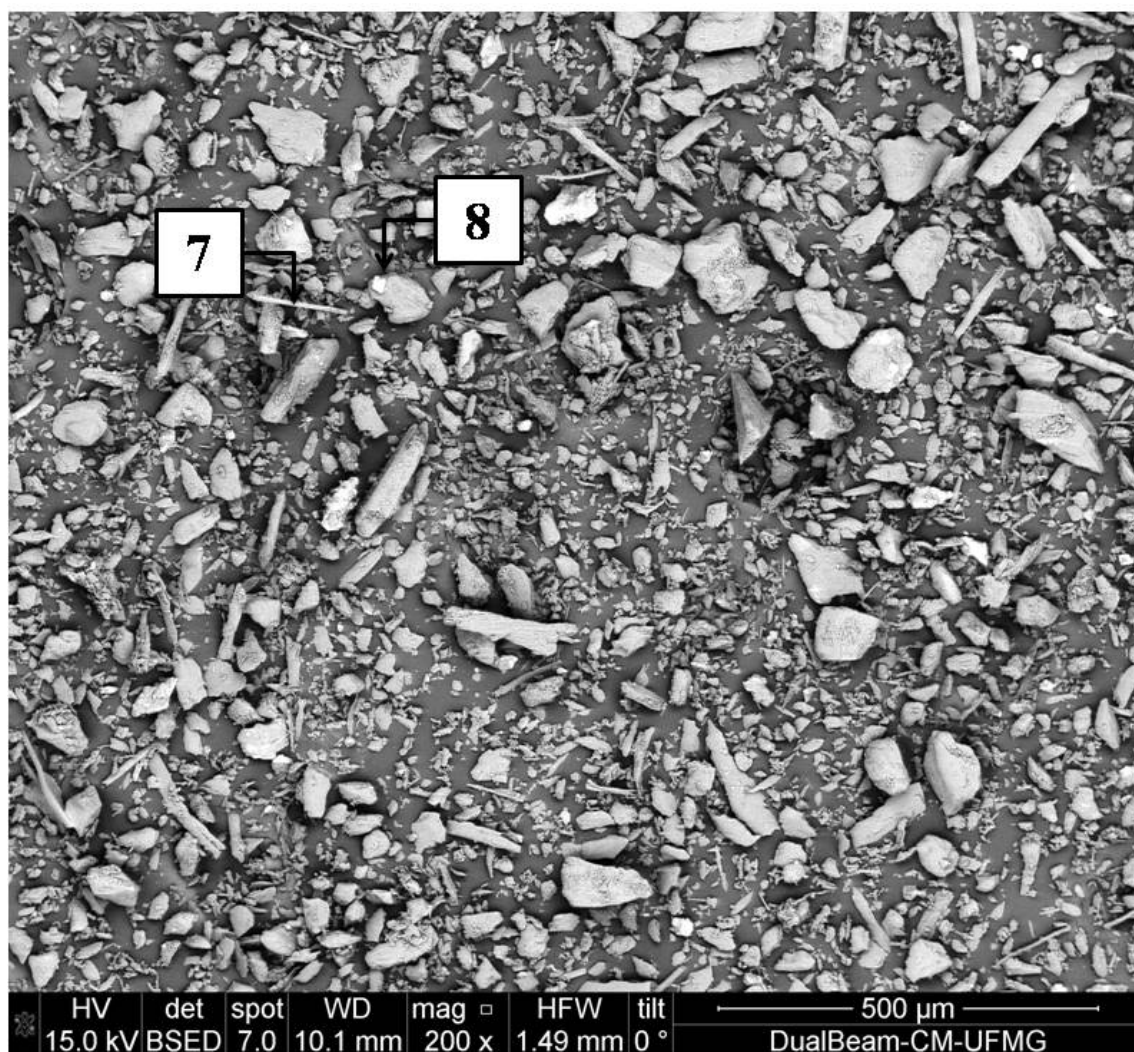


FIGURA 5-13: Imagem de MEV das partículas de serpentinito após a calcinação, (IER).

A FIGURA 5-14 traz uma partícula similar à da FIGURA 5-7; contudo, após passar pela calcinação, observa-se nessa imagem a mudança morfológica da partícula, com diminuição expressiva das fibras finas, para formas mais arredondadas de bastonetes. Na FIGURA 5-15 observa-se o início do processo de sinterização em algumas partículas, como naquela no centro da figura. Esta partícula é uma magnesioferrita, contendo quantidade substancial de Cr. A análise composicional por EDS das FIGURAS 5-14 e 5-15 é apresentada na TABELA 5-10.

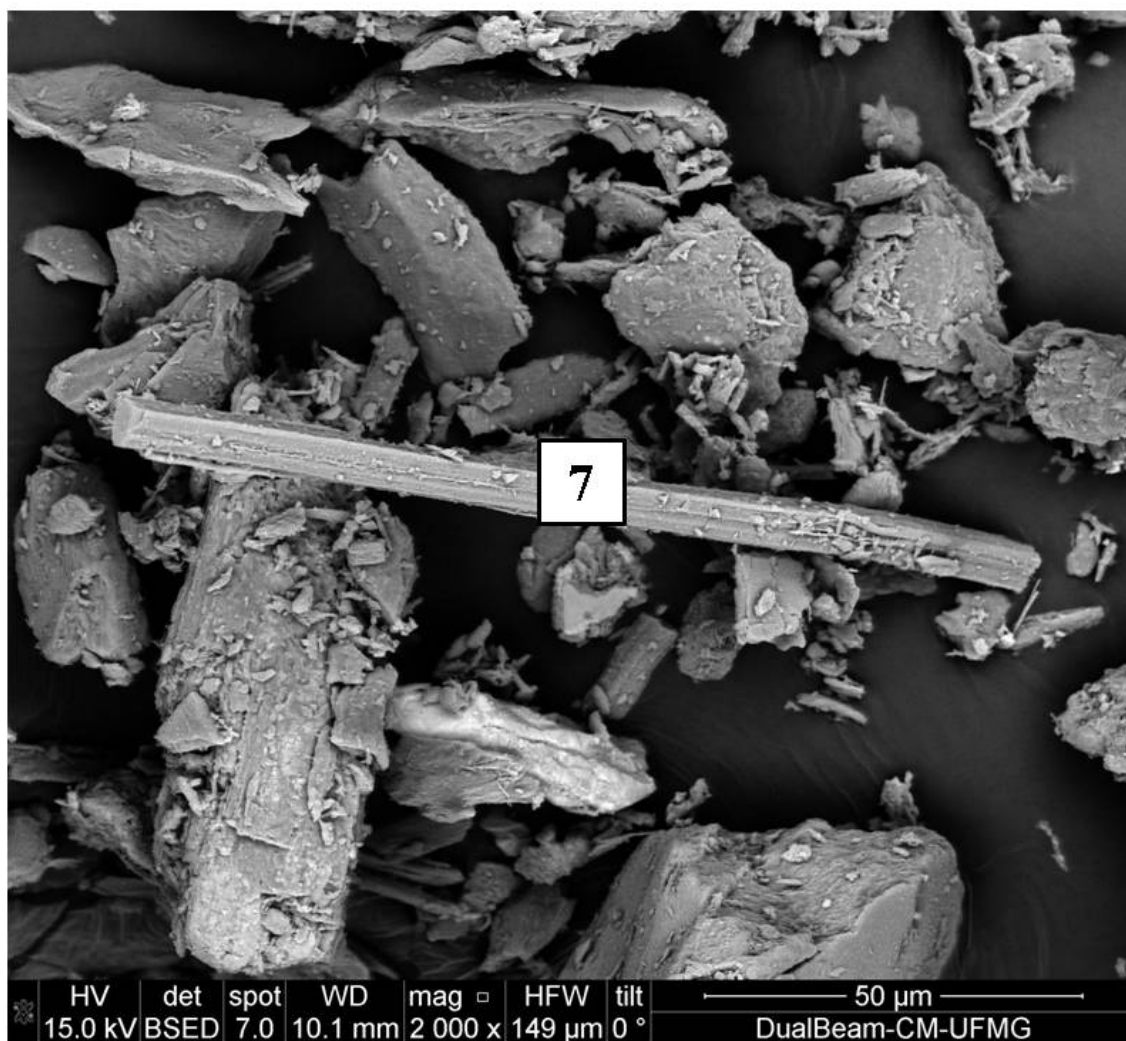


FIGURA 5-14: Partícula de forsterita, (IER).

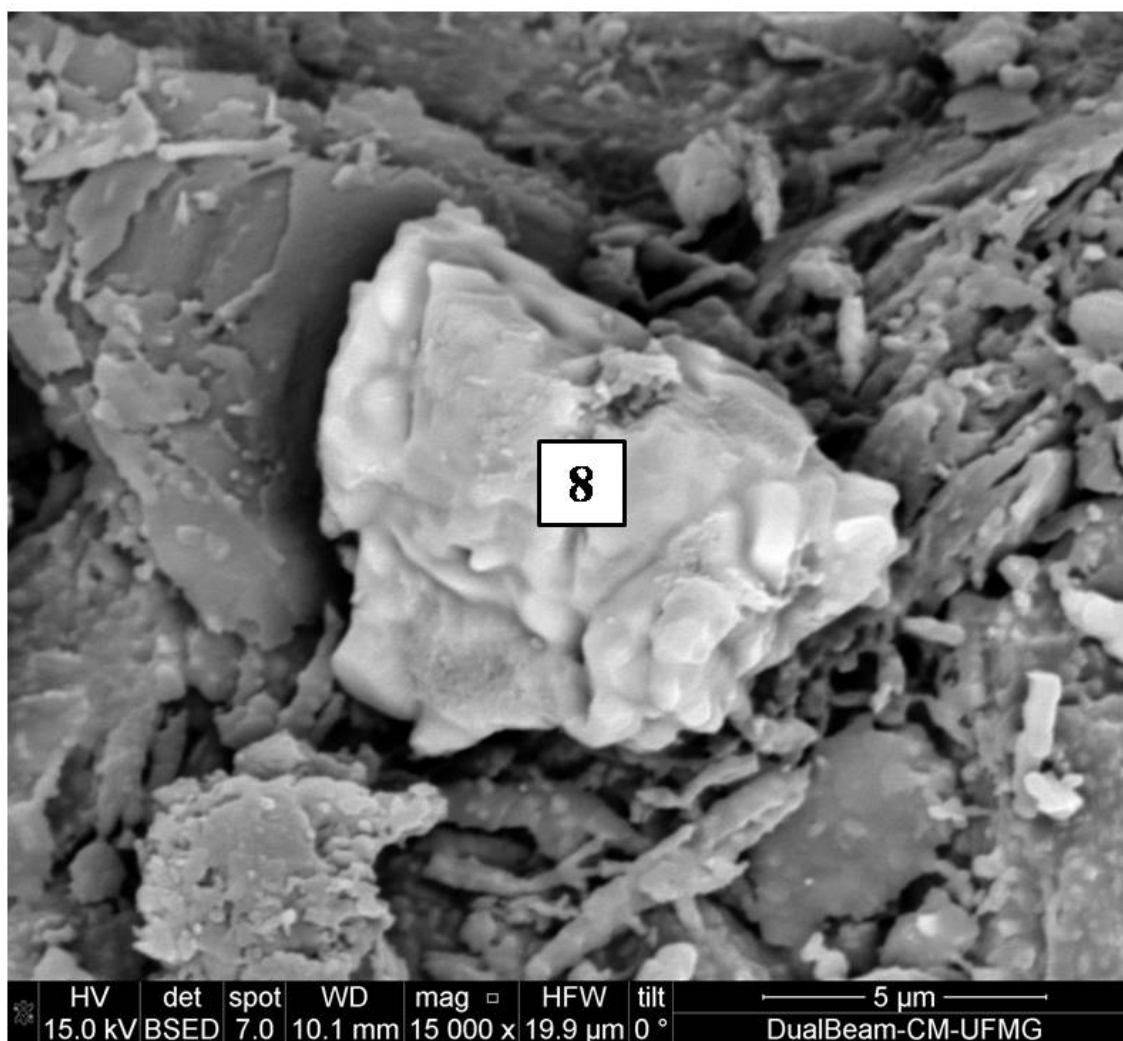


FIGURA 5-15: Partícula de magnesioferrita, (IER).

TABELA 5-10: Análise composicional das partículas de serpentinito calcinado em peso% determinadas por EDS, e fase mineral.

| Partícula | %O    | %Mg   | %Si   | %Fe   | %Cr  | %Al  | Mineral/Fase    |
|-----------|-------|-------|-------|-------|------|------|-----------------|
| 7         | 44,30 | 29,50 | 22,44 | 2,91  | 0,00 | 0,85 | Forsterita      |
| 8         | 23,93 | 8,56  | 1,74  | 57,56 | 7,30 | 0,91 | Magnesioferrita |

### 5.8.3. Esteatito in natura

Assim como no serpentinito, realizou-se no esteatito análise microestrutural com microscópio eletrônico de varredura (MEV) com microanalisador de raios-X dispersivo em energia (EDS). Na FIGURA 5-16, com aumento original de 500x, observa-se uma quantidade considerável de fibras finas; em destaque duas partículas, hematita e antigorita, que podem ser observadas em detalhe nas FIGURAS 5-17 e 5-18, respectivamente. É possível observar que a partícula de hematita aparece bem mais clara que a do silicato, devido ao efeito de número atômico. A TABELA 5-11 traz os resultados da análise composicional por EDS das FIGURAS 5-16 a 5-20.

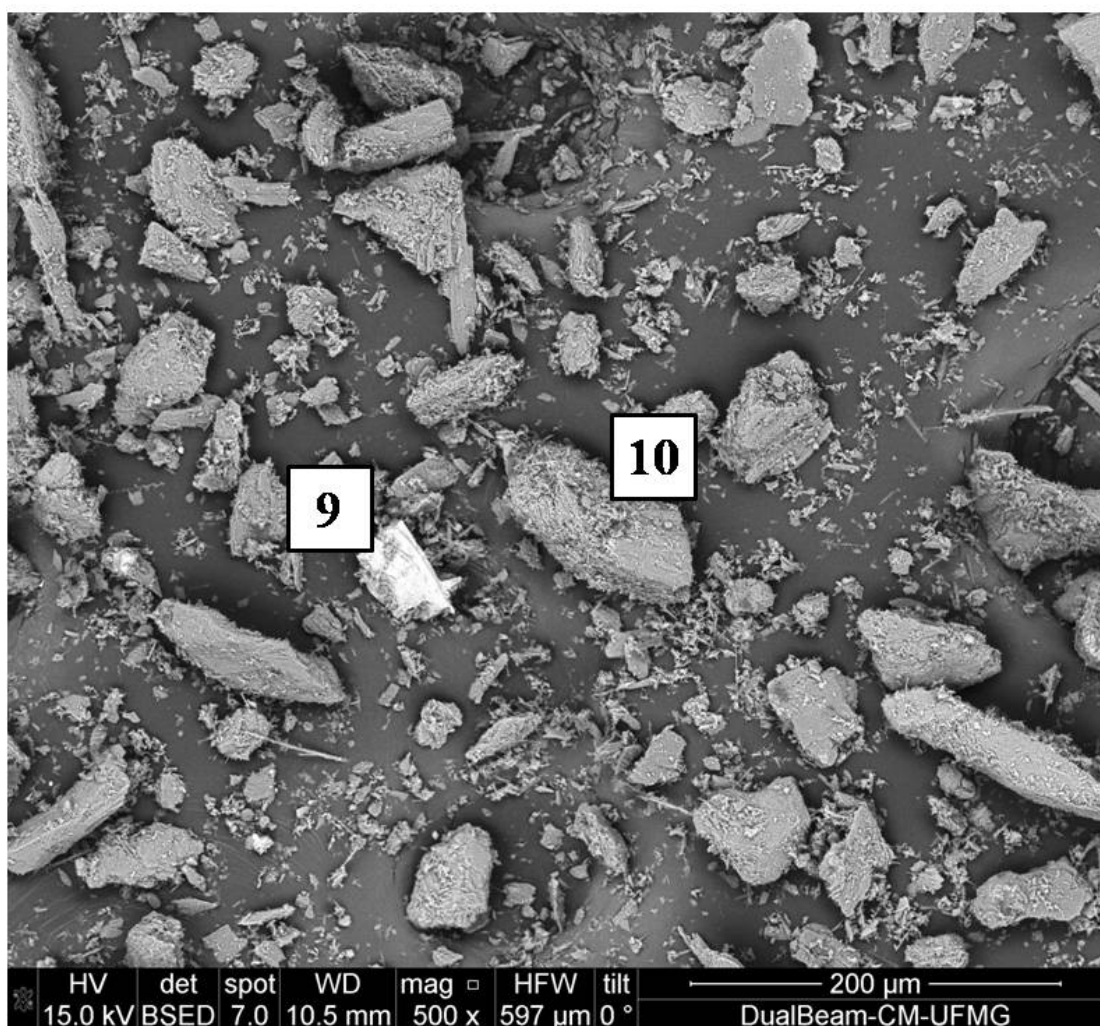


FIGURA 5-16: Partículas de esteatito in natura, com destaque para hematita e antigorita, (IER).

A FIGURA 5-17 mostra a partícula de hematita em destaque e a análise composicional por EDS é apresentada na TABELA 5-11. Identificou-se a partícula 10 como uma lizardita, devido à presença de Fe na sua estrutura. (FIGURA 5-18.)

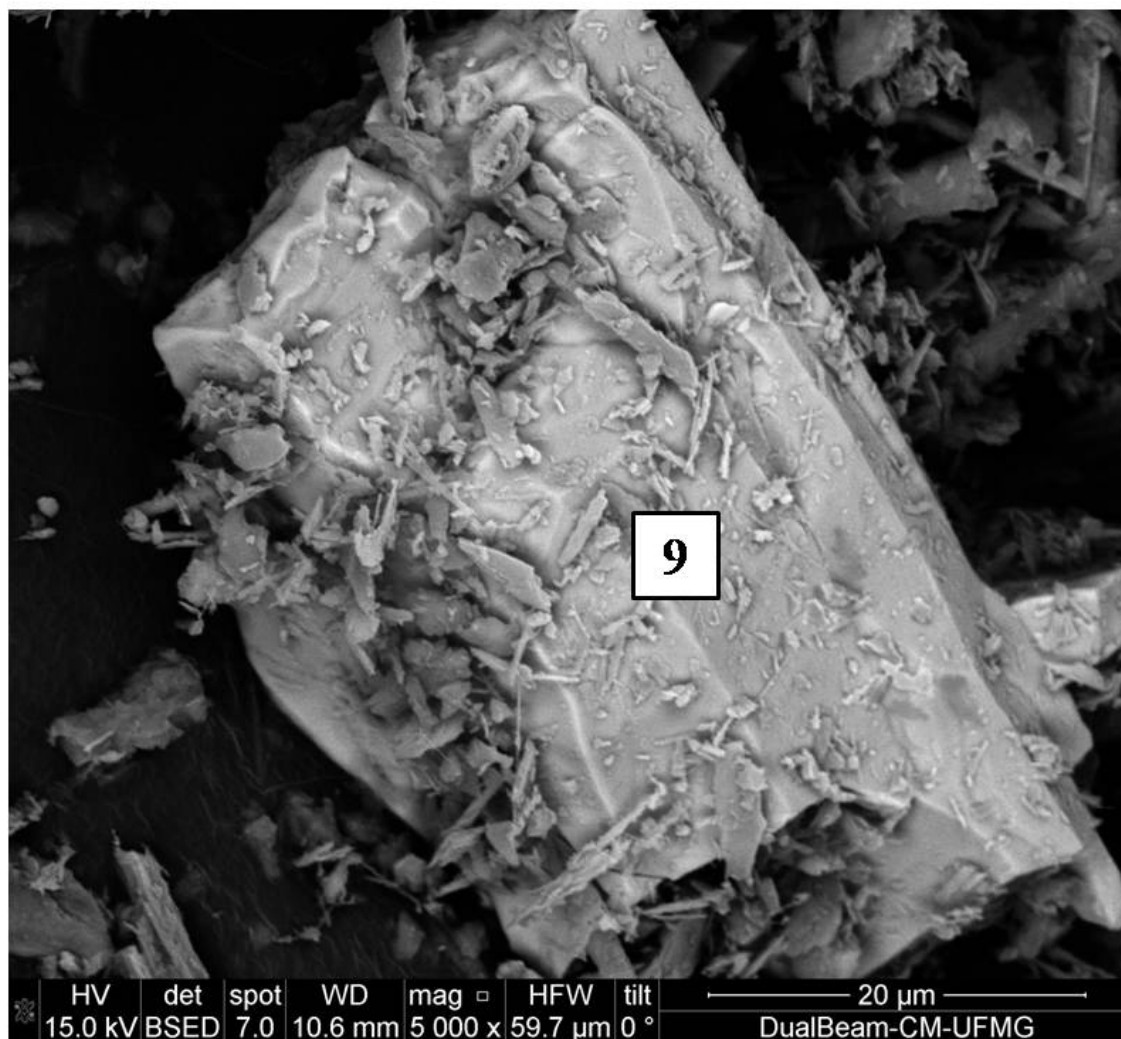


FIGURA 5-17: Partícula de hematita presente na amostra de esteatito in natura, (IER).



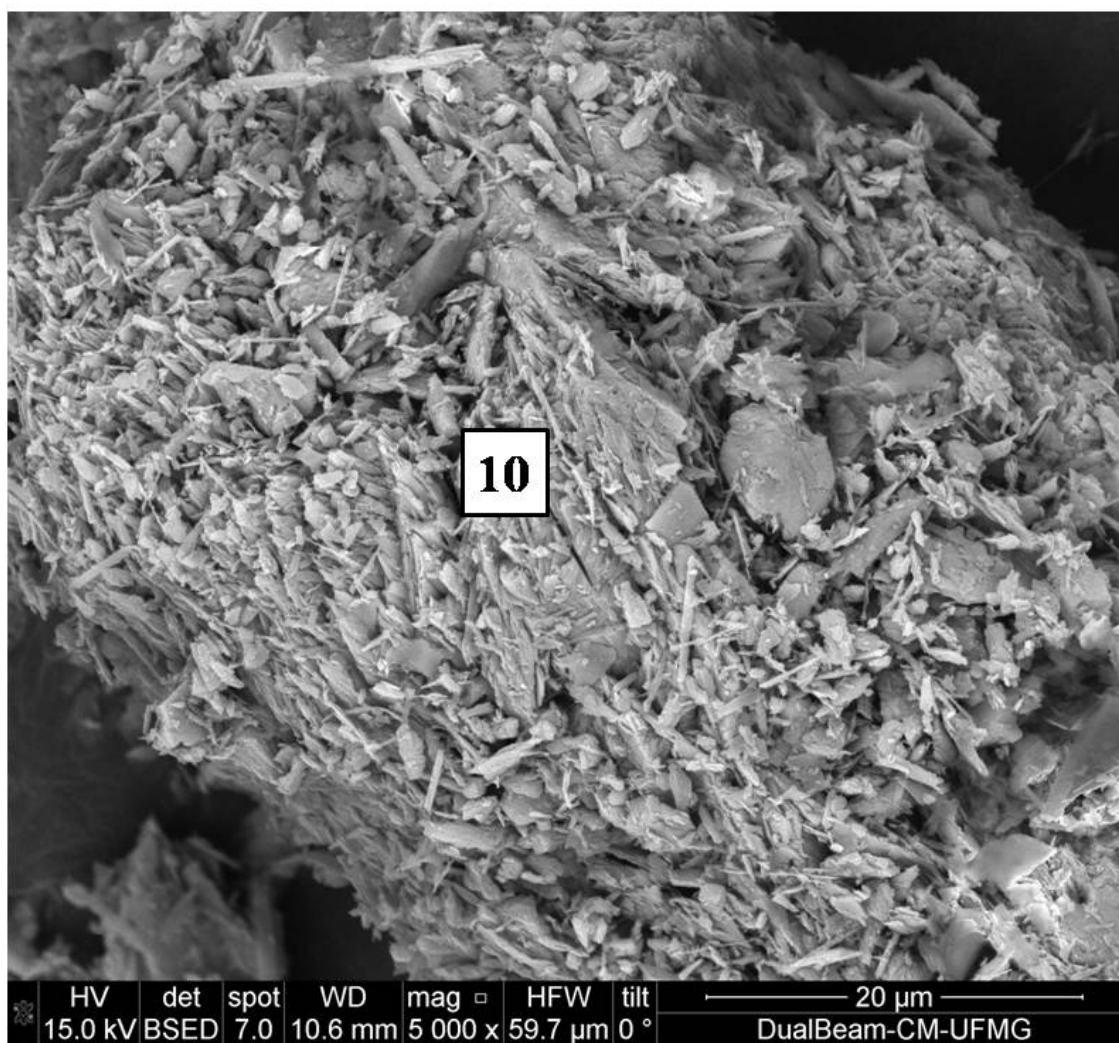


FIGURA 5-18: Partícula de lizardita presente na amostra de esteatito in natura, (IER).

Identificou-se na amostra de esteatito a presença de magnetita em pequena quantidade, como se pode observar na FIGURA 5-19.

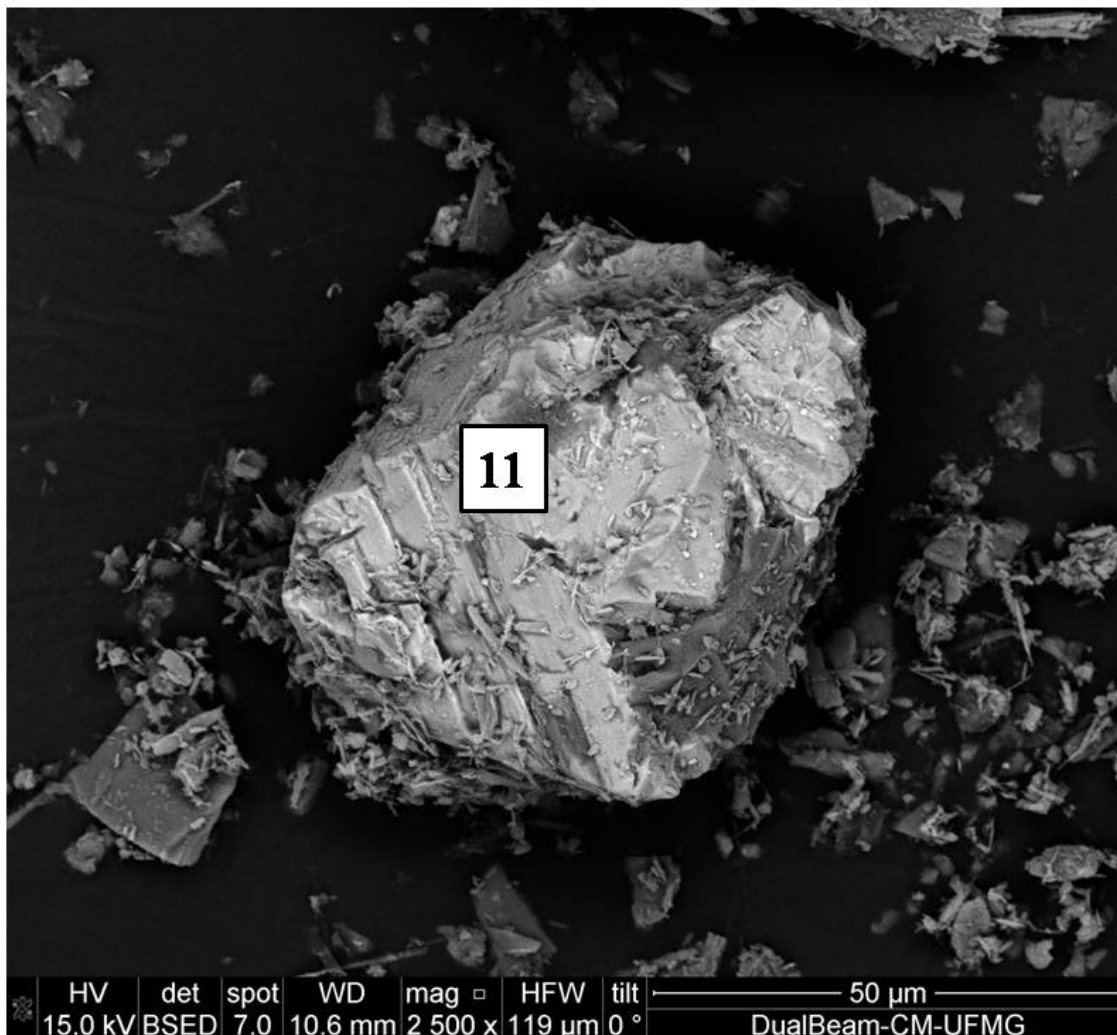


FIGURA 5-19: Partícula de magnetita presente na amostra de esteatito in natura, (IER).

Outro silicato encontrado nessa rocha foi a lizardita (FIGURA 5-20), nesse caso, destaca-se a forma da partícula, com as extremidades muito pontiagudas.

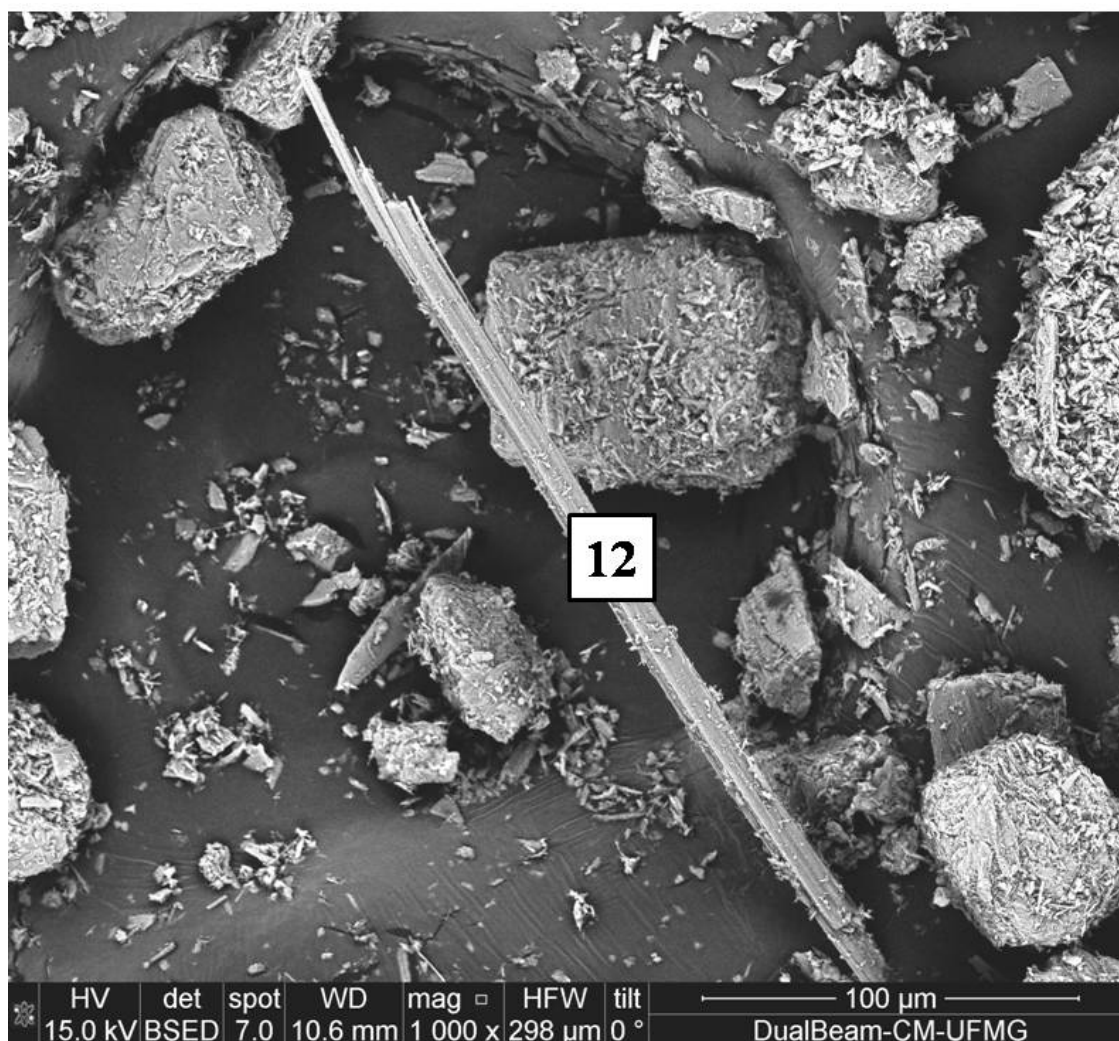


FIGURA 5-20: Partícula de lizardita presente na amostra de esteatito in natura, (IER).

A análise composicional, realizada via EDS, é apresentada na TABELA 5-11.

TABELA 5-11 Análise composicional das partículas de esteatito in natura em peso% determinadas por EDS, e fase mineral.

| Partícula | %O    | %Mg   | %Si   | %Fe   | %Al  | Mineral/Fase |
|-----------|-------|-------|-------|-------|------|--------------|
| 9         | 33,35 | 5,43  | 4,36  | 56,87 | 0,00 | Hematita     |
| 10        | 45,07 | 21,21 | 25,24 | 7,67  | 0,81 | Lizardita    |
| 11        | 24,96 | 3,08  | 3,39  | 68,58 | 0,00 | Magnetita    |
| 12        | 50,51 | 22,07 | 19,66 | 5,50  | 2,26 | Lizardita    |

#### 5.8.4. Esteatito calcinado

Assim como o serpentinito, o esteatito quando calcinado a 1200°C apresenta partículas com as pontas mais arredondadas no lugar das agulhas observadas antes da calcinação. Isso ocorre pelo fato de que, nessa temperatura, inicia-se o processo de sinterização (FIGURA 5-21). A análise composicional, realizada via EDS das FIGURAS 5-21 a 5-24, é apresentada na TABELA 5-11

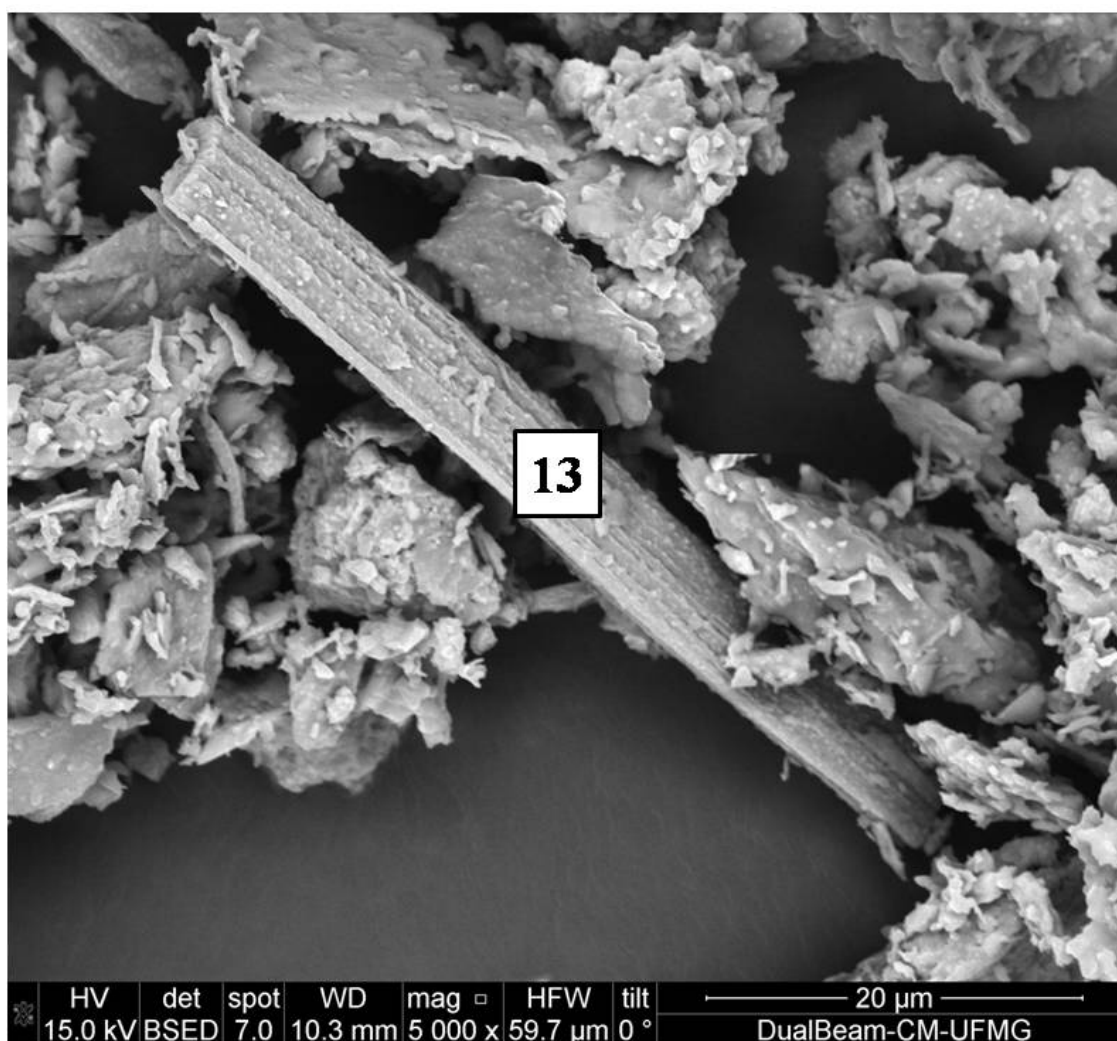


FIGURA 5-21: Partícula de enstatita, após a calcinação da amostra de esteatito, (IER).

Observa-se na FIGURA 5-22 um cristal octaédrico de magnesioferrita que, antes da calcinação, provavelmente era uma magnetita.

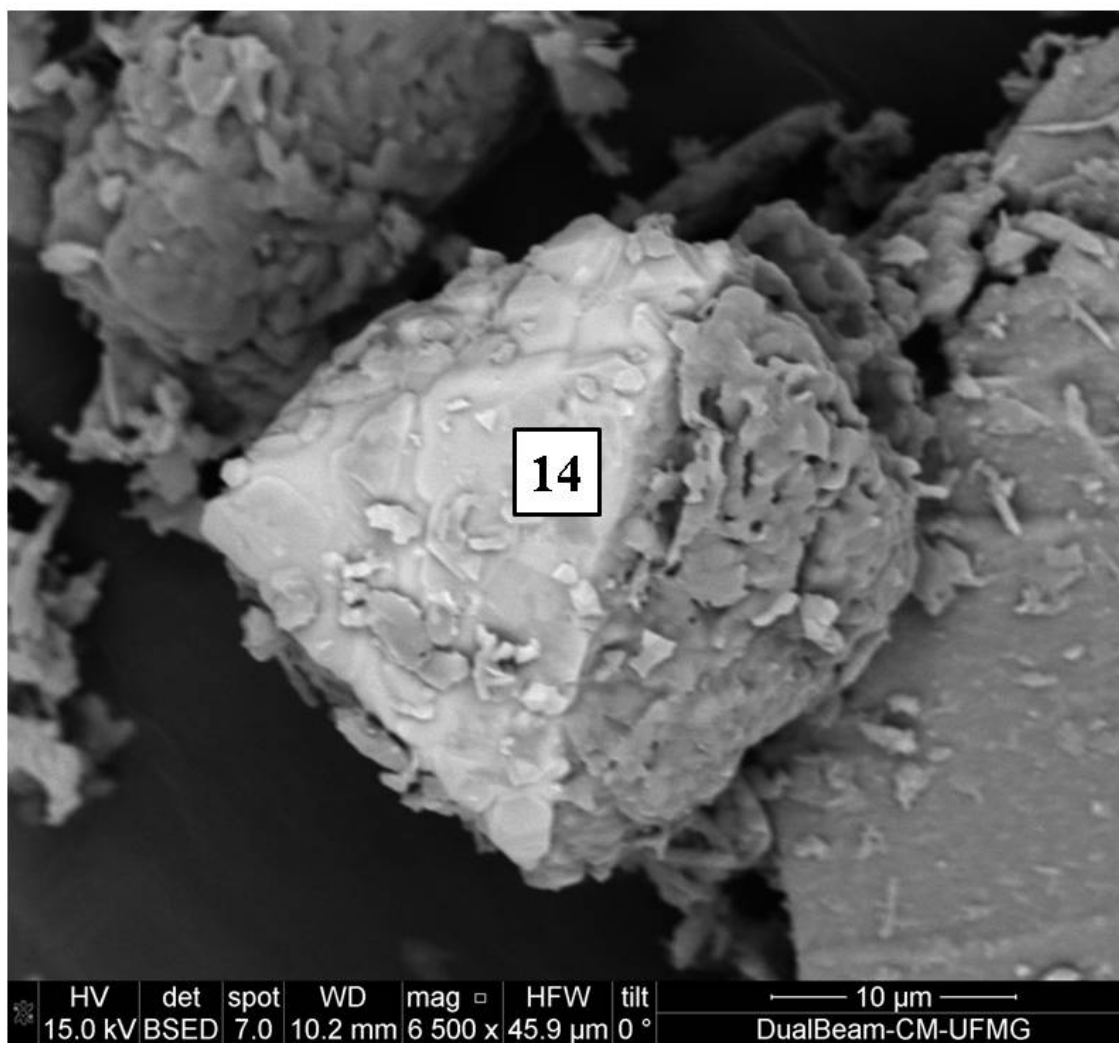


FIGURA 5-22: Partícula de magnesioferrita da amostra de esteatito calcinado a 1200°C, (IER).

Mostra-se na FIGURA 5-23 a partícula 15, com aumento original de 2.500x, que se trata de enstatita. A FIGURA 5-24 destaca a mesma partícula com um aumento de 10.000x, onde é possível observar o início do processo de sinterização. A análise composicional é apresentada na TABELA 5-12. A presença de Ca na partícula de enstatita indica a presença de algum anfibólio antes da calcinação, provavelmente tremolita.

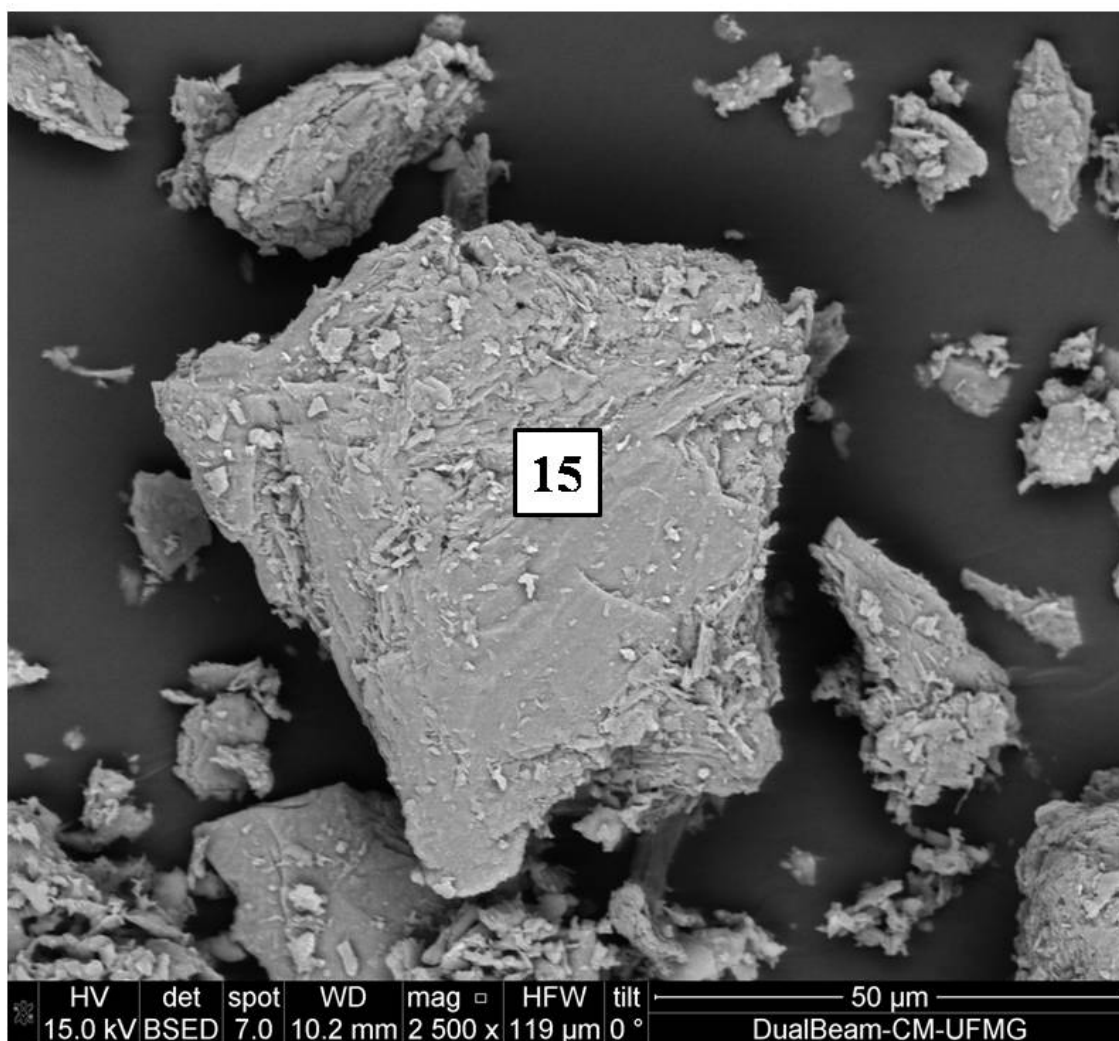


FIGURA 5-23: Partícula de enstatita da amostra de esteatito calcinado a 1200°C, (IER).

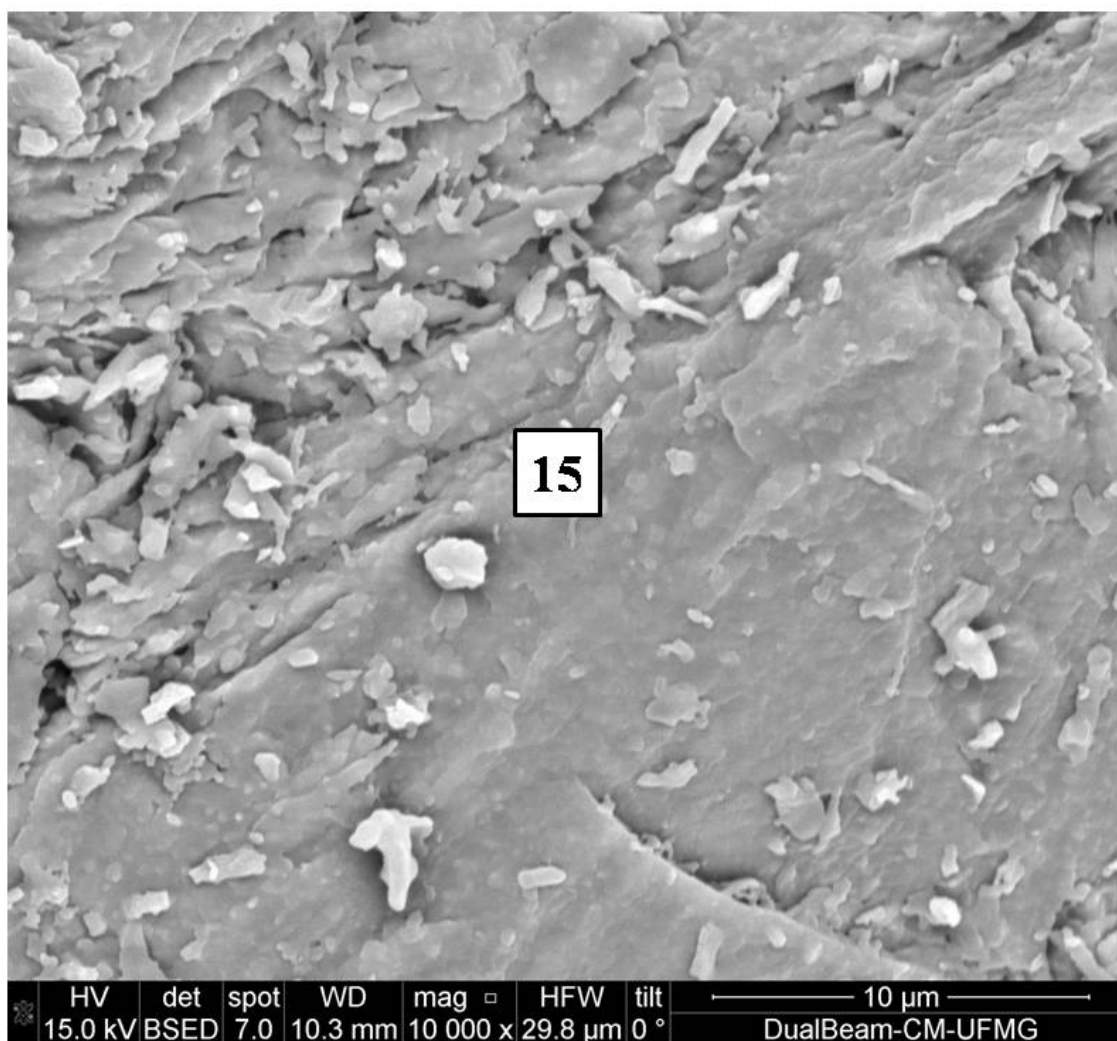


FIGURA 5-24: Detalhe da partícula de enstatita da amostra de esteatito calcinado a 1200°C, onde observa-se o início do processo de sinterização, (IER).

TABELA 5-12 Análise composicional das partículas de esteatito calcinado a 1200°C em peso% determinadas por EDS, e fase mineral.

| Partícula | %O    | %Mg   | %Si   | %Fe   | %Cr  | %Al  | %Ca  | Mineral/Fase    |
|-----------|-------|-------|-------|-------|------|------|------|-----------------|
| 13        | 47,75 | 22,59 | 20,05 | 7,10  | 0,68 | 1,50 | 0,33 | Enstatita       |
| 14        | 24,55 | 8,20  | 8,68  | 54,25 | 3,05 | 0,43 | 0,83 | Magnesioferrita |
| 15        | 42,58 | 20,94 | 29,52 | 4,12  | 0,29 | 0,51 | 2,04 | Enstatita       |

## 6. CONCLUSÕES

As duas rochas apresentaram algumas semelhanças devido à origem geológica, contudo, quando se analisam principalmente as composições químicas e mineralógicas e as propriedades magnéticas, nota-se que existem importantes diferenças que podem ser o motivo de sucesso ou não em determinadas aplicações.

A rocha serpentinito analisada tem composição predominante dos minerais lizardita e talco, e magnetita minoritária no material in natura. A rocha é estável ao aquecimento até a temperatura de 500°C; a partir daí, começa a sofrer alterações. Os dois picos observados na análise termogravimétrica, da lizardita em 645°C e do talco a 729°C, indicam as temperatura sem que estes minerais praticamente desaparecem, sinalizando a mudança de fases para forsterita e enstatita.

A rocha esteatito apresentou o talco e a lizardita como principais silicatos, tendo ainda tremolita e hematita, esta como principal fase portadora de Fe. Também é estável até 500°C e a partir daí, observam-se dois picos de perda de massa, da lizardita em 638°C e do talco a 738°C; o terceiro pico, da tremolita, aparece a 887°C. Após esse aquecimento, as fases em destaque são enstatita, clinoenstatita e maghemita.

Pela análise microestrutural, observou-se a mudança morfológica das partículas, com diminuição expressiva das fibras finas, para formas mais arredondadas de bastonetes, tanto no serpentinito como no esteatito. Também se notou o início do processo de sinterização a 1200°C.

Os resultados dos espectros de Mössbauer ajudaram na determinação da composição de fases, principalmente da amostra calcinada. Foi possível observar a alteração das fases ricas em ferro, como foi o caso da magnetita, que após o tratamento térmico foi quase totalmente substituída por magnesioferrita e hematita no serpentinito. Assim, a propriedade magnética foi substancialmente diminuída. No esteatito, a principal mudança foi a da hematita para maghemita. A presença de magnesioferrita foi também



confirmada em ambas amostras calcinadas a 1200 graus Celsius pelas análises de MEV-EDS.

Neste trabalho foi possível identificar várias características nos dois materiais que podem ser usadas no futuro para reforçar sua utilização. O esteatito apresenta grande potencial para ser mais utilizado como carga na indústria de polímeros, pois tem, em grande parte da sua composição, o talco, mineral fortemente utilizado nessa indústria há vários anos. A presença de Fe pode ser um fator restritivo para sua utilização, fato que deve ser mais estudado. O serpentinito teve como grande destaque a presença de material magnético na sua composição, fato que dificulta sua utilização na indústria como carga mineral. Entretanto, devido a seu alto teor de MgO, ele pode ser aplicado na agricultura como remineralizador de solos; neste caso, também pode ser fonte de micronutrientes (Si, Fe, Ni e Al) fundamentais para a recuperação de solos pobres.

## 7. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Realizar calcinações a temperaturas superiores a 1200°C, a fim de avaliar a continuidade do processo de sinterização das partículas. Observar também alterações morfológicas das partículas finas.

Realizar análise de área superficial específica nas amostras calcinadas para avaliar se houve alguma alteração nessa propriedade após a queima.

Estudar o comportamento magnético da rocha serpentinito em campos magnéticos com diferentes intensidades e após passar por calcinações.

Avaliar, a viabilidade econômica do uso da carbonatação do serpentinito como agente para o armazenamento de carbono, assim como o potencial de exploração comercial dos subprodutos do processo.

Estudar a influencia do Fe na estrutura do esteatito quando aplicado em polímeros.

Estudar o comportamento do serpentinito depois de calcinado como agente remineralizador de solos na agricultura. Avaliar a velocidade de solubilização da rocha.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

Alkmim F. F., Marshak S. Transamazonian Orogeny in the Southern São Francisco Cráton Region, Minas Gerais, Brazil: evidence for the Paleoproterozoic collision and collapse in the Quadrilátero Ferrífero. *Precambrian Research*, 90.1998 pg 29 a 58.

Allen, T. Particle Size Measurement, 5ª edition, v.1, London: Chapman and Hall, 1997.

Alves, N. S. M. S. Serpentinó como alternativa para a carbonatação mineral. Porto Alegre. Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2011, 70 pg. (Dissertação de mestrado Engenharia e Tecnologia de Materiais)

Ballotin, F. C., Catalizadores Heterogêneos Básicos para Produção de Biodiesel baseado na Rocha Serpentinó. Belo Horizonte, Universidade Federal de Minas Gerais, 2016, 102 pg. (Dissertação de mestrado, Departamento de Química do Instituto de Ciências Exatas)

Bernier, L. The potential use of serpentinite in the passive treatment of acid mine drainage: batch experiments. *Environ Geol.* (2005) 47: 670-684.

Brandão, P. R. G. Notas de aula, disciplina “Agregação e Dispersão”. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da UFMG – (PPGEM), Departamento de Engenharia de Minas, Escola de Engenharia, 2015.

Brandão, P. R. G. Notas de aula, disciplina “Métodos de instrumentação e análise”. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da UFMG – (PPGEM), Departamento de Engenharia de Minas, Escola de Engenharia, 2013.

Ciminelli, R. R. Critério para formulação de cargas e reforços minerais em termoplásticos. Congresso Brasileiro do Plástico Reforçado, 5. 1988, São Paulo. Anais. São Paulo: Associação Brasileira de Plástico Reforçado, 1988. Pg 71 a 73.

Ciminelli, R. R., Luz, A. B., Lins, F. A. F. Desempenho Funcional dos Minerais Industriais: Desafios Tecnológicos, Ferramentas de Marketing e Estratégia de Valorização. Rochas & Minerais Industriais/Ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005, cap. 2, pg. 31 a 72.

COSTA, C.S. 1995. Petrogênese do Corpo Meta-Ultramáfico do Córrego dos Boiadeiros, Quadrilátero Ferrífero, MG-Dissertação de Mestrado, Instituto de Geociências, Universidade Federal de Minas Gerais-UFMG- 172p.

Deer, W. A., Howie R. A., Zussman J. Rock-Forming Minerals, Volume 3B. Layered Silicates Excluding Micas and Clay Minerals. Geological Society, London, 2009, 314pg.

Deer, W. A., Howie R. A., Zussman J. An introduction to the rock-forming minerals. Longman Scientific & Technical, Essex, England, 2ª Ed, 1992, 696pg.

Departamento Nacional de Produção Mineral DNPM. Disponível em: <<https://sistemas.dnpm.gov.br/SCM/Extra/site/admin/pesquisarProcessos.aspx>> Acesso 09/04/2017.

Evans B. W., Hattori K., Baronnet A. Serpentinite: What, Why, Where? Elements, vol. 9, 2013, pg. 99 a 106.

Falcão, A. A. Análise Química de Resíduos Sólidos para Estudos Agroambientais. Campinas. Instituto Agrônomo, 2006. 178 pg. (Dissertação de mestrado Departamento de Química Analítica).

Fernandes, V. M. T. Petrogênese e Geoquímica de rochas Metaultramáficas e Máficas do corpo Córrego dos Boiadeiros, Grupo Nova Lima, Quadrilátero Ferrífero, MG. Ouro Preto. Escola de Minas UFOP, Departamento de Geologia, 2016. 143 pg. (Dissertação, Mestrado em Ciências Naturais, Área de Concentração: Tectônica, Petrogênese e Recursos Minerais).

Fonseca, V. Envelhecimento de pelotas de minério de ferro com diferentes basicidades e teores de MgO. Ouro Preto, Universidade Federal de Ouro Preto, 2003. (Dissertação de mestrado).

Gladikova, L. A., Teterin V. V., Freidlina R. G. Production of magnesium oxide from solutions formed by acid processing of serpentinite. Russian Journal of Applied Chemistry Vol 81, 2008, pg 889 a 891.

Honorato, E.P. Adequação granulométrica das matérias-primas e do sistema de segregação contínua (I.S.F), para melhorias na produtividade e qualidade do sínter para os altos-fornos. Belo Horizonte, Universidade Federal de Minas Gerais, 2005, 126 pg. (Dissertação de mestrado Metalurgia Extrativa)

<http://www.serpentinodellavalmalenco.com/interface.html> - Acessado em: 10/11/2015.

Huijgen, W. J. J., Comans, R. N. J. Carbon dioxide sequestration by mineral carbonation. ECN-Clean Fossil Fuels Environmental Risk Assessment, 2003, pg.17.

Ismael, I. S., Hassan M. S. Characterizations of some Egyptian serpentinite used as ornamental stones. SpringerLink(MetaPress), Chin J. Geochem. 2007, pg. 140 a 149

Jillavenkatesa, A., Dapkunas, S.; Jillavenkatesa, Lum, L-S. Particle Size Characterization, NIST Special Publication 960-1, Washington, 2001.1 a 165pg.

Kondorfer, G.H., Pereira, H.S., Camargo, M.S.: Silicatos de cálcio e magnésio na agricultura. Boletim técnico 01, 2ª Ed., Instituto de ciências agrárias, Universidade Federal de Uberlândia 2002.

Lins, F. A. F. Panorama da Produção e Consumo de Rochas e Minerais Industriais no Brasil. Luz, A. B., Lins, F. A. F. Rochas & Minerais Industriais/Ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005, cap. 1, pg. 11 a 29.

Luz, A. B., Loureiro, F. E. L., Sampaio, J. A., Castilhos, Z. C., Bezerra, M. S. Agrominerais para o Brasil: Capítulo 4 Rochas, Minerais e rotas tecnológicas para a produção de fertilizantes alternativos. CETEM/MCT, Rio de Janeiro, 2010, pg. 61 a 88.

NSW Department of Primary Industries. Disponível em: <[http://www.resourcesandenergy.nsw.gov.au/\\_\\_data/assets/pdf\\_file/0020/238205/Serpentine.pdf](http://www.resourcesandenergy.nsw.gov.au/__data/assets/pdf_file/0020/238205/Serpentine.pdf)> Acesso 09/04/2017.

New Zealand Journal of Agricultural Research. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/toc/tnza20/current>> Acesso 09/04/2017.

Oréface R. L., Carmignano, O. R., Tribst, P. H. Polímeros contendo serpentinito. Relatório Interno, Pedras Congonhas Extração Arte e Ind. Ltda. 2012.

Pereira, J. G. Avaliação da utilização de diferentes materiais para diminuição da tendência de colagem de pelotas durante o processo de redução direta. Belo Horizonte, Universidade Federal de Minas Gerais, 2012, 101 pg. (Dissertação de mestrado Metalurgia Extrativa)

Pinto, P., Yoshida, M. I., Carmignano, O. R. Caracterização química da rocha serpentinito de Nova Lima/MG. Sociedade Brasileira de Química (SBQ). 33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química/2009.

Pizarro, A. P., Leite, J. A., Bortolini, E., Pena, G. A.; Relatório de Reavaliação de Reservas, Sênior Engenharia. Relatório interno, Pedras Congonhas Extração Arte e Ind. Ltda – 2006.

Prigiobbe V., Hänchen M., Werner M., Bachiocchi R., Mazzotti M. Mineral carbonation process for CO<sub>2</sub> sequestration. *Energy Procedia*, pg. 4885 a 4890, 2009.

Santinato, R., Silva, R. O., Mosca, E., Santinato, F. Doses de óxido de magnésio e doses de serpentinito na correção da deficiência de magnésio em solos com teores adequados de cálcio. 38º Congresso Brasileiro de Pesquisas Cafeeiras, Caxambu, Minas Gerais, 2012.

Schneider, C. G. Utilização de crisotila modificada quimicamente como carga em polietileno de alta densidade. Porto Alegre, Instituto de química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2008 (Tese de Doutorado em Química).

Shank S. G., Mining History of Serpentinities in Pennsylvania and Maryland. Pennsylvania Geological Survey. Vol 44, Nº1, 2014.

Silverol, A. C., Filho, L. M. Utilização de Pó de Granito e Manto de Alteração de Piroxenito para Fertilização de Solos. Porto Alegre. *Revista Brasileira de Agroecologia*, v.2, n.1, Rio Grande do Sul, 2007, pg.703 a 707.

Skoog, D. A., Holler, F. J., Nieman, T. A. Principles of Instrumental Analysis, 5th ed., Harcourt Brace College Publ., Philadelphia, 1998, 849 pg.

Susaki, K. Estudo Prospectivo do Setor Siderúrgico - NT Fundentes e escorificantes – situação atual com tendências 2025. Centro de Gestão e Estudos Estratégicos (CGEE) ABM 2008, 26 pg.

Teir, S., Elovena, S., Fogelholm C. J., Zevenhoven R. Fixation of carbon dioxide by producing hydromagnesite from serpentinite. *Applied Energy*, 2009, pg 214 a 218.

Teixeira, A. M. S. Caracterização e avaliação da rocha serpentinito do município de Andorinha/Bahia para aplicação como corretivo de acidez do solo. Rio de Janeiro,

Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2010, 106 pg. (Dissertação de mestrado Instituto de Química)

Thomas J. M., Midgley P. A. High-resolution transmission electron microscopy: the ultimate nanoanalytical technique. The Royal Society of Chemistry, 2004, pg 1258.

Tribst, C. C. L. Avaliação da capacidade de adsorção de surfactante aniônico em serpentinito. Trabalho de Graduação em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Ouro Preto 2014.

Zaidan, S. Aproveitamento do rejeito da rocha serpentinito da mina de Cana- Brava. Belo Horizonte, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais. 2003. (Dissertação de mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos)

Wagner, E., Shubert C. Pre-Hispanic Workshop of Serpentine Artifacts, Venezuelan Andes, and Possible Raw Material Source. Science, Vol 175. 1972 pg. 888 a 890.