

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Dissertação de Mestrado

"Beneficiamento do caulim duro das bacias  
dos rios Capim e Jari através do processo  
de agregação seletiva"

Autor: Paulo Sérgio Rueda Criscuolo  
Orientador: Prof. Armando Corrêa de Araujo

Novembro/2008

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Paulo Sérgio Rueda Criscuolo

"Beneficiamento do caulim duro das bacias dos rios Capim e Jari através do processo de agregação seletiva"

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Tecnologia Mineral  
Orientador: Prof. Armando Corrêa de Araujo

Belo Horizonte  
Escola de Engenharia da UFMG  
2008

Espaço Reservado para a folha de aprovação CPGEM

Dedico este trabalho à minha esposa Cristiane  
e aos meu filhos Leonardo e Luís Henrique

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente ao Deus Todo Poderoso, e ao seu Filho e Nosso Salvador, Jesus Cristo, “porque d’Ele, e por Ele, e para Ele são todas as coisas”. Agradeço a Deus também por ter criado o caulim, este mineral fascinante que me desafia todos os dias.

Agradeço em especial ao meu orientador, Prof. Armando, cujos conhecimentos que me transmitiu me foram os mais úteis em todo este período, e também ao Prof. Toninho Peres, que desde o primeiro dia que pisei na UFMG foi um dos meus maiores incentivadores a fazer este mestrado. Agradeço também a todo o pessoal da banca examinadora, pela importante contribuição ao formato final desta dissertação.

Agradeço à Cristina Valadares e Keila Gonçalves, da Vale, pois foram instrumentos usados por Deus para me trazer para Belo Horizonte, “terra boa demais da conta, sô !”.

Agradeço a todo o pessoal do CDM envolvido nos testes, Resende, Roberto “Russo” Macedo, Márcio, Wagner, Marcela, Rosana, Geraldo Magela, Geraldo Madalena, Moacir, Júnior, Devani, Eliene, Ricardo, Robinho e tantos outros que estou esquecendo de incluir nesta lista, sem os quais nada teria sido realizado.

Agradeço ao pessoal da Geologia de PPSA e Cadam, Giorgio Simonetti e Valdinei Egger, pelo fornecimento de informações e amostras de minérios.

Agradeço também ao pessoal da Westfalia, Bob Chaffiotte e Daniel Soboleski, pelo imenso apoio dado nos testes da 1ª etapa, e também ao pessoal da Cytec, Ricardo Capanema, Márcio Santos, Ravishankar e Abdul Gorken, pelas mesmas razões com relação aos testes da 2ª etapa.

Agradeço à minha esposa Cristiane, e meus dois filhos Leonardo e Luís Henrique, pela paciência que tiveram ao abrir mão do nosso tempo de qualidade, para que este trabalho pudesse ser confeccionado.

E finalmente agradeço a meus pais, Sérgio e Carmen, por terem me ensinado a valorizar os estudos desde a mais tenra idade.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	1
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	2
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	3
3.1. Caulim .....	3
3.2. Natureza dos depósitos de caulim .....	4
3.3. Depósitos de caulim no Brasil .....	5
3.3.1. Bacia do Rio Capim.....	5
3.3.2. Bacia do Rio Jari .....	9
3.4. Beneficiamento convencional do caulim.....	13
3.5. Processos especiais de beneficiamento do caulim.....	15
3.6. Colorimetria.....	19
3.6.1. Definição de cor.....	19
3.6.2. Percepção das cores .....	23
3.6.3. Formação das cores .....	25
3.6.4. Quantificação das cores .....	27
3.6.5. Medição das cores .....	29
3.6.6. Grandezas colorimétricas utilizadas neste estudo .....	32
3.6.6.1. Alvura ISO.....	32
3.6.6.2. Índice de amarelamento (Yellowness) .....	34
3.6.6.3. Sistema colorimétrico CIE L*a*b* .....	35
3.6.6.4. Brancura CIE .....	37
<b>4. METODOLOGIA</b> .....	38
4.1. Amostras .....	38
4.2. Materiais .....	39
4.3. Métodos analíticos .....	40
4.3.1. Secagem.....	40
4.3.2. Pulverização.....	40
4.3.3. Prensagem.....	41
4.3.4. Leitura do anel .....	42
4.4. Aplicação de caulim no papel.....	43
4.5. Equipamentos utilizados – Escalas laboratorial e piloto .....	46
4.6. Procedimento experimental .....	52

4.6.1.	1ª Etapa - Testes em bancada .....	53
4.6.2.	1ª Etapa - Testes piloto .....	55
4.6.3.	2ª Etapa - Testes em bancada .....	56
4.6.4.	2ª Etapa - Testes piloto .....	58
<b>5.</b>	<b>RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>59</b>
5.1.	Resultados 1ª Etapa - Testes em bancada .....	59
5.2.	Resultados 1ª Etapa - Testes piloto .....	61
5.3.	Resultados 2ª Etapa - Testes em bancada .....	62
5.4.	Resultados 2ª Etapa - Testes piloto .....	63
5.5.	Testes de aplicação no papel das amostras piloto da 2ª etapa .....	64
5.6.	Discussão dos resultados .....	69
<b>6.</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>75</b>
<b>7.</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>77</b>
<b>8.</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>78</b>
<b>ANEXO 1</b>	.....	<b>81</b>
<b>ANEXO 2</b>	.....	<b>83</b>
<b>ANEXO 3</b>	.....	<b>89</b>
<b>ANEXO 4</b>	.....	<b>95</b>
<b>ANEXO 5</b>	.....	<b>99</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Estrutura molecular da caulinita (GARDOLINSKI et al, 2001).....	3
Figura 3.2: Mapa de localização da mina e porto da PPSA .....	5
Figura 3.3: Reservas de caulim da Bacia do Rio Capim (a PPSA e as de pontos vermelhos pertencem à VALE).....	6
Figura 3.4: Detalhes das Unidades Superior e Inferior – Mina de Capim 1 - PPSA (SIMONETTI, 2006) .....	7
Figura 3.5: Características de qualidade x tipo litológicos da mina de Capim 1 .....	8
Figura 3.6: Caulins duros encontrados na mina de Capim 1 (SIMONETTI, 2006).....	9
Figura 3.7: Mapa de localização da mina do Morro do Felipe.....	9
Figura 3.8: Perfil litológico da mina do Morro do Felipe (SIMONETTI, 2006) .....	11
Figura 3.9: Caulim duro da bacia do rio Jari tipo 0 (SIMONETTI, 2006).....	12
Figura 3.10: Fluxograma do processo da CADAM S/A .....	14
Figura 3.11: Centrífuga de disco Alfa Laval em operação na CADAM S/A.....	17
Figura 3.12: Esquema interno de separação das partículas numa centrífuga de disco.....	17
Figura 3.13: Experiência de Newton decompondo a luz branca nas cores do espectro ....	19
Figura 3.14: Espectro da luz visível (escala em nanômetros) .....	21
Figura 3.15: Espectros de reflectância de várias cores em função do comprimento de onda (escala das abcissas em nanômetros e das ordenadas em %) .....	22
Figura 3.16: Esquema do olho humano enxergando um objeto .....	23
Figura 3.17: Estrutura da retina do olho humano .....	24
Figura 3.18: Cores básicas – sistema aditivo.....	25
Figura 3.19: Exemplo de combinação de cores no sistema aditivo.....	25
Figura 3.20: Cores básicas – sistema subtrativo.....	26
Figura 3.21: Exemplo de combinação de cores no sistema subtrativo.....	26
Figura 3.22: Exemplo de funcionamento das tintas. As coloridas refletem só a sua cor específica, a branca reflete todas as cores e a preta nenhuma. ....	27
Figura 3.23: Esquema do cálculo dos valores tristímulus em um colorímetro.....	29
Figura 3.24: Esquema do cálculo dos valores tristímulus em um espectrofotômetro .....	30
Figura 3.25: Esquema de funcionamento das geometrias direcional e difusa.....	31
Figura 3.26: Alvura: a reflectância da luz azul.....	33
Figura 3.27: Diagrama CIE $L^*a^*b^*$ .....	36
Figura 4.1: Pulverizador Anglo .....	41



Figura 4.2: Caulim pulverizado dentro do anel metálico .....	41
Figura 4.3: Aparelhagem de prensagem.....	42
Figura 4.4: Anel metálico com caulim sendo colocado no espectrofotômetro .....	42
Figura 4.5 – Amostra de papel pronta para ser revestida com a barrinha aplicadora.....	44
Figura 4.6 – Colocação da tinta sobre o papel para serem aplicados 10 g/m <sup>2</sup> .....	44
Figura 4.7 – Processo de aplicação da tinta com a barrinha.....	45
Figura 4.9: Dispensor de laboratório (CDC) – Utilizado em ambas as etapas.....	46
Figura 4.10 Dispensor da planta piloto (miniblunger) – Utilizado em ambas as etapas....	47
Figura 4.11: Condicionador de laboratório (Waring Blendor) – Utilizado na 2ª etapa.....	47
Figura 4.12: Condicionador piloto (Kady Mill) – Utilizado na 2ª etapa.....	47
Figura 4.13: Centrífuga de laboratório Fanem (modelo GF-8) – Utilizada na 1ª etapa ....	48
Figura 4.14: Centrífuga decanter piloto (Westfalia) – Utilizada na 1ª etapa.....	48
Figura 4.15: Centrífuga vertical piloto (Westfalia) – Utilizada na 1ª etapa .....	49
Figura 4.16: Centrífuga Centrífuga vertical piloto (Westfalia) – Utilizada na 2ª etapa ....	49
Figura 4.17: Separador magnético de laboratório (Eriez) – Utilizado em ambas as etapas .....	50
Figura 4.18: Separador magnético piloto (Eriez) – Utilizado na 1ª etapa.....	50
Figura 4.19: Separador magnético piloto (Eriez) – Utilizado na 2ª etapa.....	51
Figura 4.20: <i>Spray Dryer</i> piloto (Niro) – Utilizado em ambas as etapas .....	51
Figura 4.21: Formato final do processo da agregação seletiva.....	54
Figura 5.1: Curvas de alveamento sem os matizantes – Todos os protótipos e caulins comerciais da Cadam juntos .....	65
Figura 5.2: Curvas de alveamento sem os matizantes – Só os caulins comerciais da Cadam.....	66
Figura 5.3: Curvas de alveamento sem os matizantes – Só os protótipos.....	66
Figura 5.4: Curvas de alveamento sem os matizantes – Protótipos Branco 1 e Branco 2 + caulins comerciais da Cadam .....	67
Figura 5.5: Curvas de alveamento sem os matizantes – Protótipos ASMFH1 e ASMFH2 + caulins comerciais da Cadam .....	67
Figura 5.6: Curvas de alveamento sem os matizantes – Protótipos ASH1 e ASH2 + caulins comerciais da Cadam .....	68
Figura 5.7: Curvas de alveamento com os matizantes – Protótipo ASMFH2 + caulins comerciais da Cadam.....	68

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Tipos de ondas eletromagnéticas x comprimentos de onda correspondentes (em nanômetros).....	20
Tabela 3.2: Distribuição das cores dentro do espectro da luz visível.....	21
Tabela 3.3: Exemplo de cálculo de alvura de uma amostra de caulim.....	34
Tabela 3.4: Coeficientes Cx e Cz para o cálculo do <i>yellowness</i> ASTM E313 em função dos iluminantes .....	35
Tabela 3.5: Coeficientes Xn, Yn e Zn do branco perfeito em função dos iluminantes.....	36
Tabela 4.1: Relação dos insumos químicos utilizados neste estudo para o processamento do caulim .....	39
Tabela 4.2 – Componentes da tinta - curva de alveamento.....	45
Tabela 4.3: Algumas configurações básicas de processo testadas utilizando-se as centrífugas piloto da Westfalia.....	55
Tabela 4.4: Modificações ocorridas no processo de agregação seletiva para os testes de bancada da 2ª etapa.....	57
Tabela 5.1: Objetivos e conclusões parciais obtidas de cada plano de trabalho – Testes em bancada – 1ª Etapa.....	59
Tabela 5.2: Seleção de resultados obtidos nos testes em bancada – 1ª Etapa. ....	60
Tabela 5.3: Seleção de resultados obtidos nos testes piloto – 1ª Etapa. ....	61
Tabela 5.4: Quadro resumo dos resultados obtidos nos testes em bancada – 2ª Etapa. ....	62
Tabela 5.5: Propriedades óticas e análises químicas dos protótipos produzidos na planta piloto – 2ª Etapa.....	63
Tabela 5.6: Propriedades óticas e análises químicas dos caulins comerciais da Cadam utilizados como padrões .....	64
Tabela 5.7: Cálculos econômicos comparativos entre o atual processo da Cadam e o proposto nos testes da 2ª etapa. ....	73

## LISTA DE NOTAÇÕES

$W_{CIE}$	Brancura CIE
$C_x, C_y$	Coefficientes dependentes do iluminante
$\lambda$	Comprimento de onda
$L^*, a^*$ e $b^*$	Coordenadas do sistema CIE $L^*a^*b^*$
$x_n, y_n$ e $z_n$	Coordenadas reduzidas do branco perfeito no sistema CIE XYZ 1931
$x, y$ e $z$	Coordenadas reduzidas no sistema CIE XYZ 1931
$S(\lambda)$	Energia de um iluminante em função de $\lambda$
$F(\lambda)$	Função Tappi em função de $\lambda$
$C/2^\circ$	Iluminante C com observador a 2 graus
$D65/10^\circ$	Iluminante D65 com observador a 10 graus
$z(\lambda)$	Percepção do olho humano (componente azul) em função de $\lambda$
$y(\lambda)$	Percepção do olho humano (componente verde) em função de $\lambda$
$x(\lambda)$	Percepção do olho humano (componente vermelho) em função de $\lambda$
$G$	Razão entre a força centrífuga e a força gravitacional
$R(\lambda)$	Reflectância em função de $\lambda$
$X_n, Y_n$ e $Z_n$	Valores tristímulus do branco perfeito no sistema CIE XYZ 1931
$X, Y$ e $Z$	Valores tristímulus no sistema CIE XYZ 1931

## RESUMO

A cada ano que passa, o mercado papelero tem exigido cargas cada vez mais nobres. No caso dos papéis revestidos, a demanda por caulins com alvura cada vez mais alta tem aumentado, o que vem se tornando num desafio cada vez maior para os respectivos produtores, principalmente os de caulins finos. Sabe-se que, quanto mais fino o caulim, mais finos são os seus contaminantes, e por causa disso o processo de beneficiamento torna-se cada vez mais complicado e de alto custo.

Como os processos de beneficiamento convencionais de caulins geralmente requerem minérios de alta alvura para a obtenção de produtos de alta alvura, e a quantidade de minérios de alta alvura disponível geralmente é muito pequena, a comercialização desses caulins de alta alvura tem apresentado margens de lucro cada vez menores, chegando até a se tornar inviável em alguns casos.

A proposta deste trabalho foi desenvolver um processo de beneficiamento que conseguisse produzir caulins de alta alvura a partir de minérios de baixa alvura, sendo economicamente viável, a fim de atender às demandas crescentes, principalmente do mercado papelero. O desenvolvimento foi dividido em duas etapas, sendo que na primeira testou-se um processo especial de beneficiamento chamado agregação seletiva, que objetivou a retirada dos contaminantes titaníferos através da dosagem de excesso de dispersante e centrifugação em alta rotação. Como o resultado desta etapa não foi satisfatório, houve então uma segunda, na qual o mecanismo da agregação seletiva foi modificado, utilizando-se como reagentes hidroxamato de sódio e uma magnetita modificada. Medindo-se as propriedades óticas do caulim e o respectivo nível de  $TiO_2$  residual, juntamente com a brancura do papel após a sua aplicação, foi possível concluir que o processo modificado na 2ª etapa atingiu os objetivos propostos.

Todo o trabalho experimental foi realizado no laboratório e planta piloto do setor de caulim, no CDM (Centro de Desenvolvimento Mineral) da Vale, em Santa Luzia, Minas Gerais.

## ABSTRACT

For the last years, the papermaking market has been demanding for more and more noble fillers. In the case of coated papers, the demand for high brightness kaolin has increased, which is becoming a growing challenge to their producers, especially those of fine kaolins. It is known that the finer is the kaolin, the finer are the contaminants, and due to this fact the respective beneficiation process becomes extremely complicated and high cost.

As the conventional beneficiation processes usually require high brightness ores to obtain high brightness products, and the availability of high brightness ores is usually very small, the marketing of these high brightness products has been continuously shown lower profitability, even becoming not viable in some cases.

The purpose of this study was to develop a beneficiation process that allows to produce high brightness products from low brightness ores, being economically viable, in order to meet mainly the papermakers growing demands. The development was divided into two stages, where in the first one a special beneficiation process called selective aggregation was tested, which aimed the removal of titanium contaminants by dispersant dosage excess and high rotation centrifugation. As the result of this stage was not satisfactory, there was a second one, where the mechanism of selective aggregation has been changed, using this time as reagents sodium hydroxamate and a modified magnetite. Measuring the kaolin optical properties and the respective residual level of  $\text{TiO}_2$ , it was possible to conclude that the modified process developed in the second stage reached the proposed goals.

The whole development was conducted in the kaolin laboratory and pilot plant in the CDM (Center for Mineral Development) of Vale, in Santa Luzia, Minas Gerais.

## 1. INTRODUÇÃO

A argila de caulim ou silicato de alumínio hidratado é um material que, quando submetido a um processo de purificação e/ou beneficiamento, apresenta coloração branca e granulometria relativamente fina. Estas propriedades fazem com que o caulim seja amplamente empregado como pigmento em várias aplicações, como borrachas, plásticos, cerâmica, na composição de tintas imobiliárias e de revestimentos para papel.

O uso de caulim como pigmento de revestimento na indústria de papel requer propriedades óticas adequadas, ou seja, alta alvura e baixo índice de amarelamento (*yellowness*). Para atingir tais exigências, é fundamental que se removam as impurezas, visto que estas interferem diretamente nestas propriedades. As principais impurezas do caulim, os óxidos de ferro (hematita e goethita) e de titânio (anatásio e rutilo), quando em grandes concentrações, se tornam os principais motivos para o pigmento de caulim ser rejeitado em aplicações comerciais.

Atualmente, o processo adotado para purificação e/ou beneficiamento de caulins é determinado de acordo com as propriedades físico-químicas das argilas, visto que estas podem variar entre si de acordo com a distribuição de tamanhos de partículas, forma de suas partículas e quantidade de impurezas.

As rotas convencionais de beneficiamento de caulins são bastante efetivas na remoção dos contaminantes ferrosos (hematita e goethita), mas não conseguem remover os contaminantes titaníferos (principalmente o anatásio) suficientemente. Para a remoção destes são necessárias operações especiais, como floculação seletiva ou flotação, cuja operacionalização é complicada e os custos são elevados. A agregação seletiva dos contaminantes titaníferos, que é proposta neste estudo, é então uma rota alternativa aos métodos atualmente utilizados, principalmente por apresentar maior simplicidade do processo e possivelmente custos mais baixos.

## 2. OBJETIVOS

Desenvolver um processo economicamente viável de beneficiamento de caulins finos, também chamados na literatura como “caulins duros” ou “caulins flint”, de tal forma que um caulim originariamente de baixa alvura possa atingir alvuras finais compatíveis com as requeridas pelo mercado papeleiro, que é o principal mercado consumidor deste tipo de produto.

O processo desenvolvido deve ter no máximo o mesmo custo operacional das rotas atualmente utilizadas pela indústria do caulim (floculação seletiva e/ou flotação), porém com maior simplicidade operacional, visto que as rotas atuais são muito suscetíveis a erros de operação e à variabilidade do minério alimentado. O processo a ser desenvolvido é uma conjugação de duas operações unitárias, sendo a primeira chamada de agregação seletiva, seguida de centrifugação em alta rotação, ou com alta força “G”.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Caulim

De acordo com SILVA (2001), entende-se por caulim, o material formado por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, principalmente caulinita e haloisita. Também podem ocorrer os minerais do grupo da caulinita, a saber : dickita, nacrita, folerita, anauxita, colirita e tuesita. Embora o mineral caulinita seja o principal constituinte do caulim, outros elementos além do alumínio, silício, hidrogênio e oxigênio acham-se geralmente presentes na forma de impurezas, desde traços até a faixa de 40 – 50% em volume, consistindo, de modo geral, de quartzo, palhetas de mica, grãos de feldspato, óxidos de ferro e titânio, etc.

A composição química do caulim é usualmente expressa em termos de óxidos dos vários elementos, embora eles possam estar presentes em forma mais complicada e por vezes desconhecida. A fórmula química da caulinita é  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , cuja composição teórica é:  $\text{Al}_2\text{O}_3 = 39,5 \%$ ;  $\text{SiO}_2 = 46,5 \%$ ,  $\text{H}_2\text{O} = 14,0 \%$ . A figura 3.1 abaixo ilustra o esquema da estrutura da caulinita.

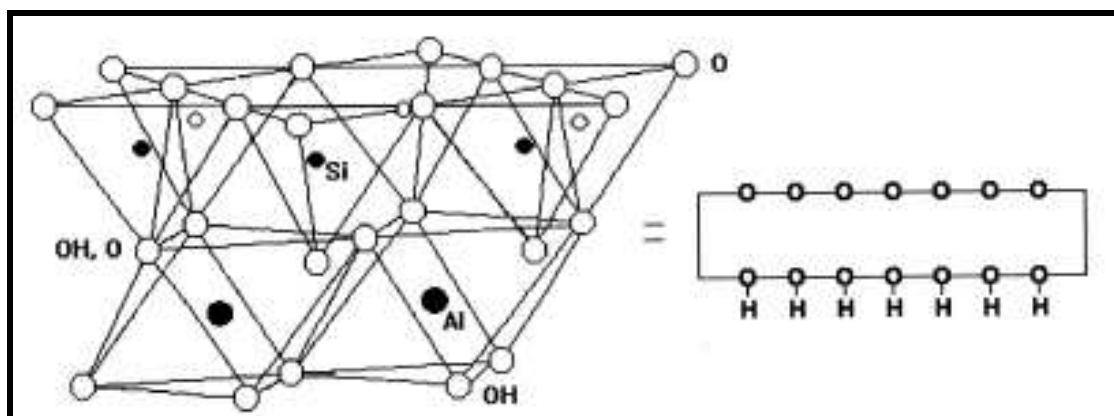


Figura 3.1: Estrutura molecular da caulinita (GARDOLINSKI et al, 2001)



### 3.2. Natureza dos depósitos de caulim

Segundo MURRAY (1980), os depósitos de caulim são classificados em dois tipos: primários e secundários.

**Caulins primários:** são aqueles que foram formados da alteração de rochas cristalinas como granitos ou gnaisses, e que permanecem no local onde foram formados. O mecanismo da alteração pode ser intemperismo, diagênese ou hidrotermal. No intemperismo de rochas feldspáticas, especialmente em climas tropicais, em baixas temperaturas e envolvendo fluidos meteóricos, ocorre a liberação dos álcalis e da sílica. Na diagênese, a alteração dos feldspatos ocorre durante a sedimentação. A diagênese inicia onde o intemperismo acaba e se estende para profundidades de até 5 km e em temperaturas superiores a 200°C. Na ação hidrotermal, o mecanismo de formação de caulinita a partir de rochas aluminossilicatadas ocorre pela alteração das rochas durante a circulação de fluidos quentes (SABEDOT, 1997). Os famosos depósitos de Cornwall, na Inglaterra, e também vários depósitos na região de Minas Gerais e São Paulo, no Brasil, são exemplos de caulins primários (BRISTOW, 1969).

**Caulins secundários:** depósitos secundários de caulim são sedimentares e são aqueles nos quais o minério foi transportado do seu local de origem e depositado em leitos ou lentes. São depósitos que apresentam maior amplitude volumétrica quando comparados com os primários. As maiores jazidas econômicas são as de origem sedimentar. Os caulins sedimentares podem ser classificados em três grupos: caulim sedimentar, quartzos caulíníticos e ball clays. Os caulins secundários formam-se por meio de três processos básicos: erosão, transporte e deposição de caulinitas já formadas; formação de caulinitas durante o processo de transporte e deposição; pela combinação desses dois processos. A sedimentação ocorre em variados ambientes de deposição. Os mais importantes são os ambientes marinhos, lacustres, fluviais e deltáicos (SABEDOT, 1997). Os famosos depósitos das regiões dos rios Jari e Capim, no estado do Pará, Brasil, são exemplos de caulins secundários.

### 3.3. Depósitos de caulim no Brasil

No Brasil, apesar da existência de caulim em quase todo o território nacional, e conseqüentemente de pequenas empresas comercializando o produto para diversas aplicações em mercados locais, as duas maiores ocorrências de caulim encontram-se no estado do Pará, nas bacias do Rio Jari e do Rio Capim.

#### 3.3.1. Bacia do Rio Capim

A Bacia do Rio Capim é uma área delimitada ao longo da estrada Belém – Brasília, desde a cidade de São Miguel do Guamá até às proximidades do município de Ipixuna, envolvendo a mina de Capim 1. A figura 3.2 mostra o mapa desta área, ressaltando as localizações da mina de Capim 1 e do respectivo porto, no município de Barcarena. A figura 3.3 mostra um detalhamento desta área, destacando todas as outras reservas de caulim contidas, inclusive todas pertencentes à VALE (pontos vermelhos), incluindo Nanaí Norte, que é a área de onde foi retirada a outra amostra de caulim duro utilizada neste estudo. A mina de Capim 1 está denominada nesta figura simplesmente como PPSA.

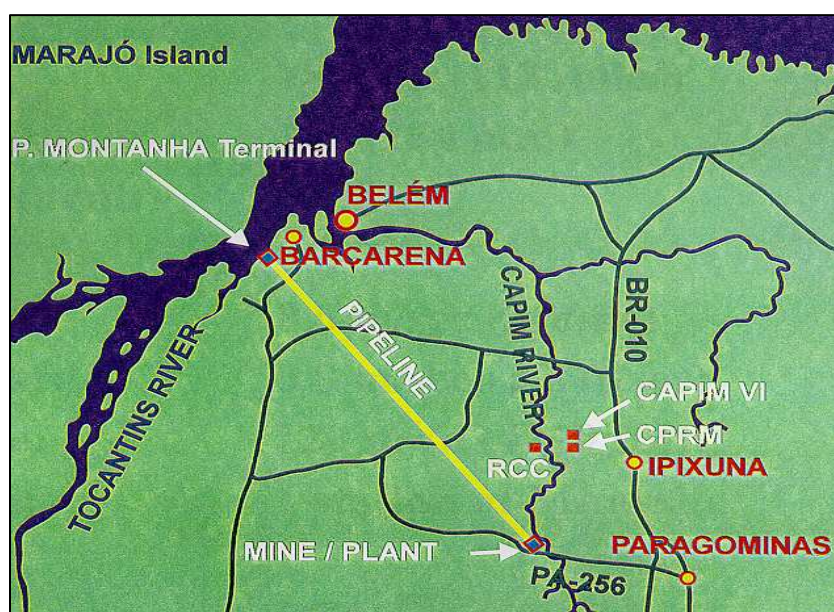
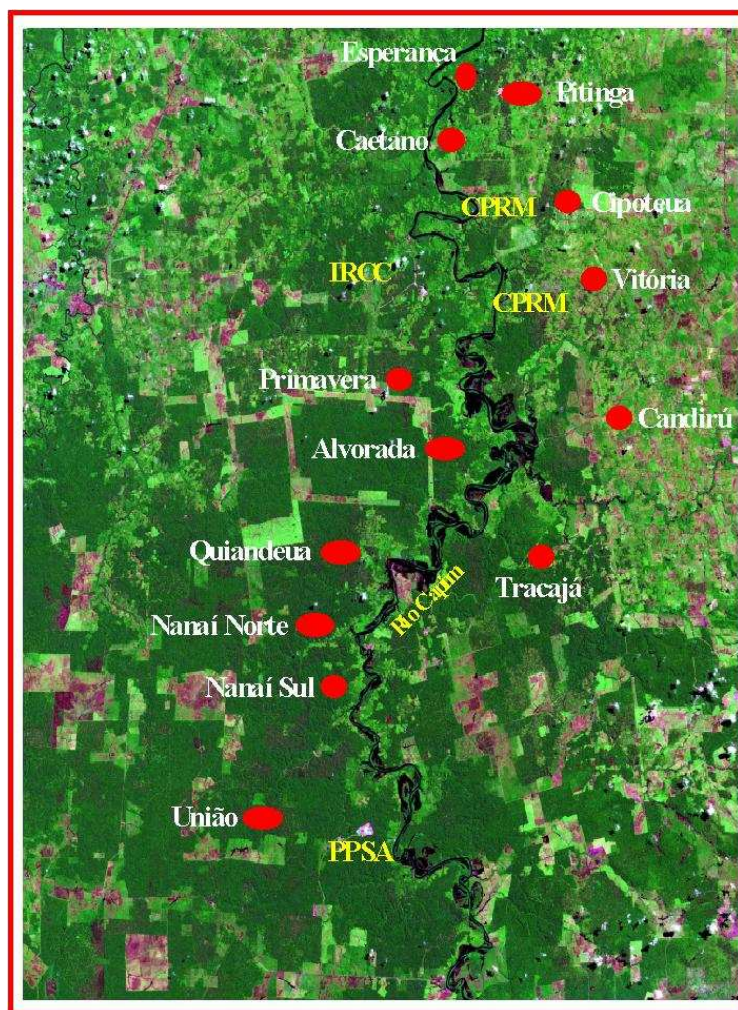


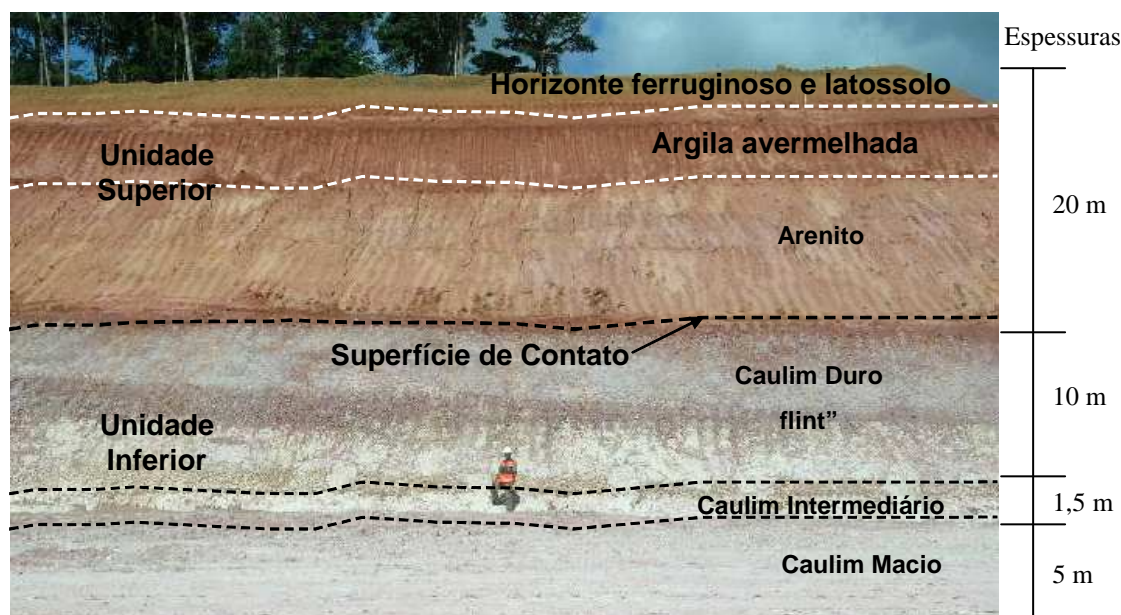
Figura 3.2: Mapa de localização da mina e porto da PPSA



**Figura 3.3: Reservas de caulim da Bacia do Rio Capim (a PPSA e as de pontos vermelhos pertencem à VALE)**

Segundo SIMONETTI (2006), a mina de Capim 1 apresenta uma seqüência de rochas sedimentares e sedimentos inconsolidados, representada por arenitos, folhelhos, argilitos, siltitos e caulim, com ocorrências associadas a platôs que se apresentam extremamente recortados, remanescentes de grandes mesas que foram intensamente dissecadas pela erosão. O horizonte caulínico encontra-se recoberto por um capeamento argilo-arenoso, que grada para um arenito fino friável, localmente conglomerático. Estes sedimentos são denominados como Unidade Superior, enquanto a Unidade Inferior é formada por intercalações de caulim com arenitos caulínicos. A figura 3.4 apresenta um perfil esquemático da mina de Capim 1.





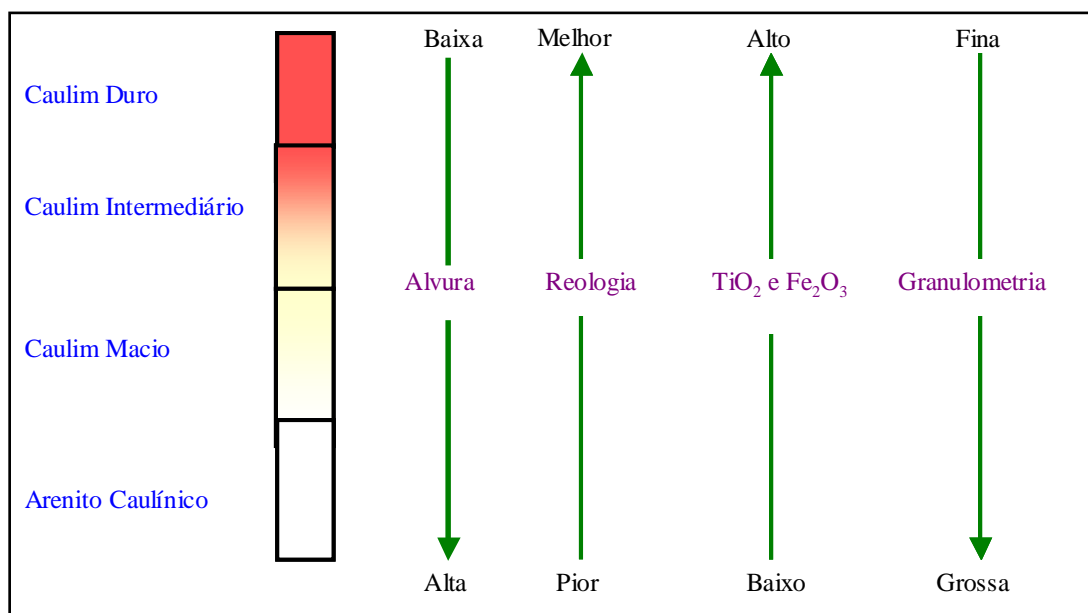
**Figura 3.4: Detalhes das Unidades Superior e Inferior – Mina de Capim 1 - PPSA (SIMONETTI, 2006)**

**Unidade Superior:** é constituída de sedimentos arenosos para a base, sedimentos siltsos e argilosos na parte mediana e sedimentos arenosos para o topo. Na base apresenta sedimentos constituídos por fragmentos da unidade inferior, provavelmente caulim “flint”. Chega a atingir espessuras acima de 20 metros.

**Unidade Inferior:** A unidade Inferior é constituída pelas camadas de caulim. Estruturas como acamamento demonstram a natureza sedimentar e as concreções ferruginosas, localizadas nos filmes de minerais pesados, mostram que essa unidade passou por processo de laterização. Os depósitos de caulim da Unidade Inferior da mina de Capim 1 são formados basicamente por caulinita e foram caracterizados em quatro litologias, a saber: Caulim Duro, Caulim Intermediário, Caulim Macio e Arenito Caulínico. Esta diferenciação é devida à granulometria e quantidade de quartzo. Cada camada possui características e comportamentos distintos durante as análises em laboratório e no processo de beneficiamento.

De maneira geral, há uma variabilidade ao longo do perfil geológico em função da profundidade, ou seja, a alvura apresenta maior variação ao longo da seção vertical do que na horizontal, ocorrendo um acréscimo no valor das alvuras à medida que a

profundidade aumenta; ocorre também neste sentido piora da reologia do minério, os teores de  $\text{TiO}_2$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  diminuem, a granulometria fica mais grosseira e o percentual de quartzo aumenta (figura 3.5).



**Figura 3.5: Características de qualidade x tipo litológicos da mina de Capim 1**

As características do caulim duro da mina de Capim 1, que foi um dos tipos de caulim utilizados neste estudo, são as seguintes:

**Caulim Duro:** caulim fino, mosqueado, com coloração variando de branco a amarelo, ou vermelho, dependendo do grau de impregnação dos hidróxidos e óxidos de ferro e titânio, normalmente com manchas amareladas em fraturas e manchas avermelhadas dispersas. Apresenta canais verticais preenchidos por material arenoso e níveis arenosos no topo. Apresenta concreções e revestimentos ferruginosos de cor vermelho-amarelado em fissuras. Ocorre na parte superior do perfil estratigráfico em contato abrupto com a argila caulínica. O contato é brusco entre as argilas de cobertura. O caulim duro é parcialmente aproveitável em virtude de sua característica granulométrica. É caracterizado por apresentar granulometria muito fina, PSD – “Particle Size Distribution”, na qual 75 % das partículas é menor que  $2\ \mu\text{m}$ . Apresenta alvura desareada  $< 80\%$  ISO. Durante o processo de beneficiamento necessita de uma quantidade maior de reagentes químicos e agitação mecânica para uma dispersão satisfatória. Estudos estão

sendo desenvolvidos para avaliar o potencial de uso desse tipo de minério. Apresenta espessura em torno de 10 metros. A figura 3.6 ilustra dois tipos de caulins duros encontrados com frequência na mina de Capim 1.



**Figura 3.6: Caulins duros encontrados na mina de Capim 1 (SIMONETTI, 2006)**

### 3.3.2. Bacia do Rio Jari

A mina do Morro do Felipe localiza-se no estado do Amapá, numa distância de 180 km e a 57° sudoeste da capital Macapá, junto à margem esquerda do rio Jari, cujo curso é a fronteira entre os estados do Amapá e do Pará. O local pertence ao município de Laranjal do Jari. A área industrial localiza-se a oeste do rio Jari, no estado do Pará, distante 8 km da jazida, no local denominado Munguba, que pertence ao município de Almeirim. A figura 3.7 mostra a localização da jazida.



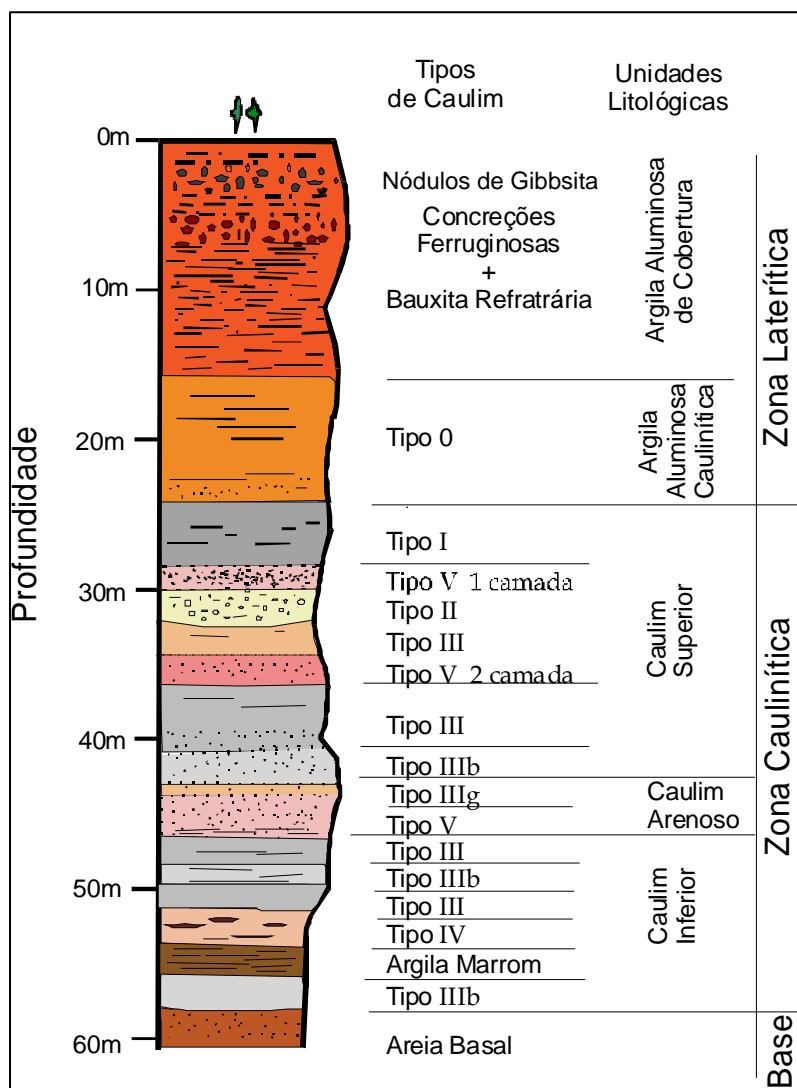
**Figura 3.7: Mapa de localização da mina do Morro do Felipe**

Segundo SIMONETTI (2006), a análise petrográfica do caulim do Morro do Felipe mostra que este material constitui-se essencialmente por caulinita de cor esbranquiçada a amarelada contendo eventuais grãos de quartzo fraturados e corroídos, raras palhetas de muscovita, bem como, eventualmente, pequenas manchas avermelhadas correspondendo a zonas de concentração de oxi-hidróxido de ferro. Além desses, há a presença de minerais pesados transparentes e opacos dispersos aleatoriamente dentro do caulim.

Ao microscópio, a caulinita apresenta-se como uma massa criptocristalina (tipo de textura de rocha em que o tamanho dos minerais é tão pequeno que, mesmo recorrendo a uma lâmina delgada e observando ao microscópio petrográfico, se torna difícil individualizá-los) de cor esbranquiçada a amarelada. Tanto no nível inferior como no superior, a caulinita ocorre em cristalitos tabulares (achatados, com duas direções mais bem desenvolvidas que a terceira), pseudo-hexagonais normalmente euédricos (cristais bem formados) com frequência numa tendência para feições subédricas (algumas faces bem desenvolvidas), devidas a certas irregularidades e arredondamento das formas. O quartzo aparece na forma de grãos reliquiares angulosos, altamente fraturados e corroídos.

A classificação do caulim do Morro do Felipe em tipos foi desenvolvida observando-se os parâmetros texturais de cada intervalo litológico, considerando-se a consistência, porosidade, conteúdo granulométrico, quartzo, presença de minerais opacos e pesados e outros. Foram também descritos os parâmetros secundários, como cor, fraturas, porosidades, manchas etc , sendo estes ligados aos processos de tectonismo e intemperismo.

A morfologia das partículas sedimentares (arredondamento, alongamento, esfericidade, seleção e granulometria), foi estimada com base na tabela de Powers. A classificação dos tipos de caulim: Tipo 0, I, II, III, (IIIa, IIIb e IIIg), IV e V, apresenta-se a seguir (figura 3.8).



**Figura 3.8: Perfil litológico da mina do Morro do Felipe (SIMONETTI, 2006)**

Uma das diferenças marcantes entre as bacias do Rio Jari e Capim é que no primeiro as reservas existentes são só de caulim duro, classificados segundo a figura 3.8, inexistindo os outros tipos existentes na bacia do rio Capim (caulins macio e arenito caulínico). O caulim duro utilizado neste estudo foi um caulim muito parecido com o tipo 0, cujo detalhamento encontra-se abaixo:



**TIPO 0 – Caulim manchado, bege-róseo:** caulim impuro de cor bege-claro a creme com manchas róseas e manchas róseo-avermelhado e marrom-claro, consistência friável, contém grãos de quartzo isolados e cavidades preenchidas com material argiloso de coloração alaranjada (figura 3.9). Apresenta concreções e revestimentos ferruginosos de cor vermelho-amarelado em fissuras. Ocorre na parte superior do perfil estratigráfico em contato gradual com a argila caulinítica . É transicional entre as argilas de cobertura e o caulim economicamente aproveitável. Apresenta distribuição lateral contínua em sub-superfície, com espessuras variando até 14 metros.



**Figura 3.9: Caulim duro da bacia do rio Jari tipo 0 (SIMONETTI, 2006)**

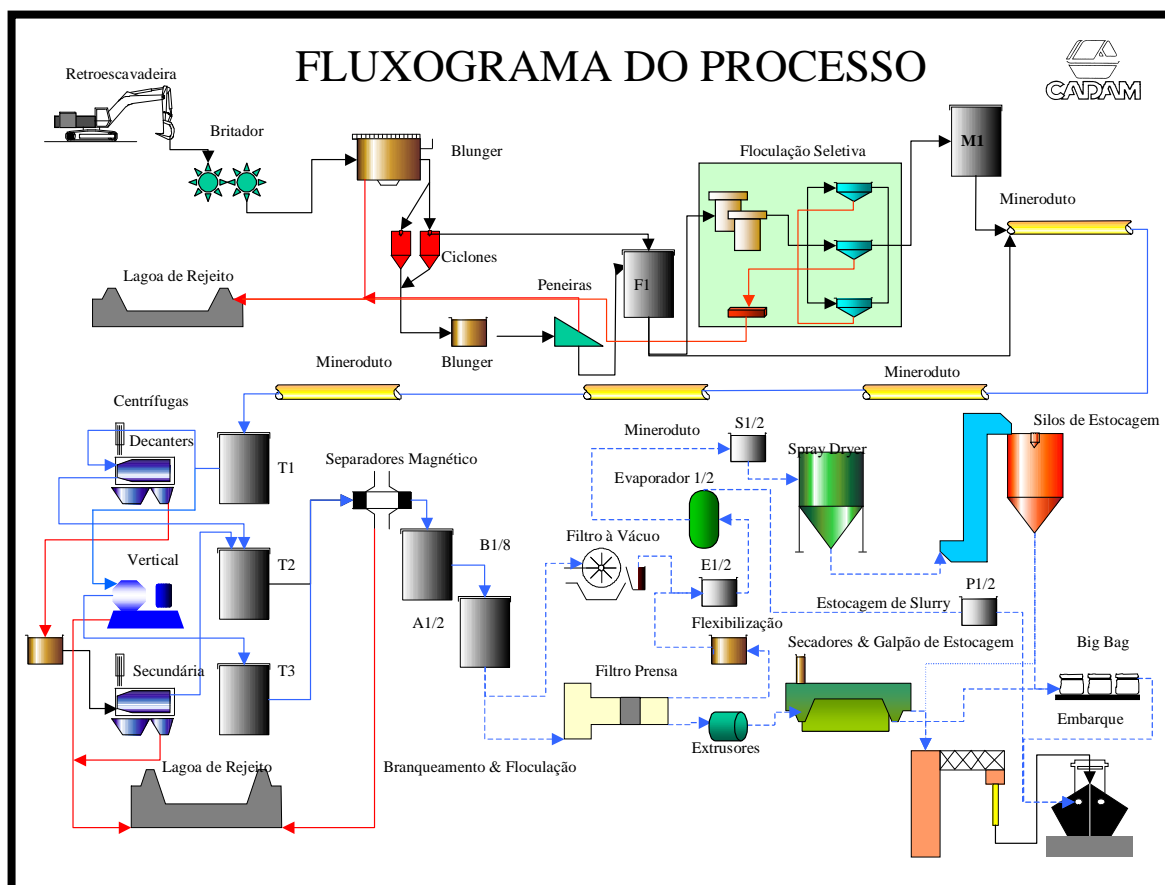
### 3.4. Beneficiamento convencional do caulim

De acordo com MURRAY (1984) e LUZ & CHAVES (2000), um processo de beneficiamento de caulins finos típico é composto pelas etapas descritas abaixo:

- 1) **Dispersão:** o caulim, previamente britado ou não, é disperso num misturador, ou *blunger*, no qual é suspenso em água na presença de um dispersante e de carbonato ou hidróxido de sódio para regulagem do pH da polpa.
- 2) **Desareamento:** o caulim disperso é passado por ciclones e/ou por peneiras 325 *mesh* para que sejam retirados todos os contaminantes grosseiros, incluindo areia e material não disperso.
- 3) **Centrifugação:** o caulim é passado por uma ou mais centrífugas em série, a fim de ter sua granulometria final ajustada e também para que sejam retirados contaminantes ferríferos e titaníferos finos. Em algumas plantas a etapa de centrifugação serve apenas como classificação (finos e grossos), não havendo rejeitos na operação.
- 4) **Separação magnética:** nesta etapa o caulim é passado por uma matriz metálica magnetizada com alto campo magnético (2 a 5 Tesla), onde os contaminantes ferríferos magnéticos e paramagnéticos são aderidos à matriz, com conseqüente aumento da alvura da polpa.
- 5) **Branqueamento químico:** nesta etapa é adicionado à polpa de caulim o reagente hidrossulfito de sódio (também chamado de ditionito de sódio), na qual os contaminantes ferríferos são reduzidos de  $Fe^{3+}$  para  $Fe^{2+}$ , aumentando drasticamente a alvura da polpa. O tempo de branqueamento varia de caulim para caulim, normalmente de 20 minutos até 3 horas.
- 6) **Filtragem:** nesta etapa a polpa recebe um coagulante, normalmente sulfato de alumínio ou ácido sulfúrico, e então é filtrada em filtros prensa ou então filtros a vácuo.
- 7) **Redispersão:** nesta etapa a polpa é redispersa com poliacrilato de sódio e então enviada para um evaporador, no qual o teor de sólidos da polpa é normalmente aumentado em 10 pontos percentuais, ou então vai diretamente para um secador. Várias empresas comercializam caulim na forma de polpa, com teor de sólidos entre 70 a 74 %, obtido após a passagem da polpa pelo evaporador.
- 8) **Secagem:** nesta etapa a polpa redispersa, proveniente de um evaporador ou diretamente da filtragem, é enviada a um *spray dryer*, produzindo um produto em pó com

umidade que varia de 0 a 7%. Fábricas mais antigas ainda possuem secadores do tipo *apron-dryer* (bandeja) obtendo produtos na forma de *pellets*.

A figura 3.10 abaixo ilustra o fluxograma de processo da CADAM SA, uma empresa pertencente ao grupo VALE.



**Figura 3.10: Fluxograma do processo da CADAM S/A**

### 3.5. Processos especiais de beneficiamento do caulim

As experiências da CADAM S/A e da PPSA, ambas empresas pertencentes ao Grupo VALE, e produtoras de caulins finos para o mercado papeleiro desde as décadas de 70 e 90, respectivamente, demonstram que no beneficiamento de caulins finos pela rota convencional, ou uma pequena variação dela (duas separações magnéticas e/ou duas centrifugações), não é possível atingir alvuras acima de 89,0 ISO, que é o valor mínimo requerido para produtos de alta alvura, quando se utilizam minérios de alvura inicial baixa. Isto acontece pois a rota convencional não consegue eliminar o  $TiO_2$  contido (principalmente anatásio) de forma satisfatória e sabe-se que é este o contaminante limitante da alvura destes caulins.

As etapas do beneficiamento convencional, descritas no item 3.4, objetivam, com exceção da filtragem, redispersão e secagem, a remoção dos óxidos de ferro presentes no caulim, que normalmente são a hematita ( $Fe_2O_3$ ) e a goethita ( $FeOOH$ ), como forma de aumentar a alvura do produto final. Para se retirar os contaminantes titaníferos ( $TiO_2$ ) utilizam-se freqüentemente os seguintes processos especiais:

**Flotação:** este processo consiste em retirar contaminantes de titânio através de sua flotação, utilizando-se para isso de células ou colunas nas quais são formadas microbolhas que, em contato com reagentes específicos, retiram os contaminantes por flotação. O grande desafio é a granulometria muito fina do caulim, o que diminui a probabilidade de choque entre as partículas e o coletor e dificulta o transporte das partículas pelas bolhas de ar. Além disso, os reagentes têm um custo elevado.

**Floculação seletiva:** como na flotação, este processo também visa a retirada dos contaminantes de titânio, porém com um mecanismo diferente. Neste processo adicionam-se floculantes específicos à base de polímeros que induzem a formação de flocos de  $TiO_2$ , que posteriormente são sedimentados e retirados do processo. Os grandes desafios são o custo dos reagentes, as baixas produtividades e recuperação do processo, porém, a floculação seletiva é bem mais aplicada a caulins finos do que a flotação.

Complementando os comentários acima, os processos especiais para retirada de titânio são normalmente de operação complicada, bem mais caros e de produtividade reduzida, se comparados ao processamento convencional. MAYNARD et al (1968) descrevem na patente US 3,371,988 “**Method of beneficiating clay by removal of titanium impurities**” um método alternativo para remoção dos contaminantes chamado de agregação seletiva, na qual o objetivo é agregar (ou coagular) o titânio até um ponto em que ele fique suficientemente grosseiro para ser retirado por sedimentação ou por centrifugação.

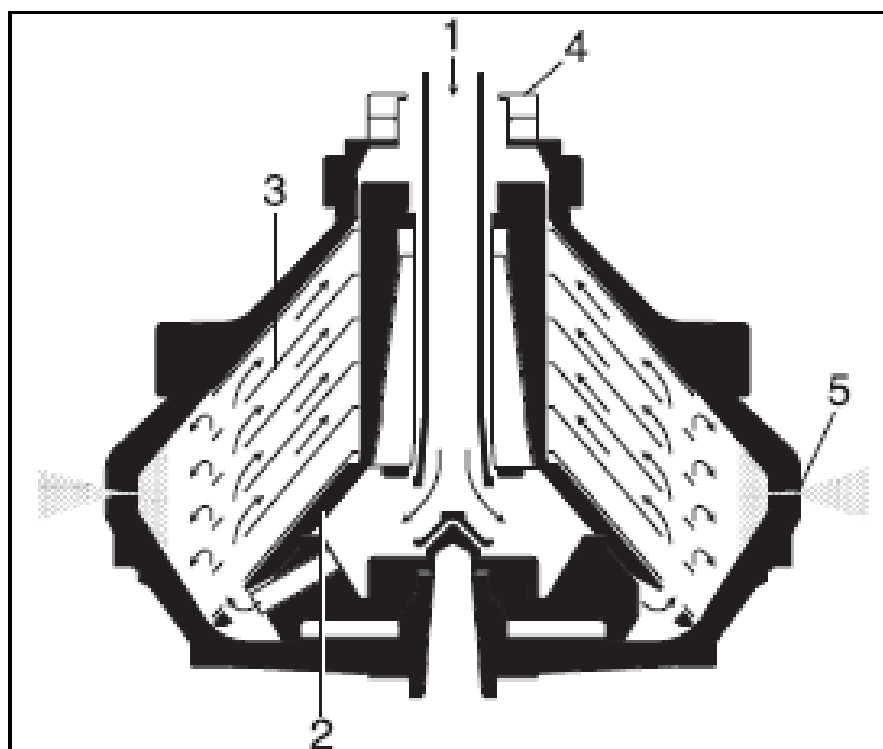
Neste processo, a agregação do  $TiO_2$  se dá com a adição de excesso de dispersante. Quando a polpa está no estado super-disperso, as partículas de anatásio encontram-se muito bem liberadas do caulim. Nesse estado, estas partículas coagulam-se mutuamente, provavelmente devido ao alto poder iônico do dispersante, que comprime a dupla camada elétrica das partículas de  $TiO_2$ , promovendo a coagulação das mesmas pela força de atração de van der Waals. Coaguladas, as partículas sedimentam ou são eliminadas por centrifugação, deixando a polpa de caulim progressivamente clareada.

Neste processo, porém, existe um inconveniente, pois mesmo que as partículas de  $TiO_2$  coagulem-se e conseqüentemente aumentem de tamanho, estes ainda podem ser considerados muito pequenos, pois as partículas originais de  $TiO_2$  são extremamente pequenas, variando da ordem de 0,1 a 1  $\mu m$ . Por causa disso, para que a remoção destas partículas seja efetiva, torna-se necessário o uso de centrífugas verticais, ou de disco, por exercerem uma alta força centrífuga (alto G), o que facilita a retirada dos contaminantes ultra-finos.

Segundo LEUNG (1998), existem dois tipos predominantes de centrífugas contínuas: centrífugas *decanter*s e centrífugas de discos (verticais). Enquanto as *decanter*s operam tipicamente de 500 a 2000 G, e com tamanhos de partículas que variam de 1  $\mu m$  a 10 mm, as verticais operam de 4000 a 15000 G, e com tamanhos de partículas bem menores, da ordem de 0,1 a 50  $\mu m$ . As figuras 3.11 e 3.12 mostram, respectivamente, uma centrífuga de discos da marca Alfa Laval em uso na CADAM S/A, e o esquema interno de separação das partículas neste tipo de equipamento.



**Figura 3.11: Centrífuga de disco Alfa Laval em operação na CADAM S/A**



**Figura 3.12: Esquema interno de separação das partículas numa centrífuga de disco**

Analisando o esquema da figura 3.12, tem-se que a suspensão a ser tratada é alimentada continuamente através do tubo de entrada estacionário (1) dentro do rotor giratório da centrífuga. A suspensão é acelerada até a velocidade do rotor por aletas que estão dentro e embaixo do distribuidor (2) antes que a mesma entre no jogo de discos (3). Neste as partículas maiores e/ou mais pesadas serão separadas, escorregando para fora desta parte do equipamento. A polpa contendo as partículas menores e/ou mais leves se movimenta na direção do centro do rotor e sai através dos anéis (4) no espaço embaixo da capa da estrutura. As partículas que se movimentam na direção da periferia do rotor são guiadas pelas peças de recheio na direção dos *nozzles* (5). As partículas maiores e/ou mais pesadas são descarregadas continuamente para o exterior da centrífuga.

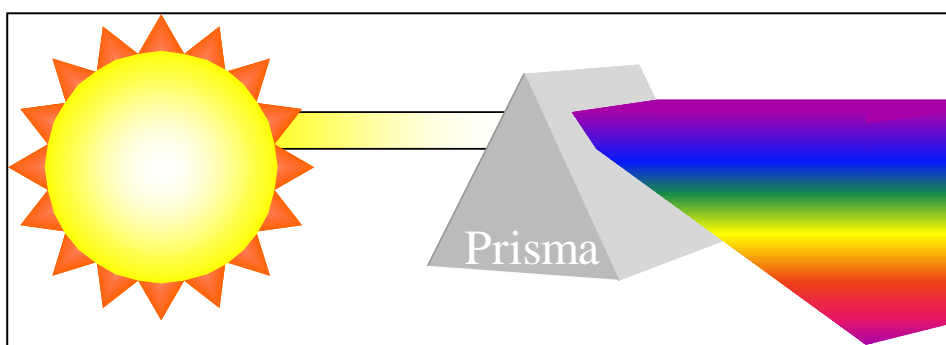
### 3.6. Colorimetria

Como os resultados desta dissertação são todos mensurados em termos de propriedades colorimétricas, faz-se necessária uma abordagem teórica sobre colorimetria, com as respectivas definições e equações utilizadas nos cálculos das grandezas alvura ISO, *yellowness* e  $L^*a^*b^*$ .

#### 3.6.1. Definição de cor

Segundo FARKAS (2003), cor é a palavra que descreve uma distribuição irregular da energia radiante, visível, que impressiona os olhos, partindo de uma fonte de luz e refletindo nos objetos. É um termo usado para uma descrição particular da aparência de um objeto. Cor não é propriamente a luz, mas é a sensação percebida pelo cérebro da mesma forma que este percebe sons, toques, cheiro e paladar. Quimicamente falando, cor é o resultado de uma reação que ocorre com algumas moléculas, originando grupos que quando excitados eletronicamente, emitem radiação característica.

O estudo da colorimetria originou-se da experiência que Isaac Newton fez em 1730, fazendo a luz branca passar por um prisma, decompondo-se em todas as suas componentes coloridas (PETTER, 2007). A experiência demonstrou que a luz pode ser decomposta em 7 feixes principais: violeta, azul, verde, amarelo, laranja, vermelho (figura 3.13).



**Figura 3.13: Experiência de Newton decompondo a luz branca nas cores do espectro**



Newton, na verdade, acreditava que a luz era composta por partículas, ao contrário de outros cientistas da época, que acreditavam que a luz era um movimento ondulatório de natureza desconhecida. No final do século XIX, Maxwell unificou o eletromagnetismo clássico enunciando o que ficou conhecido como as quatro Leis de Maxwell. Com isso ele demonstrou que a luz tinha a natureza de uma onda eletromagnética. Anos mais tarde, em 1905, Einstein propôs uma nova natureza da luz: a onda-partícula, que é até os dias de hoje a definição mais aceita, visto que a luz tem características de ambas as naturezas. Para o estudo da colorimetria, utilizam-se as características da luz como onda eletromagnética (definição de Maxwell).

As ondas eletromagnéticas podem ser classificadas pelos seus comprimentos de onda ( $\lambda$ ), segundo demonstrado na Tabela 3.1:

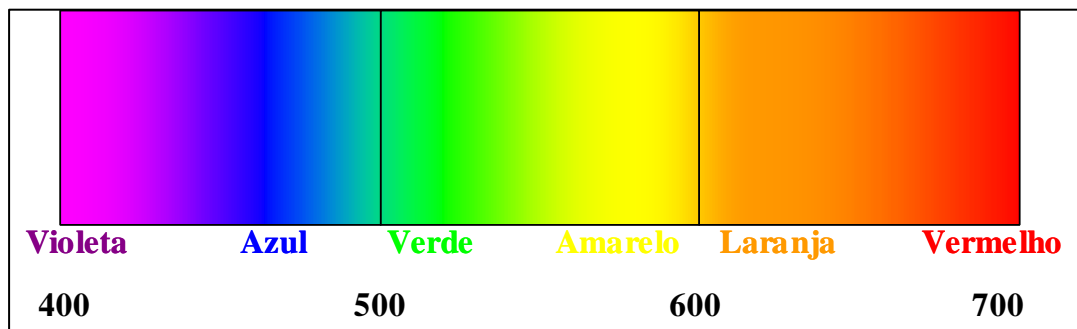
**Tabela 3.1: Tipos de ondas eletromagnéticas x comprimentos de onda correspondentes (em nanômetros)**

<b>Tipo</b>	<b><math>\lambda</math> (nm)</b>
TV/Rádio	300.000
IV distante	30.000
Infravermelho	3.000
<b>Luz Visível</b>	<b>400-700</b>
Ultravioleta	200
UV distante	100
Raios X	1
Raios Gama	0,01
Raios Cósmicos	0,001

Como mostrado na tabela 3.1, o espectro da luz visível é compreendido por uma faixa muito estreita de comprimentos de onda, que vai de 400 até 700 nm. Dentro desta faixa, a distribuição de cores está descrita na tabela 3.2 e ilustrada na figura 3.14.

**Tabela 3.2: Distribuição das cores dentro do espectro da luz visível**

$\lambda$ (nm)	Cor Percebida
400-430	Violeta
430-500	Azul
500-570	Verde
570-590	Amarelo
590-610	Laranja
610-700	Vermelho



**Figura 3.14: Espectro da luz visível (escala em nanômetros)**

Portanto, conclui-se que cada cor está associada a uma faixa de comprimentos de ondas específica dentro do espectro da luz visível. A figura 3.15 mostra o espectro de reflectância característico para várias cores (estes espectros podem ser considerados como a “assinatura espectral” de cada cor).

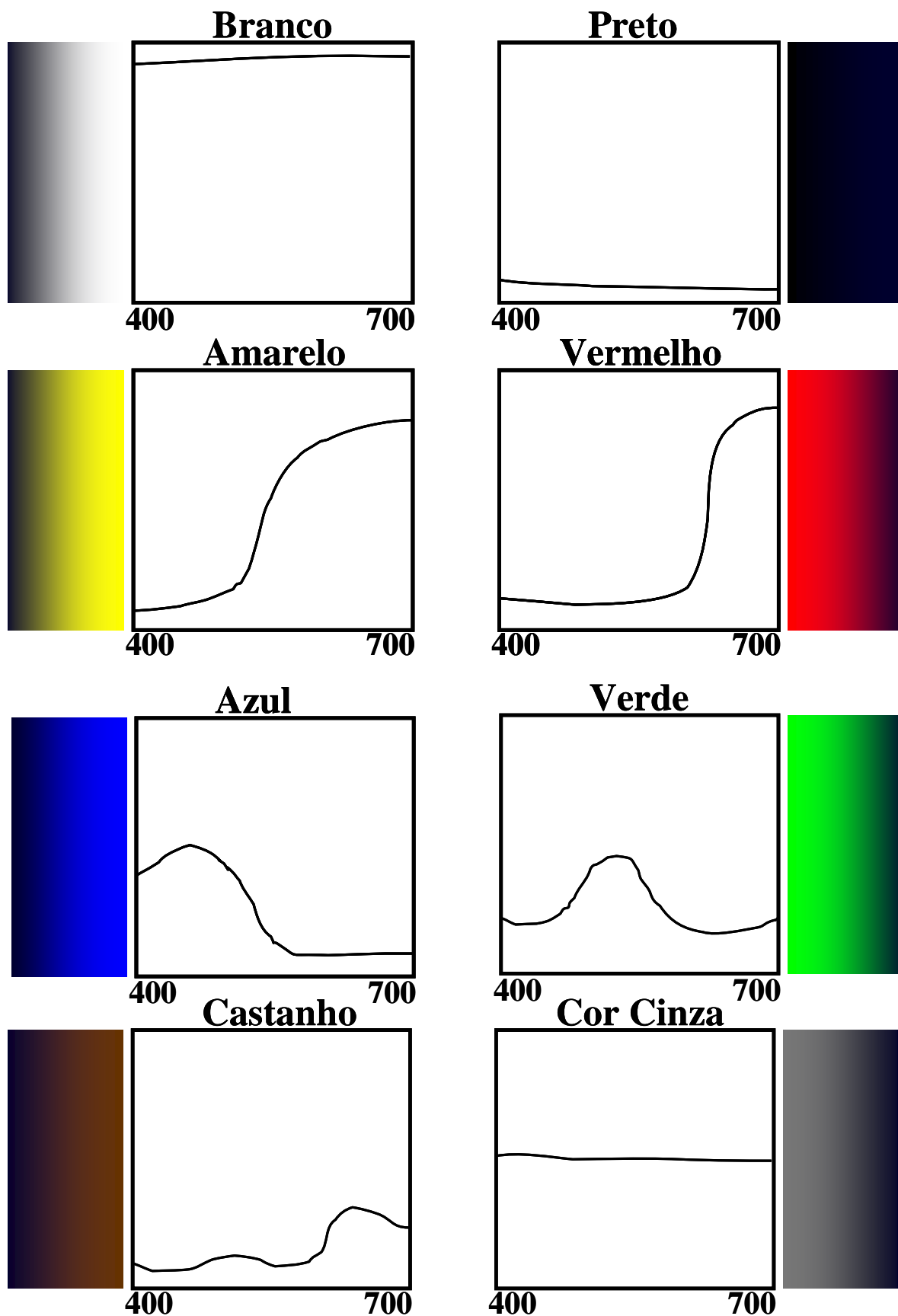
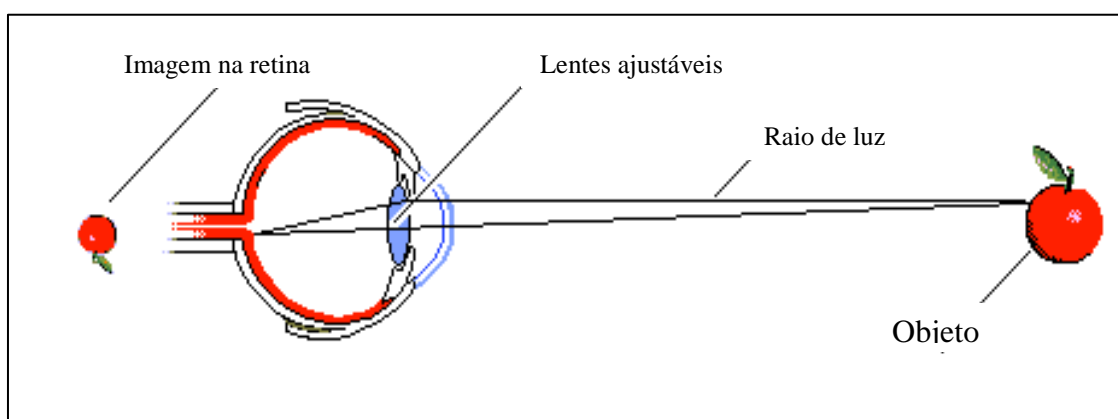


Figura 3.15: Espectros de reflectância de várias cores em função do comprimento de onda (escala das abcissas em nanômetros e das ordenadas em %)

### 3.6.2. Percepção das cores

A visão pode ser considerada como o mais importante dos sentidos humanos, pois de toda a informação que recebemos do mundo exterior, estima-se que 80% é recebida pelos olhos. Os olhos enviam a informação da visão para o cérebro através de sinais elétricos, que são gerados por estimulação dos raios de luz dentro da retina. Os raios de luz, ao baterem nos objetos, podem ser absorvidos ou refletidos. Objetos que absorvem toda a luz incidente são considerados negros, enquanto os que refletem 100% são os brancos. Objetos coloridos absorvem uma parte do espectro da luz incidente e refletem outra.

Segundo PETTER (2007), o olho humano enxerga as imagens, e conseqüentemente percebe as cores, através da retina. A figura 3.16 ilustra exatamente como este mecanismo funciona: a luz, atravessando a córnea, penetra no nosso olho, passa pela íris e pelo cristalino e forma uma imagem do objeto observado sobre a retina. A retina é uma membrana sensível à luz, situada no fundo do olho, funcionando como um anteparo (onde a imagem se forma). Possui células fotossensíveis que convertem a energia luminosa em sinais elétricos, que são levados ao cérebro pelo nervo ótico (a retina tem a mesma função do filme nas máquinas fotográficas).



**Figura 3.16: Esquema do olho humano enxergando um objeto**

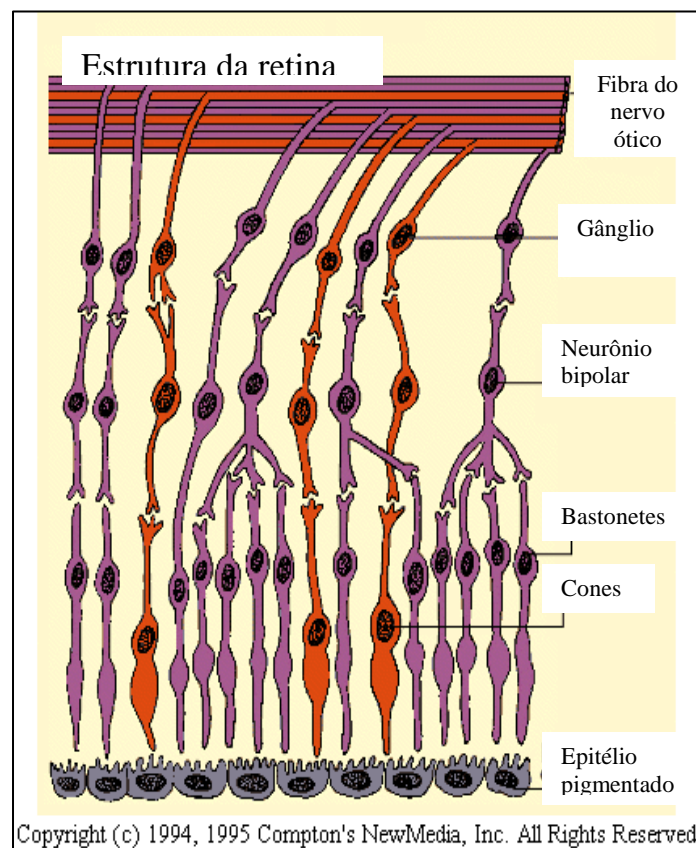
A retina é formada por inúmeras células ópticas (fotossensíveis) que são denominadas de cones e bastonetes:

**Bastonetes:** são responsáveis pela visão noturna, isto é, pela percepção claro/escuro na carência de luminosidade. Não conseguem detectar cores, só percebem em preto e branco. O pigmento responsável por este efeito é a rodopsina. Os bastonetes praticamente não funcionam com níveis de luminosidade alta.

**Cones:** são responsáveis pela visão diurna, isto é, pela percepção das cores. Não funcionam para níveis de luminosidade baixa, onde só atuam os bastonetes. Existem 3 tipos de cones diferentes, sendo que cada um tem a capacidade de sintetizar um tipo de pigmento diferente:

- a) Os que sintetizam a clorolase, responsável pela percepção do verde.
- b) Os que sintetizam a critolase, responsável pela percepção do vermelho.
- c) Os que sintetizam a cianolase, responsável pela percepção do azul.

A figura 3.17 mostra a estrutura celular da retina, detalhando os cones e os bastonetes.

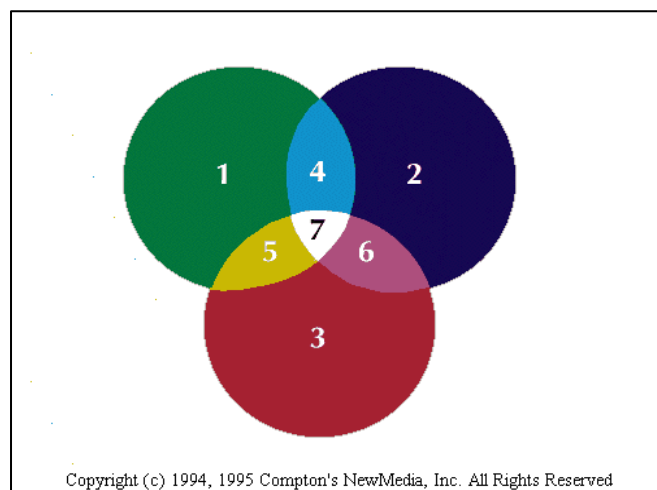


**Figura 3.17: Estrutura da retina do olho humano**

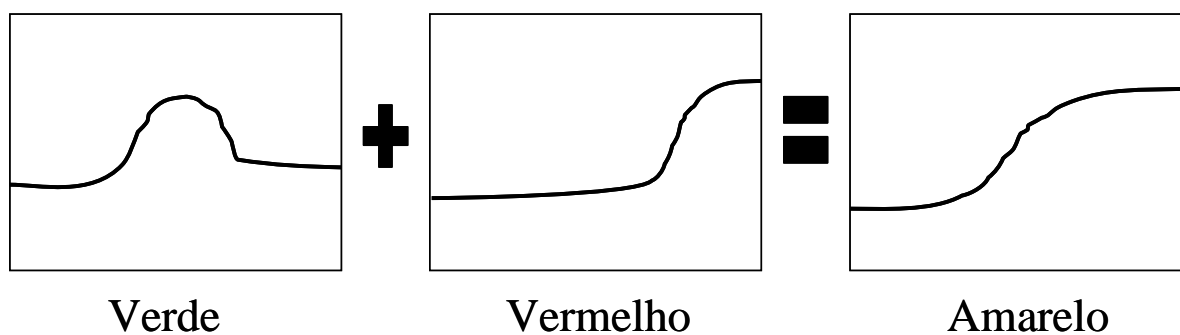
### 3.6.3. Formação das cores

A partir da descoberta de que o olho humano percebe todas as cores através da composição das 3 cores básicas (vermelho, verde, azul), cuja detecção é efetuada pelos cones, na retina, a colorimetria foi fundamentada no princípio que todas as cores podem ser representadas a partir da composição de 3 cores básicas. Daí decorrem dois sistemas de combinação: sistema aditivo e subtrativo.

**Sistema aditivo:** quando utiliza-se combinação de luzes. Cores básicas: azul, verde e vermelho (figura 3.18). Neste sistema, as cores são obtidas por superposição das cores básicas, ou seja, adição dos comprimentos de onda das cores básicas (figura 3.19). Variando-se a intensidade da luz de cada cor básica, pode-se obter qualquer cor. Este mecanismo está presente nos televisores e nos monitores de computador.

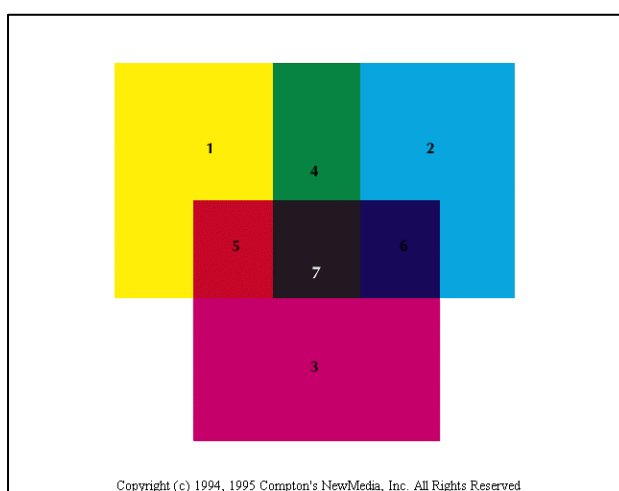


**Figura 3.18: Cores básicas – sistema aditivo**

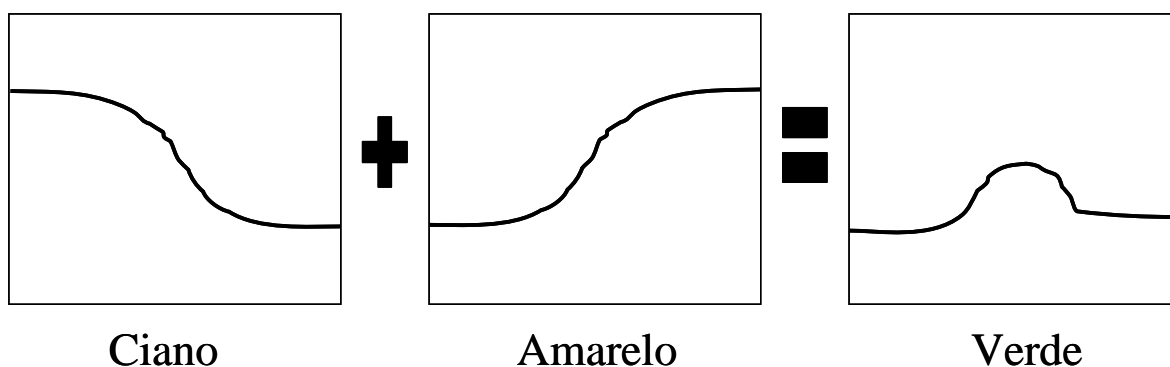


**Figura 3.19: Exemplo de combinação de cores no sistema aditivo**

**Sistema subtrativo:** quando utiliza-se combinação de pigmentos (tintas). Cores básicas: azul (ciano), amarelo, magenta e o preto (figura 3.20). Neste sistema as cores são obtidas pela absorção da energia luminosa, ou seja, pela remoção de parte da luz proveniente do iluminante (figura 3.21). Em outras palavras, as cores são obtidas por subtração dos comprimentos de onda, isto é, o objeto reflete apenas o comprimento de onda relativo à sua cor e absorve (subtrai) os demais (é a forma como funcionam as tintas – figura 3.22). Variando-se a quantidade de energia absorvida para cada cor básica, pode-se obter qualquer cor.



**Figura 3.20: Cores básicas – sistema subtrativo**



**Figura 3.21: Exemplo de combinação de cores no sistema subtrativo**



**Figura 3.22: Exemplo de funcionamento das tintas. As coloridas refletem só a sua cor específica, a branca reflete todas as cores e a preta nenhuma.**

### 3.6.4. Quantificação das cores

De acordo com PETTER (2007), a quantificação das cores é baseada na forma pela qual o olho humano as reconhece, ou seja, através de 3 componentes (vermelho, verde e azul), que são chamados de valores tristímulus (ou tri-estímulos):

X = componente do vermelho

Y = componente do verde

Z = componente do azul

Logo, para se definir uma cor, basta definir o valor de cada uma de suas componentes. De uma forma prática, todas as propriedades colorimétricas são calculadas



a partir dos valores tristímulus (com exceção da alvura ISO). O cálculo dos valores tristímulus depende de 3 fatores:

- a) Natureza da amostra, representada pelas reflectâncias em cada comprimento de onda -  $\mathbf{R}(\lambda)$ .
- b) Fonte luminosa, isto é, do tipo de iluminante que está sendo usado -  $\mathbf{S}(\lambda)$ .
- c) Olho do observador, com as funções  $\mathbf{x}(\lambda)$ ,  $\mathbf{y}(\lambda)$  e  $\mathbf{z}(\lambda)$ , que simulam a percepção do olho humano em cada comprimento de onda.

As fórmulas para o cálculo dos valores tristímulus são as seguintes:

$$X = k \cdot \int_{400}^{700} R_{\lambda} \cdot S_{\lambda} \cdot x_{\lambda} \cdot d_{\lambda} \quad (3.1)$$

$$Y = k \cdot \int_{400}^{700} R_{\lambda} \cdot S_{\lambda} \cdot y_{\lambda} \cdot d_{\lambda} \quad (3.2)$$

$$Z = k \cdot \int_{400}^{700} R_{\lambda} \cdot S_{\lambda} \cdot z_{\lambda} \cdot d_{\lambda} \quad (3.3)$$

Onde:

$\lambda$  = Comprimento de onda, variando de 400 até 700 nm.

$k$  = Fator que representa uma simples troca de variável (simplificação das equações 3.1, 3.2 e 3.3), como demonstrado pela equação 3.4 abaixo:

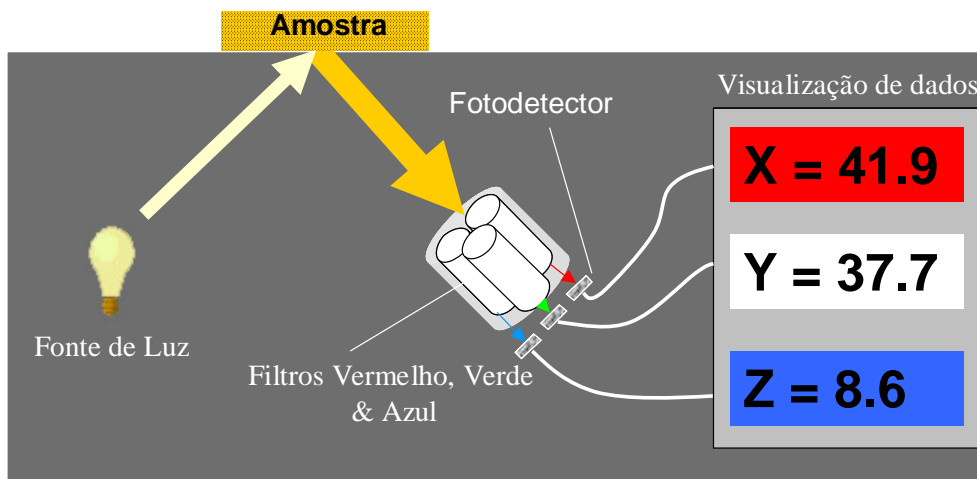
$$k = \frac{100}{\int_{400}^{700} S_{\lambda} \cdot y_{\lambda} \cdot d_{\lambda}} \quad (3.4)$$

Um exemplo numérico de cálculo dos valores tristímulus de uma amostra de caulim é demonstrado no Anexo 1.

### 3.6.5. Medição das cores

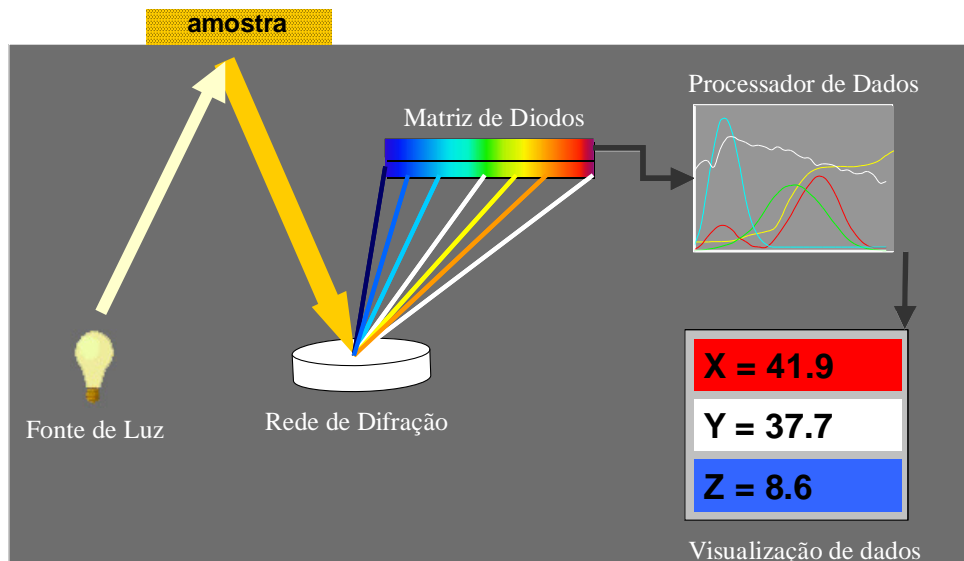
Segundo POPSON (1996), existem duas configurações básicas de equipamentos medidores de cor: colorímetros e espectrofotômetros.

**Colorímetros:** utilizam uma fonte de luz para iluminar a amostra a ser medida. A luz refletida pelo objeto passa através de filtros (vermelho, verde e azul) para simular as funções do observador para um determinado iluminante em particular (normalmente C). Um fotodetector localizado na saída de cada filtro detecta a quantidade de luz que passa através dos filtros. Os sinais saem como valores X, Y e Z (figura 3.23).



**Figura 3.23: Esquema do cálculo dos valores tristímulus em um colorímetro**

**Espectrofotômetros:** usam uma fonte de luz para iluminar a amostra a ser medida. A luz refletida ou transmitida pelo objeto passa por uma rede de difração que a separa em um espectro. O espectro cai em uma matriz de diodos que mede a luz a cada comprimento de onda. Os dados espectrais são enviados a um processador no qual são multiplicados com os valores tabelados para o iluminante CIE e o observador a 2° ou 10° selecionado para obter os valores X, Y, Z. (figura 3.24).



**Figura 3.24: Esquema do cálculo dos valores tristímulus em um espectrofotômetro**

Colorímetros são normalmente empregados em aplicações nas quais é necessário que o instrumento medidor de cor não seja caro, mas que apresente repetibilidade de leitura e que seja fácil de manusear. Espectrofotômetros, embora sejam bem mais caros que os colorímetros, oferecem diversas vantagens. Estes são projetados de tal forma a garantir que não haja nenhuma diferença na obtenção de resultados, mesmo se houver alguma mudança na lâmpada geradora do feixe de luz (exceção para amostras que contenham fluorescência).

Espectrofotômetros são capazes de apresentar resposta espectral muito mais próxima ao olho humano do que os colorímetros. Como a resposta espectral de um colorímetro é determinada pela seleção dos filtros, apenas um iluminante e um ângulo de observação pode ser utilizado. Nos espectrofotômetros, porém, outros iluminantes e ângulo de observação podem ser escolhidos, apenas mudando-se a configuração do aparelho, de uma forma bem simples. Conseqüentemente, outra vantagem do espectrofotômetro é sua habilidade em medir o metamerismo, pois para isto faz-se necessário a utilização de vários iluminantes para medir-se a mesma amostra, o que não é possível fazer num colorímetro. Entende-se como metamerismo o fenômeno segundo o qual duas cores ou misturas são equilibradas em certos iluminantes e em outros não, sofrendo mutações de cor quando expostas à mudança destes iluminantes. Este fenômeno é mais constante no caso das cores intensas, porém, também ocorre em cores claras. O

metamerismo é particularmente freqüente em tonalidades metálicas, pelas características próprias de reflexão de luz que o sistema possui.

Outro aspecto importante dos aparelhos medidores de cor é com relação à sua geometria. De acordo com POPSON (1996), existem dois tipos básicos de configurações, sejam os equipamentos colorímetros ou espectrofotômetros: geometria direcional e geometria difusa (figura 3.25).

**Geometria direcional 45°/0°:** o fecho de luz incide a 45° com a amostra e reflete a 0° com a reta normal que passa pela mesma, incidindo em seguida na fotocélula, que registra os comprimentos de onda (espectro) característico da amostra (se for espectrofotômetro) ou o comprimento de onda 457 nm após passar por um filtro (se for colorímetro).

**Geometria difusa/0°:** o fecho de luz incide de maneira difusa sobre a amostra (por causa da esfera integradora que reflete a luz emitida pelas lâmpadas em todas as direções) e reflete a 0° com a reta normal que passa pela mesma, incidindo em seguida na fotocélula, que registra os comprimentos de onda (espectro) característico da amostra (se for espectrofotômetro) ou o comprimento de onda 457 nm após passar por um filtro (se for colorímetro).

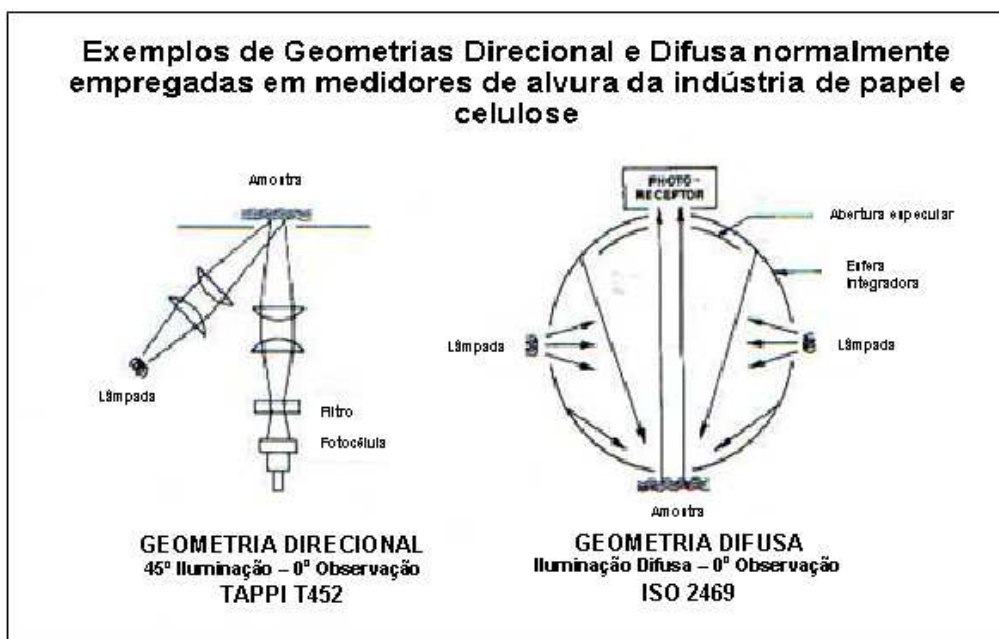


Figura 3.25: Esquema de funcionamento das geometrias direcional e difusa

### 3.6.6. Grandezas colorimétricas utilizadas neste estudo

As grandezas colorimétricas utilizadas como parâmetros de performance neste estudo são a alvura ISO, o índice de amarelamento (yellowness), as coordenadas do sistema  $L^*a^*b^*$  e a brancura CIE. Com exceção da alvura ISO, que utiliza diretamente os valores do espectro no seu cálculo, todas as outras grandezas utilizam no seu cálculo os valores tristímulus (X,Y,Z).

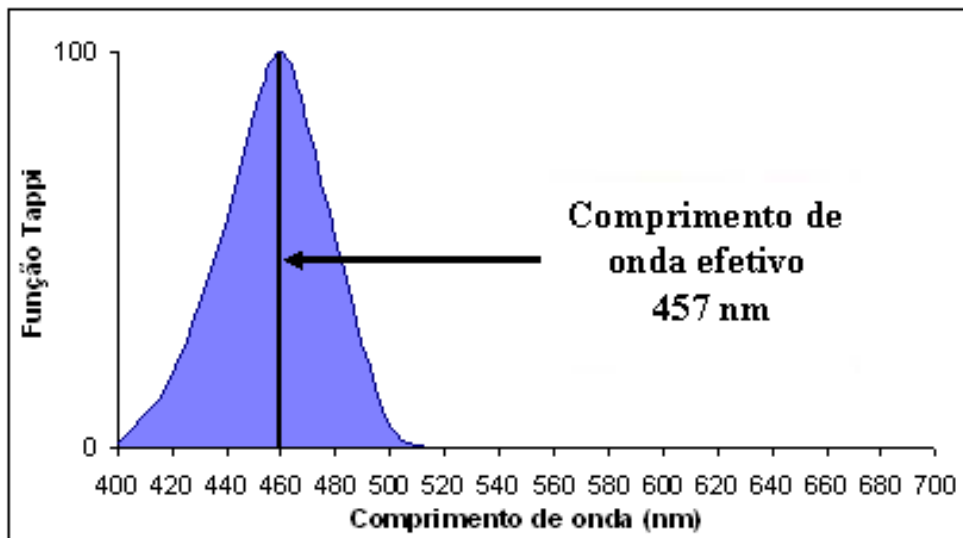
#### 3.6.6.1. Alvura ISO

De acordo com a norma TAPPI T 535-0m-03 “Brightness of clay and other mineral pigments (d/0 diffuse)”, alvura ISO é definida como a reflectância da luz azul correspondente à distribuição espectral específica com um comprimento de onda específico de 457 nm para uma superfície perfeitamente difusa. Segundo POPSON (1996), a alvura, como é conhecida na indústria de papel, é a reflectância da luz azul. Ela apenas leva em consideração a parte azul do espectro, ignorando as partes amarela e vermelha. Um medidor de alvura enxerga a amostra como se estivesse usando óculos com lentes azuis.

Para os colorímetros, existe um filtro específico para o comprimento de onda 457 nm. No caso dos espectrofotômetros, a alvura não é só representada por um único comprimento de onda específico, mas sim é uma composição de vários comprimentos de onda, tal como mostrado na figura 3.26 e definido na norma TAPPI T452-om-02 “Brightness of pulp, paper, and paperboard (directional reflectance at 457 nm)”. Neste caso existe um comprimento de onda efetivo, de 457 nm, que é calculado pelas reflectâncias do intervalo espectral de 400 a 500 nm.

Pelo fato da alvura ser calculada apenas no intervalo entre 400 e 500 nm, ocorre que muitas vezes os valores de alvura não acompanham aquilo que o olho humano vê, sendo possível uma amostra que tenha alvura menor, porém yellowness menor, parecer ser mais alva que outra com alvura maior, porém com yellowness maior. Esta é uma desvantagem desta propriedade colorimétrica com relação às brancuras, por exemplo,

pois estas utilizam todo o espectro para o cálculo do seu valor (os valores tristímulus), o que aproxima muito os valores calculados daquilo que o olho humano percebe.



**Figura 3.26: Alvura: a reflectância da luz azul**

A fórmula de cálculo da alvura é demonstrada abaixo:

$$\mathit{Alvura} = \frac{\Sigma(R(\lambda)F(\lambda))}{\Sigma(F(\lambda))} \quad (3.5)$$

onde:

$R(\lambda)$  = Valores de reflectância entre 400 e 500 nm

$F(\lambda)$  = Função Tappi entre 400 e 500 nm

Um exemplo de cálculo de alvura em espectrofotômetros em uma amostra de caulim é demonstrado na tabela 3.3.

**Tabela 3.3: Exemplo de cálculo de alvura de uma amostra de caulim**

$\lambda$ (nm)	F( $\lambda$ )	R( $\lambda$ )	$\Sigma(RF(\lambda))$
400	1	91,01	91,01
420	18,2	91,08	1657,656
440	57,6	91,32	5260,032
460	100	91,81	9181
480	53,1	92,33	4902,723
500	5,6	92,66	518,896
520	0	92,80	0
540	0	92,78	0
560	0	92,54	0
580	0	92,23	0
600	0	91,98	0
620	0	91,89	0
640	0	91,94	0
660	0	92,11	0
680	0	92,22	0
700	0	92,28	0
			91,77
			Alvura

### 3.6.6.2. Índice de amarelamento (Yellowness)

O índice de amarelamento, ou *yellowness*, foi criado principalmente para medir o grau de degradação que uma amostra de material branco apresenta ao longo do tempo. Existem várias fórmulas diferentes de se calcular esta grandeza, porém a fórmula utilizada neste estudo é a proveniente da norma ASTM E313, demonstrada abaixo:

$$Yellowness = \frac{100 (C_x X - C_z Z)}{Y} \quad (3.6)$$

Onde:

$X, Y, Z$  = Valores tristímulus

$C_x, C_z$  = coeficientes que dependem do iluminante utilizado (vide tabela 3.4); no caso do nosso estudo utilizou-se o iluminante D65/10° para os testes da 1ª etapa e C/2° para os testes da 2ª etapa.

**Tabela 3.4: Coeficientes  $C_x$  e  $C_z$  para o cálculo do *yellowness* ASTM E313 em função dos iluminantes**

Coeficiente	C/2°	D65/10°
$C_x$	1,2769	1,3013
$C_z$	1,0592	1,1498

### 3.6.6.3. Sistema colorimétrico CIE $L^*a^*b^*$

O sistema CIE  $L^*a^*b^*$  foi criado em 1976 para substituir o diagrama de cromaticidade, que não era adequado para o controle de qualidade das indústrias que controlavam parâmetros colorimétricos. Ele é um sistema de coordenadas tridimensional, no qual cada eixo tem o seguinte significado:

$L^*$  = representa o nível de luminosidade da amostra, sendo que o seu valor varia de 0 para totalmente negro e 100 para totalmente branco.

$a^*$  = representa o nível de verde e de vermelho da amostra, no qual valores positivos indicam que a amostra está avermelhada, e negativos que está esverdeada.

$b^*$  = representa o nível de azul e amarelo da amostra, no qual valores positivos indicam que a amostra está amarelada, e negativos que está azulada.

Os valores de  $L^*a^*b^*$  são calculados a partir dos valores tristímulus, como mostrados pelas equações 3.7 a 3.9 abaixo:



$$L^* = 116 (Y/Y_n)^{1/3} - 16 \quad (3.7)$$

$$a^* = 500 ((X/X_n)^{1/3} - (Y/Y_n)^{1/3}) \quad (3.8)$$

$$b^* = 200 ((Y/Y_n)^{1/3} - (Z/Z_n)^{1/3}) \quad (3.9)$$

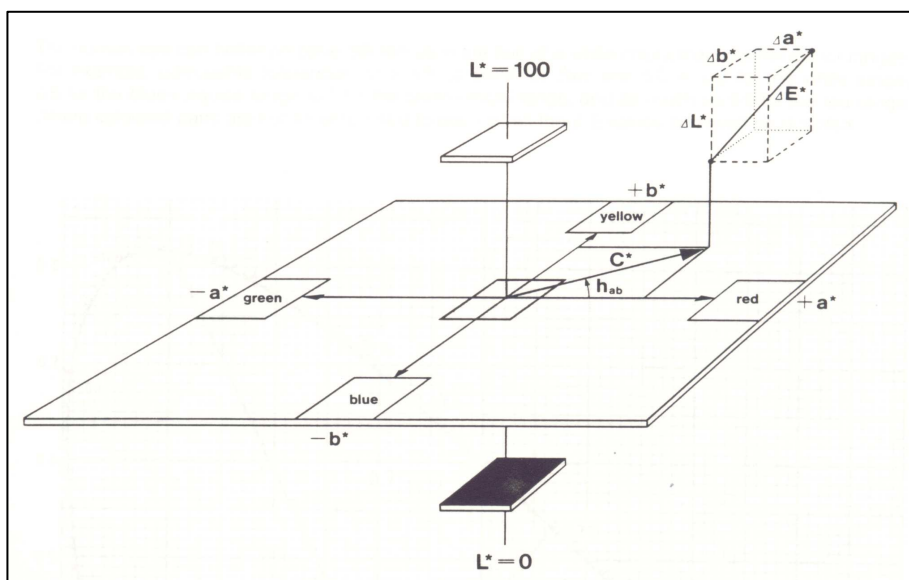
Onde:

$X_n, Y_n, Z_n$  = valores trístimulos para o branco perfeito, e dependem do iluminante e do ângulo do observador utilizados (vide tabela 3.5).

**Tabela 3.5: Coeficientes  $X_n, Y_n$  e  $Z_n$  do branco perfeito em função dos iluminantes**

Iluminante	$X_n$	$Y_n$	$Z_n$
$C/2^\circ$	98,073	100,000	118,232
$D65/10^\circ$	94,811	100,000	107,304

A figura 3.27 mostra o diagrama  $L^*a^*b^*$  em formato tridimensional.



**Figura 3.27: Diagrama CIE  $L^*a^*b^*$**

### 3.6.6.4. Brancura CIE

Tradicionalmente nas medições em papel, a grandeza colorimétrica mais utilizada para se medir o grau de branco de um papel é a brancura, e não a alvura, pois como já explicado no item 3.6.6.1., a brancura é calculada a partir dos valores tristímulus, que utiliza todo o espectro da luz visível, o que faz com que o seu valor seja muito mais próximo do que está sendo observado pelo olho humano do que a alvura, que é calculada só por uma pequena parte do espectro.

De acordo com a norma TAPPI T1216-sp-03 “Indices for whiteness, yellowness, brightness and luminous reflectance factor” existem várias fórmulas de brancura e cada uma é aplicada a um determinado tipo de mercado, como papeleiro, tintas, plásticos, têxtil, etc. A fórmula mais utilizada no mercado papeleiro é a brancura CIE ( $W_{CIE}$ ), que é descrita pela equação 3.10 abaixo:

$$W_{CIE} = Y + 800(xn-x) + 1700(xn-y) \quad (3.10)$$

Onde:

Y = Tristímulo Y

x, y = coordenadas de cromaticidade da amostra, sendo:

$$x = \frac{X}{X + Y + Z}, \quad y = \frac{Y}{X + Y + Z}$$

onde X,Y,Z = valores tristímulus

xn, yn = coordenadas de cromaticidade para o branco perfeito, sendo:

$$xn = \frac{Xn}{Xn + Yn + Zn}, \quad yn = \frac{Yn}{Xn + Yn + Zn}$$

onde Xn,Yn,Zn = valores tristímulus para o branco perfeito, definidos para o iluminante/ângulo do observador D65/10° .

## 4. METODOLOGIA

### 4.1. Amostras

Neste estudo foram utilizados 3 caulins originários do estado do Pará e Amapá, a saber:

**Bacia do Rio Capim (PA):** dois caulins duros, sendo um proveniente da atual jazida da Pará Pigmentos S/A (Mina de Capim 1) e outro de uma área ainda não explorada, cujos direitos minerários pertencem à VALE, chamada Nanáí Norte.

**Bacia do Rio Jari (AP):** um caulim duro de baixa alvura proveniente da atual jazida da CADAM S/A (mina do Morro do Felipe).

## 4.2. Materiais

Os reagentes e insumos químicos utilizados neste estudo estão definidos na tabela 4.1, e estão agrupados por operação unitária.

**Tabela 4.1: Relação dos insumos químicos utilizados neste estudo para o processamento do caulim**

<b>Operação unitária</b>	<b>Nome Fórmula</b>	<b>Função</b>	<b>Estado físico</b>
Dispersão	Hexametáfosfato de sódio $(\text{NaPO}_3)_6$	Dispersante	Pó
	Poliacrilato de sódio $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{C}_6\text{O}_{12}\text{Na}_6$	Dispersante	Solução a 45 % sólidos
	Soda Cáustica NaOH	Acerto de pH	Solução a 10 %
Condicionamento	Poliacrilato de sódio $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{C}_6\text{O}_{12}\text{Na}_6$	Dispersante	Solução a 45 % sólidos
	Silicato de sódio $\text{Na}_2\text{O} (\text{SiO}_2)$	Dispersante	Solução a 45 % sólidos
	Hidroxamato de sódio $\text{R}-(\text{CONH}-\text{O}-\text{X})_n$	Coletor	Solução a 100 %
	Magnetita modificada	Transportador	Suspensão a 11 %
	Soda Cáustica NaOH	Acerto de pH	Solução a 10 %
Branqueamento	Hidrossulfito de sódio $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$	Agente branqueador	Pó
	Sulfato de alumínio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Acerto de pH	Solução a 10 %
Filtragem	Sulfato de alumínio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Agente coagulante	Solução a 10 %

### **4.3. Métodos analíticos**

A medição da alvura do caulim, bem como das outras propriedades óticas (yellowness,  $L^*a^*b^*$ ) que são utilizadas como parâmetros de avaliação de performance do processo neste estudo, é realizada segundo o procedimento descrito na norma internacional TAPPI T534-om-03, cujo processo de preparação da amostra é demonstrado abaixo:

- a) Secagem
- b) Pulverização
- c) Prensagem
- d) Leitura no espectrofotômetro

#### **4.3.1. Secagem**

Pode ser realizada numa estufa a 100 °C (por 1 hora) ou num forno de microondas (por 3 minutos). Normalmente coloca-se entre 12 a 30 g base seca num recipiente, que, por sua vez, é colocado no interior da estufa/microondas. Para saber se a amostra já está devidamente seca coloca-se um vidro de relógio sobre a mesma, até que não haja mais o embaçamento do mesmo.

#### **4.3.2. Pulverização**

A pulverização é realizada colocando-se 12 g de material seco dentro do copo do pulverizador Anglo, que é descrito na própria norma TAPPI T534-om-03. O tempo de pulverização é fixo, sendo de 30 segundos. A figura 4.1 mostra o detalhe do referido pulverizador.



**Figura 4.1: Pulverizador Anglo**



**Figura 4.2: Caulim pulverizado dentro do anel metálico**

### **4.3.3. Prensagem**

A prensagem é feita após o caulim pulverizado ser colocado dentro de anéis metálicos (figura 4.2), e estes, por sua vez, são colocados sobre uma chapa de vidro, a fim de garantir que a superfície do caulim prensado no anel seja totalmente isenta de imperfeições. A aparelhagem para prensagem é praticamente uma furadeira de bancada modificada. A prensagem é feita durante 5 segundos, a uma pressão de 25 kg indicados na balança (equivalente a  $2,1 \text{ kgf/cm}^2$ ). A figura 4.3 mostra a aparelhagem de prensagem utilizada nos testes deste estudo.



**Figura 4.3: Aparelhagem de prensagem**

#### **4.3.4. Leitura do anel**

Após a prensagem, os anéis metálicos são removidos cuidadosamente, a fim de evitar qualquer dano à sua superfície. Os anéis são então acoplados ao porta-amostra do espectrofotômetro (figura 4.4), no qual a amostra recebe o fecho de luz característico, e cuja luz refletida é captada pela matriz de sensores, registrando então o respectivo espectro de reflectância. De posse do espectro, o equipamento procede aos cálculos da alvura ISO bem como das demais propriedades óticas (yellowness,  $L^*a^*b^*$ ). Nos testes das 1ª e 2ª etapas foram utilizados os modelos Datacolor Elrepho 2000, Datacolor Elrepho 450X e Technidyne PC Color Touch.



**Figura 4.4: Anel metálico com caulim sendo colocado no espectrofotômetro**

#### 4.4. Aplicação de caulim no papel

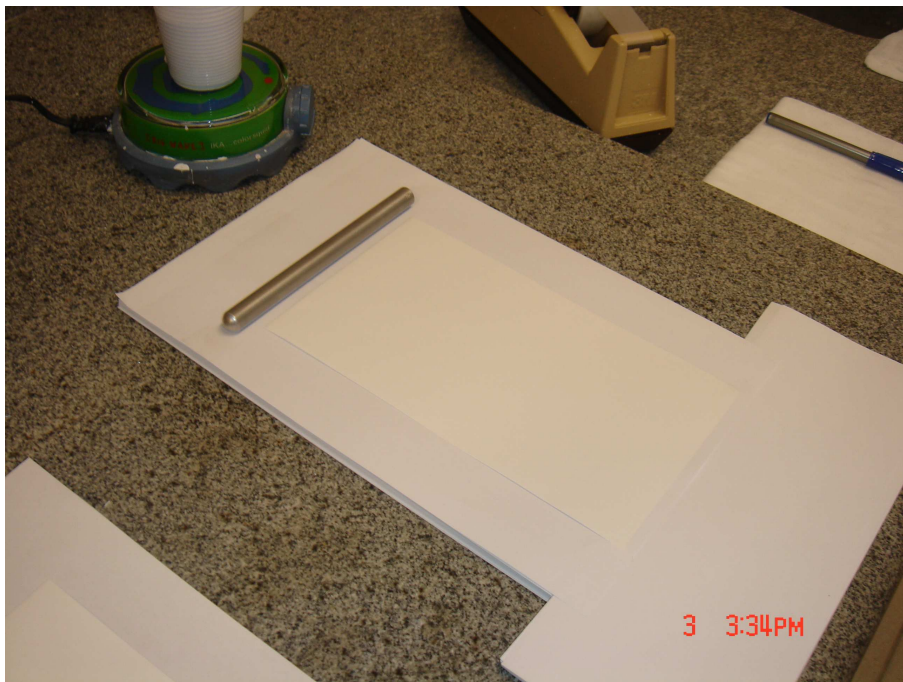
Para se verificar se determinado processo aplicado ao caulim atingiu seus objetivos, normalmente utilizam-se dois tipos de análises: análises químicas (para certificar-se que o  $\text{TiO}_2$  teve o seu teor diminuído) e testes de revestimento no papel, principalmente se o produto é voltado para o mercado papelero.

Os testes de revestimento do papel são realizados por meio da execução das curvas de alvejamento da formulação, nas quais procura-se verificar a resposta dos protótipos de caulim em avaliação com relação às respectivas características óticas, comparativamente a alguns caulins utilizados como padrão. A curva de alvejamento é realizada através da dosagem na formulação de um alvejante ótico, também conhecido como OBA (*Optical Brightness Agent*). A função do alvejante ótico é de capturar comprimentos de onda refletidos pela amostra de caulim na banda do ultravioleta, entre 300 a 400 nm, e convertê-los na banda da luz visível, entre 400 e 500 nm.

A aplicação no papel é então realizada através do revestimento manual de folhas com barrinha ranhurada, teste eficaz e amplamente utilizado pelos fabricantes de corantes e alvejantes. As figuras 4.5, 4.6 e 4.7 ilustram a seqüência da aplicação no papel por este método. Na tabela 4.2 encontram-se as dosagens de todos os componentes da tinta, bem como o papel base utilizado e o peso de revestimento aplicado nos testes desta dissertação.

Optou-se por realizar o estudo com aplicação em barrinha ranhurada, ao invés da utilização de um *coater* de laboratório (CLC – Cylindrical Laboratory Coater), pelo fato de possibilitar o revestimento dos papéis com maior precisão no controle da gramatura de aplicação da tinta (g tinta /  $\text{m}^2$  papel), pela maior rapidez e principalmente porque não foi necessário avaliar as propriedades de impressão do papel, e sim só suas propriedades óticas (brancura CIE).

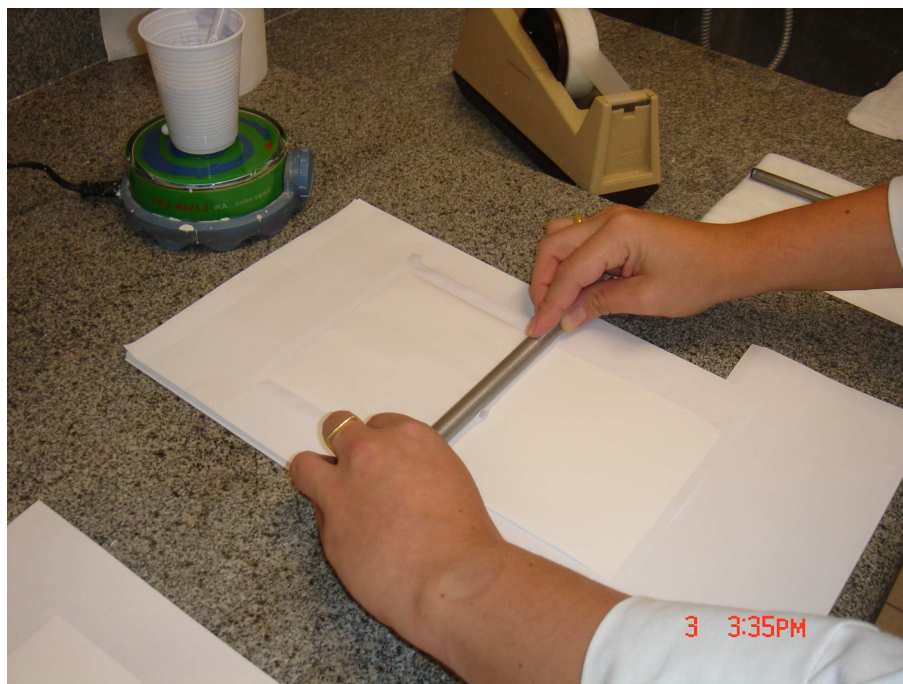




**Figura 4.5 – Amostra de papel pronta para ser revestida com a barrinha aplicadora**



**Figura 4.6 – Colocação da tinta sobre o papel para serem aplicados  $10 \text{ g/m}^2$**



**Figura 4.7 – Processo de aplicação da tinta com a barrinha**

**Tabela 4.2 – Componentes da tinta - curva de alveamento**

Caulim	30 %
Carbonato de cálcio (GCC)	70 %
Matizante azul	0 e 45 ppm *
Matizante violeta	0 e 67 ppm *
Alvejante ótico	0, 2000, 4000, 6000, 8000 e 10000 ppm *
Poliacrilato de Sódio	0,10 % *
Látex (ligante)	12 % *
Lubrificante	0,5 % *
PVA	0,4 % *
CMC (espessante)	0,25 % *
Pressão da calandragem	70 bar
Temperatura da calandragem	30 °C
Passagens na calandra	2
Papel base <i>woodfree</i> utilizado	com pré-coating 95 g/m <sup>2</sup>
Peso de revestimento aplicado	10 g/m <sup>2</sup>

\* % seca sobre o total de pigmento seco (Caulim + GCC) da formulação

#### 4.5. Equipamentos utilizados – Escalas laboratorial e piloto

Como descrito no item 5 desta dissertação, a realização da parte experimental deste estudo foi dividida em duas etapas, e cada uma destas etapas subdivididas, por sua vez, em duas fases, a saber:

- Fase bancada (testes em escala laboratorial)
- Fase piloto (testes em escala piloto)

Segue abaixo a relação dos principais equipamentos utilizados na execução das fases bancada e piloto de ambas as etapas descritas na parte experimental (figuras 4.9 a 4.20). Estes equipamentos pertencem ao setor do Caulim, localizado no CDM (Centro de Desenvolvimento Mineral) da Vale, em Santa Luzia, Minas Gerais.

#### **Equipamentos utilizados na dispersão e condicionamento do caulim:**



**Figura 4.9: Dispersor de laboratório (CDC) – Utilizado em ambas as etapas**



**Figura 4.10** Dispersor da planta piloto (miniblunger) – Utilizado em ambas as etapas



**Figura 4.11:** Condicionador de laboratório (Waring Blendor) – Utilizado na 2ª etapa



**Figura 4.12:** Condicionador piloto (Kady Mill) – Utilizado na 2ª etapa



**Equipamentos utilizados na centrifugação do caulim:**



**Figura 4.13: Centrífuga de laboratório Fanem (modelo GF-8) – Utilizada na 1ª etapa**



**Figura 4.14: Centrífuga decanter piloto (Westfalia) – Utilizada na 1ª etapa**



**Figura 4.15: Centrífuga vertical piloto (Westfalia) – Utilizada na 1ª etapa**



**Figura 4.16: Centrífuga Centrífuga vertical piloto (Westfalia) – Utilizada na 2ª etapa**

**Equipamentos utilizados na separação magnética do caulim:**



**Figura 4.17: Separador magnético de laboratório (Eriez) – Utilizado em ambas as etapas**



**Figura 4.18: Separador magnético piloto (Eriez) – Utilizado na 1ª etapa**





**Figura 4.19: Separador magnético piloto (Eriez) – Utilizado na 2ª etapa**

**Equipamento utilizado na secagem do caulim:**



**Figura 4.20: *Spray Dryer* piloto (Niro) – Utilizado em ambas as etapas**



## 4.6. Procedimento experimental

Testes preliminares com relação a este desenvolvimento, que serão chamados neste trabalho de “1ª etapa”, foram executados primeiramente em bancada (simulação do beneficiamento com equipamentos de laboratório) e depois confirmados em planta piloto.

O processo desenvolvido nesta 1ª etapa recebeu o nome de “Agregação Seletiva”, no qual o objetivo era de agregar as partículas de  $\text{TiO}_2$  através de excesso de dispersante, e após retirar os referidos agregados através de centrifugação. Os resultados indicaram que, comparando-se ao processo convencional, houve sucesso nos testes em escala de bancada, porém nos testes em escala piloto os resultados foram muito menos expressivos.

O objetivo da 2ª etapa foi de identificar as causas que levaram ao insucesso da 1ª etapa em escala piloto e fazer as devidas correções, novamente com testes em bancada e em planta piloto. Nesta etapa o método de agregação seletiva foi ligeiramente modificado, mudando-se os reagentes químicos responsáveis pela agregação das partículas de  $\text{TiO}_2$  e também a operação de condicionamento.

Sendo assim, o procedimento experimental descrito nesta dissertação ficou dividido em 4 fases distintas, a saber:

- 1) 1ª Etapa - Testes em bancada.
- 2) 1ª Etapa- Testes piloto.
- 3) 2ª Etapa - Testes em bancada.
- 4) 2ª Etapa - Testes piloto.

O conjunto dos testes que compõe toda a parte experimental foi realizado no CDM (Centro de Desenvolvimento Mineral da VALE), no laboratório e planta piloto de caulim. Para os testes piloto da 2ª etapa foram gerados protótipos de 30 kg cada, que posteriormente foram submetidos a testes de aplicação no papel para confirmação dos resultados.

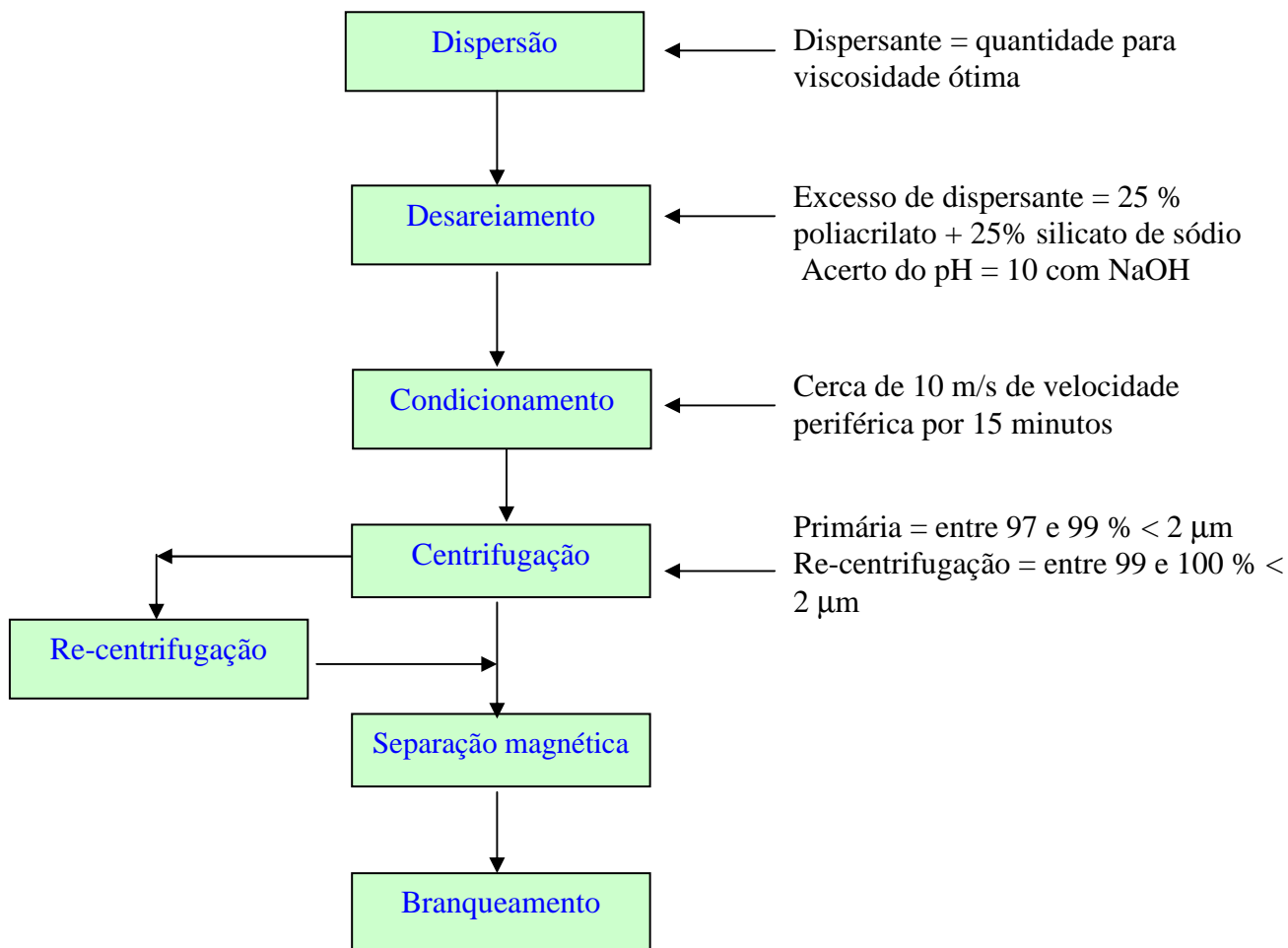
#### 4.6.1. 1ª Etapa - Testes em bancada

Para se chegar ao processo da agregação seletiva tal como descrito na figura 4.21 foram executados 9 planos de trabalho, dentre os quais o primeiro que obteve um resultado satisfatório, ou seja, alvura acima de 89,0, foi o 4º plano, no qual passou-se a usar, juntamente com a agregação seletiva, centrifugação e re-centrifugação com alta rotação (aproximadamente 4000 G). A partir do 5º plano de trabalho, o objetivo foi o de otimizar as quantidades e tipos de dispersantes utilizados, a fim de que fossem reduzidos os custos do processo. O processo da agregação seletiva, no seu formato final, está detalhado nos parágrafos a seguir.

Após a dispersão e o desareamento adiciona-se à polpa um excesso de 50 % de dispersante em relação à quantidade gasta na dispersão do caulim (*blunger*), sendo 25% de poliacrilato de sódio e 25% de silicato de sódio. O teor de sólidos da polpa situa-se em torno de 40% e o pH da mesma é ajustado para 10 com NaOH.

Após a adição de dispersante efetua-se o condicionamento, no qual a polpa é mantida por 30 minutos em agitação vigorosa (velocidade periférica de 10 m/s) para que o caulim fique totalmente disperso e também para que as partículas de  $TiO_2$  choquem-se formando os micro-agregados (são estes os que dão o nome ao processo de agregação seletiva).

A adição do excesso de dispersante neste pH faz com que as partículas de  $TiO_2$  agreguem-se (principalmente por causa do efeito das forças de van der Waals, que neste pH são maiores que a repulsão eletrostática), porém o caulim permanece totalmente disperso e separado do  $TiO_2$ . Após a agregação, a polpa é então centrifugada e re-centrifugada em centrífuga de alta rotação ( $G \cong 4000$ ). As etapas seguintes são a separação magnética e o branqueamento químico com ditionito de sódio (3 kg/t).



**Figura 4.21: Formato final do processo da agregação seletiva.**

#### 4.6.2. 1ª Etapa - Testes piloto

Para a realização destes testes foram emprestadas da Westfalia 2 centrífugas piloto, sendo uma *decanter* (figura 4.14) e uma vertical (figura 4.15), e houve o apoio da equipe da Westfalia na condução dos testes. Foram realizados em torno de 180 testes, utilizando-se vários tipos diferentes de configurações de processo, como exemplificados na tabela 4.3 abaixo:

**Tabela 4.3: Algumas configurações básicas de processo testadas utilizando-se as centrífugas piloto da Westfalia.**

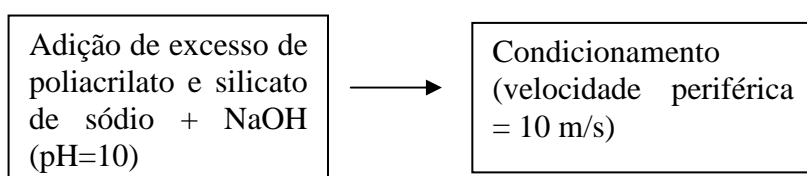
<b>Seqüência das operações</b>					
Desareamento	Condicionamento	Centrif. vertical	Sep. magnética		
Desareamento	Condicionamento	Centrif. vertical	Centrif. vertical	Sep. magnética	
Desareamento	Centrif. decanter	Condicionamento	Centrif. vertical	Sep. magnética	
Desareamento	Sep. magnética	Centrif. vertical			
Desareamento	Sep. magnética	Condicionamento	Centrif. vertical		
Desareamento	Centrif. decanter	Condicionamento	Centrif. vertical	Centrif. vertical	Sep. magnética
Desareamento	Centrif. decanter	Centrif. vertical	Condicionamento	Centrif. vertical	Sep. magnética

Nos testes descritos acima foram realizadas várias alterações nos parâmetros do processo, tais como recuperação (em função da vazão de alimentação e do diâmetro e configuração dos *nozzles*), rotação da centrífuga, utilização de surfatantes, testes com e sem agregação seletiva, teor de sólidos da polpa, re-centrifugação de finos (em série) ou de grossos (em paralelo), etc. Os testes foram realizados utilizando-se os caulins duros de Capim 1 e Nanaí Norte, e também o caulim Amazon Standard (características muito próximas ao caulim tipo 0).

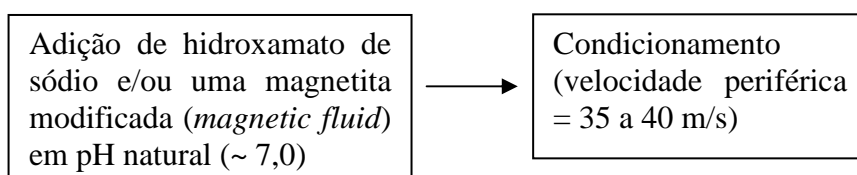
### 4.6.3. 2ª Etapa - Testes em bancada

Como citado anteriormente, nos testes da 2ª etapa o método de agregação seletiva foi ligeiramente modificado, nos quais foram mudados os reagentes químicos responsáveis pela agregação das partículas de TiO<sub>2</sub> e também a rotação do condicionamento, como demonstrado abaixo:

#### Agregação seletiva – 1ª Etapa:



#### Agregação seletiva – 2ª Etapa:



A tabela 4.4 mostra um resumo das principais modificações que ocorreram em relação ao processo originalmente desenvolvido na 1ª etapa.

Nestes testes o condicionamento foi realizado sempre no produto desareado, ocorrendo depois disto a seqüência centrifugação + separação magnética + branqueamento químico. Foram realizados testes com e sem separação magnética, a fim de se estudar a importância da mesma no processo. Devido à mudança no modelo da centrífuga do laboratório, não foi possível chegar aos 4400 G obtidos nos testes da 1ª etapa, mas sim só até 2500 G, e este parâmetro influenciou fortemente os resultados finais de alvura (as alvuras foram geralmente menores que nos testes da 1ª etapa).

**Tabela 4.4: Modificações ocorridas no processo de agregação seletiva para os testes de bancada da 2ª etapa**

<b>Parâmetro</b>	<b>Testes da 1ª etapa</b>	<b>Testes da 2ª etapa</b>
Equipamento usado para o condicionamento	Dispensor CDC	Dispensor Waring Blendor
Velocidade periférica do condicionamento	10 m/s	44 m/s
Centrífuga de laboratório	Fanem GF-8	Cientec RV-7000DX
Rotação máxima da centrífuga	4000 rpm (4400 G)	3000 rpm (2500 G)
Reagente em excesso no condicionamento	Poliacrilato de sódio + silicato de sódio	Hidroxamato de sódio e/ou magnetita modificada
Quantidade de reagente em excesso no condicionamento	50 % em relação à quantidade gasta no blunger	1 kg/t de hidroxamato e/ou 0,75 kg/t magnetita (base seca)
pH do condicionamento	10	Natural (~ 7,0)

O mecanismo da agregação seletiva nestes testes, teoricamente, deveria acontecer da seguinte maneira:

**Testes só com hidroxamato:** o hidroxamato serviria como uma espécie de “ponte” entre as partículas de  $\text{TiO}_2$ , promovendo agregação entre elas, ou então ligando-as às partículas de hematita ou goethita, e estes agregados deveriam ser eliminados na centrifugação (pois a hematita e a goethita também são partículas pesadas).

**Testes com hidroxamato + magnetita modificada:** o hidroxamato serviria como uma espécie de “ponte” entre as partículas de  $\text{TiO}_2$  e da magnetita modificada, e estes agregados de  $\text{TiO}_2$  + magnetita deveriam ser eliminados na centrifugação. A magnetita é extremamente fina (da mesma ordem de grandeza do  $\text{TiO}_2$ ), porém, como é bastante pesada, era esperado que fosse facilmente retirada pela centrifugação.

#### **4.6.4. 2ª Etapa - Testes piloto**

Para a realização destes testes foi utilizada a centrífuga vertical Westfalia que foi comprada em 2004 e que é igual à que foi emprestada anteriormente. O condicionador utilizado foi um Kady Mill, cuja capacidade de condicionamento é referência no mercado.

Foram realizados praticamente os mesmos testes que em escala laboratorial, porém desta vez utilizando só o caulim Amazon (pois não havia massa mínima suficiente dos outros caulins), gerando 30 kg de cada protótipo para que fossem realizados os testes de aplicação no papel.

## 5. RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

### 5.1. Resultados 1ª Etapa - Testes em bancada

A tabela 5.1 apresenta, resumidamente, para cada 1 dos 9 planos de trabalho realizados em bancada, quais foram os objetivos perseguidos e quais as principais conclusões parciais em função dos resultados obtidos.

**Tabela 5.1: Objetivos e conclusões parciais obtidas de cada plano de trabalho – Testes em bancada – 1ª Etapa.**

<b>Plano de trabalho</b>	<b>Objetivos</b>	<b>Conclusões parciais de cada plano de trabalho</b>
1º	Descobrir qual a melhor combinação de dispersantes para a agregação seletiva.	O melhor resultado ocorreu com adição de poliacrilato de sódio sozinho.
2º	Determinar a influência do teor de sólidos e pH da polpa a ser processada e escolher o melhor ponto para os próximos testes.	Quanto menor o teor de sólidos melhor o resultado de alvura (escolhido o teor de 25% sólidos). O pH só influenciou o resultado a 25% sólidos (testados 8,0 e 10,0)
3º	Testar outro nível de pH (12) Adição de barrilha no lugar de soda Influência de surfatante. Influência de delaminação antes do processo (para tentar manter as partículas de TiO <sub>2</sub> liberadas).	O resultado com pH=12 é igual ao pH=10, logo, escolheu-se pH=10. O resultado com barrilha é igual ao resultado com soda. Surfatante só provocou melhoria em teor de sólido mais alto (40%). A delaminação como processo de agitação da polpa provoca queda significativa na alvura.
4º	Testar diferentes níveis de rotações na centrífuga (G's) e também de re-centrifugação. Testar influência do condicionamento da polpa antes da agregação seletiva.	O uso de rotações altas + agregação seletiva consegue chegar a valores elevados de alvura, principalmente quando se usa a re-centrifugação (foi a primeira vez em que o valor de 89,0 foi atingido e até ultrapassado). O condicionamento mostrou-se importante para a obtenção de alvuras altas.
5º	Testar a adição de polímeros com diferentes tamanhos de cadeia e carga iônica como auxiliares da agregação seletiva, e também a adição de hidróxido de cálcio.	O uso de polímeros e do hidróxido de cálcio não provocou nenhuma melhora nos resultados de alvura.
6º	Otimizar a dosagem de poliacrilato de sódio. Testar substituição total ou parcial do poliacrilato por silicato de sódio.	O resultado com excesso de 100% de poliacrilato é compatível com excesso de 300%. A mistura poliacrilato + silicato de sódio obteve resultados semelhantes (para 100% de excesso) aos obtidos com poliacrilato de sódio sozinho.
7º	Continuar a otimização do uso de poliacrilato de sódio e silicato de sódio. Testar novamente o uso de surfatante.	50% é o mínimo de excesso de dispersante que se pode dosar para obter-se alvura mínima de 89,0, sendo 25% poliacrilato + 25% silicato de sódio. O uso de surfatante não causou novamente nenhuma melhoria no processo.



<b>Plano de trabalho</b>	<b>Objetivos</b>	<b>Conclusões parciais de cada plano de trabalho</b>
8 <sup>o</sup>	Testar a agregação seletiva em outros pontos do processo. Otimizar a rotação das centrífugas e o uso de re-centrifugação. Otimizar os tempos e rotações do condicionamento e da coagulação.	O melhor resultado ocorreu com apenas uma centrifugação em 4000 G e agregação seletiva após o desareamento. O tempo de condicionamento pode ser reduzido para 15 minutos e a rotação para 2500 rpm (10 m/s). O tempo extra para coagulação mostrou-se inútil, e pode ser descartado.
9 <sup>o</sup>	Confirmar o uso ou não da re-centrifugação. Testar também a possibilidade da centrifugação primária ser em baixo G juntamente com re-centrifugação em alto G.	O minério de Nanaí pode ser processado com centrif. primária em baixa G mais re-centrifugação em alto G, ou então com uma só centrif. em alto G. O minério de Capim 1 requer centrif. + recentrif. ambas em alto G. Agreg.seletiva feita após o sep. mag. obtém resultados compatíveis à realizada após o desareamento.

Após a execução dos nove planos de trabalho citados acima chegou-se à configuração final do processo da agregação seletiva, como já mostrado na figura 4.21. A relação de todos os resultados de cada plano de trabalho encontra-se no Anexo 2. A tabela 5.2 abaixo mostra uma seleção dos resultados (após branqueamento) que melhor demonstram o efeito da agregação seletiva e da centrifugação em alto G nestes testes.

**Tabela 5.2: Seleção de resultados obtidos nos testes em bancada – 1ª Etapa.**

<b>Plano de trabalho</b>	<b>Caulim</b>	<b>Detalhamento do teste</b>	<b>Alvura</b>	<b>yellow</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>
2 <sup>o</sup> Teste 1	Capim 1	Sem agregação seletiva, uma centrifugação em baixo G.	84,51	7,88	0,40	4,00
2 <sup>o</sup> Teste 7	Capim 1	Com agregação seletiva, uma centrifugação em baixo G.	85,69	6,82	0,20	3,60
8 <sup>o</sup> Teste 7	Capim 1	Sem agregação seletiva, duas centrifugações em baixo G.	87,09	5,96	0,00	3,20
4 <sup>o</sup> Teste 21	Capim 1	Sem agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	87,53	5,53	0,00	2,90
4 <sup>o</sup> Teste 22	Capim 1	Sem agregação seletiva, duas centrifugações em alto G.	87,99	5,23	0,00	2,80
4 <sup>o</sup> Teste 10	Capim 1	Com agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	89,16	4,89	-0,10	2,60
4 <sup>o</sup> Teste 20	Capim 1	Com agregação seletiva, duas centrifugações em alto G.	90,11	4,38	-0,10	2,40
9 <sup>o</sup> Teste 2	Nanaí Norte	Com agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	89,99	4,62	0,00	2,50
9 <sup>o</sup> Teste 6	Nanaí Norte	Com agregação seletiva, uma centrifugação em baixo G + re-centrifugação em alto G.	89,89	4,70	0,00	2,50

## 5.2. Resultados 1ª Etapa - Testes piloto

Uma seleção dos melhores resultados obtidos dentre os 180 testes citados no item 4.6.2. encontra-se no Anexo 3. A tabela 5.3 abaixo mostra uma seleção dos resultados (alvura após branqueamento) que melhor demonstram a ineficácia da agregação seletiva e da centrifugação em alto G nos testes piloto.

**Tabela 5.3: Seleção de resultados obtidos nos testes piloto – 1ª Etapa.**

<b>Caulim</b>	<b>Teor de sólidos</b>	<b>Recuperação global centrifugação</b>	<b>Detalhamento do teste</b>	<b>Alvura</b>
Capim 1 1ª Batelada	40 %	52 %	Sem agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	87,5
Capim 1 1ª Batelada	40 %	58 %	Sem agregação seletiva, duas centrifugações em baixo G.	87,5
Capim 1 1ª Batelada	40 %	76 %	Com agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	87,4
Capim 1 1ª Batelada	40 %	52 %	Com agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	87,6
Capim 1 1ª Batelada	40 %	58 %	Com agregação seletiva, duas centrifugações em alto G.	87,5
Capim 1 1ª Batelada	40 %	34 %	Com agregação seletiva, uma centrifugação em baixo G + duas centrifugações em alto G.	87,6
Capim 1 2ª Batelada	40 %	39 %	Sem agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	88,4
Capim 1 2ª Batelada	20 %	39 %	Sem agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	88,6
Capim 1 2ª Batelada	20 %	51 %	Sem agregação seletiva, duas centrifugações em alto G.	88,3
Capim 1 2ª Batelada	20 %	40 %	Com agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	88,8
Capim 1 2ª Batelada	20 %	50 %	Com agregação seletiva, duas centrifugações em alto G.	88,6
Nanaí Norte	20 %	42 %	Sem agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	89,0
Nanaí Norte	40 %	72 %	Com agregação seletiva, uma centrifugação em alto G.	87,8
Nanaí Norte	40 %	35 %	Com agregação seletiva, duas centrifugações em alto G.	88,0

### 5.3. Resultados 2ª Etapa - Testes em bancada

A tabela 5.4 abaixo mostra um resumo dos testes realizados em bancada (resultados após branqueamento) da versão modificada do processo da agregação seletiva, como descrita no item 4.6.3.. A relação total dos dados de processo, desde a dispersão até o branqueamento, para cada caulim estudado, encontra-se no Anexo 4.

Para melhor compreensão da tabela 5.4 vide abaixo legenda da nomenclatura dos referidos testes:

**Branco 1:** Processamento normal sem a agregação seletiva e sem separação magnética.

**Branco 2:** Processamento normal sem a agregação seletiva e com separação magnética.

**ASMFH1:** Agregação seletiva com a magnetita modificada + hidroxamato de sódio sem separação magnética.

**ASMFH2:** Agregação seletiva com a magnetita modificada + hidroxamato de sódio com separação magnética.

**ASH1:** Agregação seletiva só com hidroxamato de sódio sem separação magnética.

**ASH2:** Agregação seletiva só com hidroxamato de sódio com separação magnética.

**Tabela 5.4: Quadro resumo dos resultados obtidos nos testes em bancada – 2ª Etapa.**

Caulim	Capim 1				Nanaí Norte				Amazon			
	Alvura	Yellow	a*	b*	Alvura	Yellow	a*	b*	Alvura	Yellow	a*	b*
Branco 1	84,25	7,17	-0,14	3,81	86,54	5,99	-0,28	3,26	86,19	7,10	-0,13	3,79
Branco 2	86,76	5,64	-0,31	3,08	87,00	5,72	-0,28	3,11	87,32	6,57	-0,48	3,67
ASMFH 1	83,86	7,51	0,25	3,82	83,44	7,81	0,29	3,96	81,48	9,54	1,27	4,45
ASMFH 2	86,51	5,88	0,00	3,07	88,16	4,74	-0,18	2,56	87,81	6,05	-0,38	3,34
ASH1	85,24	6,75	-0,21	3,62	86,91	5,62	-0,21	3,03	86,17	7,02	0,17	3,62
ASH2	86,57	5,82	-0,18	3,12	87,46	5,29	-0,21	2,86	86,87	6,95	-0,39	3,83

## 5.4. Resultados 2ª Etapa - Testes piloto

A tabela 5.5 abaixo mostra os resultados finais (incluindo análises químicas), após secagem *spray dryer*, dos protótipos obtidos a partir do caulim Amazon que foram submetidos posteriormente aos testes de aplicação no papel. A relação total dos dados de processo, desde a dispersão até o branqueamento / secagem, encontra-se no Anexo 5.

**Tabela 5.5: Propriedades óticas e análises químicas dos protótipos produzidos na planta piloto – 2ª Etapa**

<b>Protótipo</b>	<b>Alvura</b>	<b>Yellowness</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>	<b>% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>% TiO<sub>2</sub></b>
Branco 1	87,63	6,35	96,98	-0,54	3,57	1,74	0,97
Branco2	87,94	6,10	97,04	-0,52	3,41	1,73	0,96
ASMFH1	87,43	6,46	96,60	-0,41	3,58	1,72	0,78
ASMFH2	89,08	5,28	97,22	-0,46	2,97	1,68	0,64
ASH1	88,15	6,00	97,08	-0,51	3,37	1,69	0,88
ASH2	88,41	5,82	97,22	-0,50	3,27	1,64	0,87

## 5.5. Testes de aplicação no papel das amostras piloto da 2ª etapa

Para certificação dos testes realizados na planta piloto, os respectivos protótipos dos testes da 2ª etapa foram submetidos aos testes de aplicação no papel, segundo a metodologia e formulações descritas no item 4.4. Foram também aplicados ao papel, para efeito de comparação, os três produtos comerciais da Cadam S/A, de baixa, média e alta alvuras, Amazon Plus, Amazon Premium e Amazon SB, respectivamente. A tabela 5.6 mostra um resumo das propriedades óticas e análises químicas destes produtos.

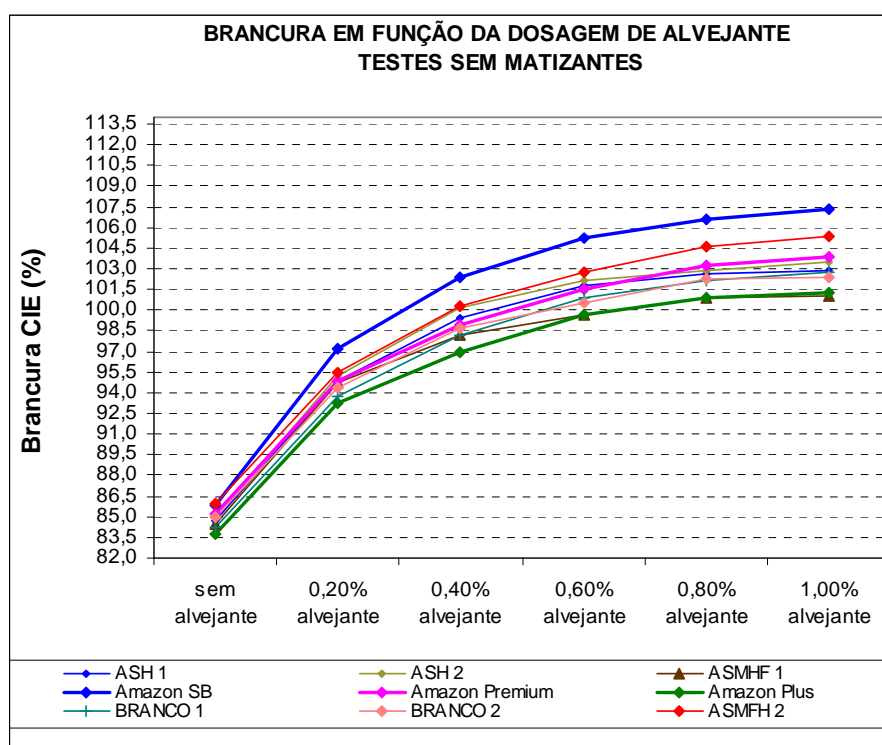
**Tabela 5.6: Propriedades óticas e análises químicas dos caulins comerciais da Cadam utilizados como padrões**

<b>Protótipo</b>	<b>Alvura</b>	<b>Yellowness</b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>	<b>% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>% TiO<sub>2</sub></b>
Amazon Plus	86,86	6,77	96,75	-0,42	3,74	1,72	0,98
Amazon Premium	88,20	5,35	96,90	-0,51	3,07	1,65	0,98
Amazon SB	89,30	3,95	96,99	-0,72	2,36	1,60	0,60

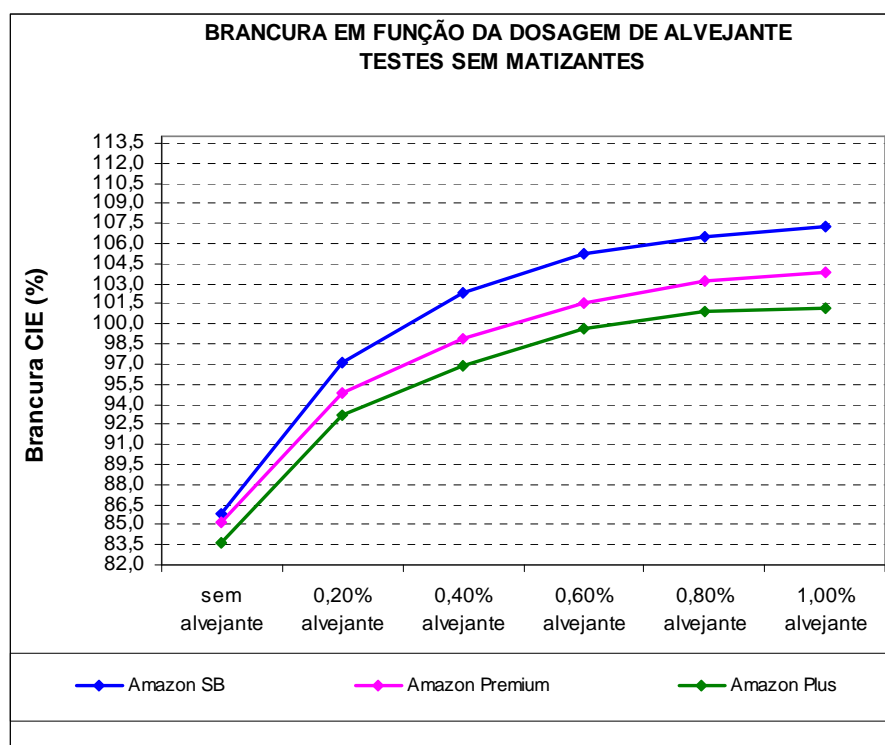
Inicialmente os matizantes azul e violeta não foram incluídos na formulação das tintas, para que se percebesse com mais clareza os efeitos de cada protótipo na brancura do papel, comparando-se entre si e contra os caulins padrão da Cadam. Após isto, efetuou-se outra aplicação, desta vez com os referidos matizantes, pois esta é a condição mais comum entre os fabricantes no mercado papeleiro. Nesta segunda aplicação utilizou-se só o protótipo ASMFH2, pois foi o único que propiciou alvura acima de 89,0, comparando-o contra os padrões Amazon SB e Amazon Premium.

As figuras 5.1 a 5.6 mostram as curvas de alveamento sem os matizantes azul e violeta para todos os protótipos e caulins comerciais da Cadam, e a figura 5.7 mostra a curva de alveamento com os matizantes para o protótipo ASMFH2 e os caulins comerciais Amazon Premium e Amazon SB.

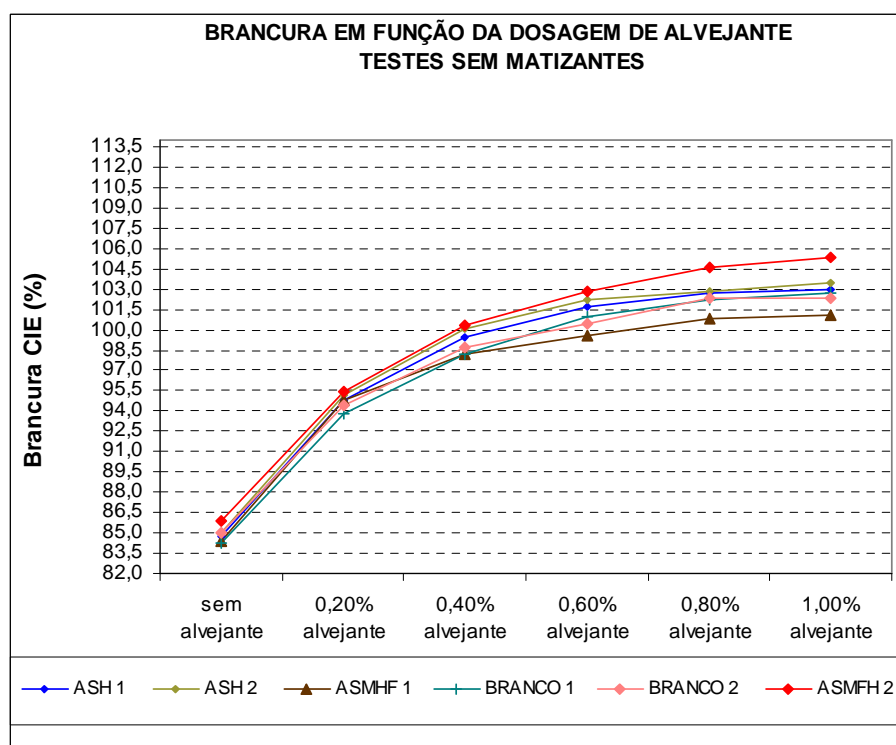
Obs.: Nas curvas de alveamento, considera-se como diferença significativa de brancura valores maiores ou iguais a 1,5.



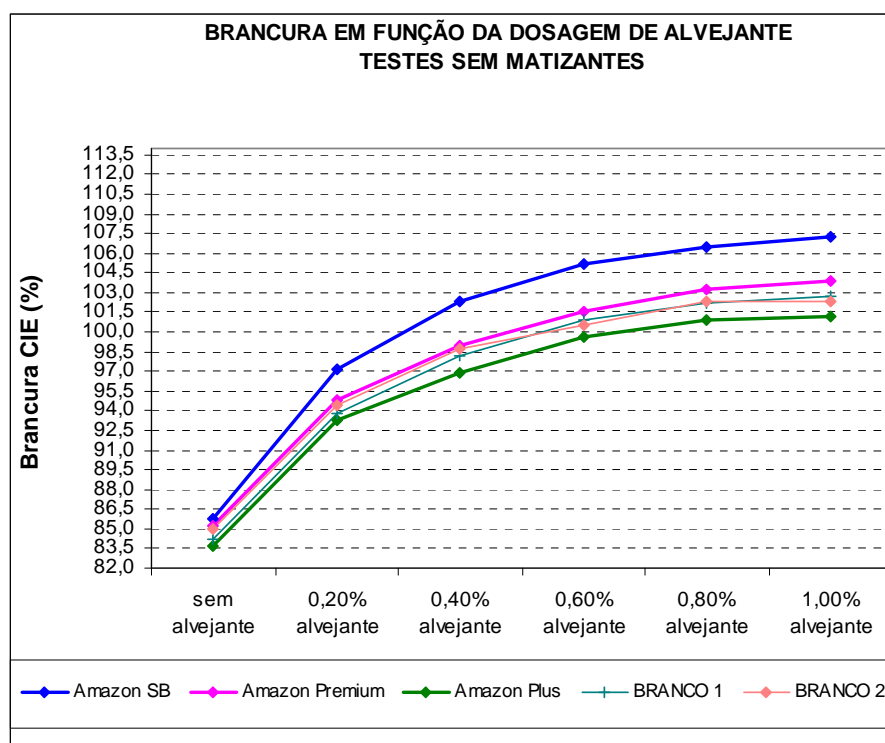
**Figura 5.1: Curvas de alveamento sem os matizantes – Todos os protótipos e caulins comerciais da Cadam juntos**



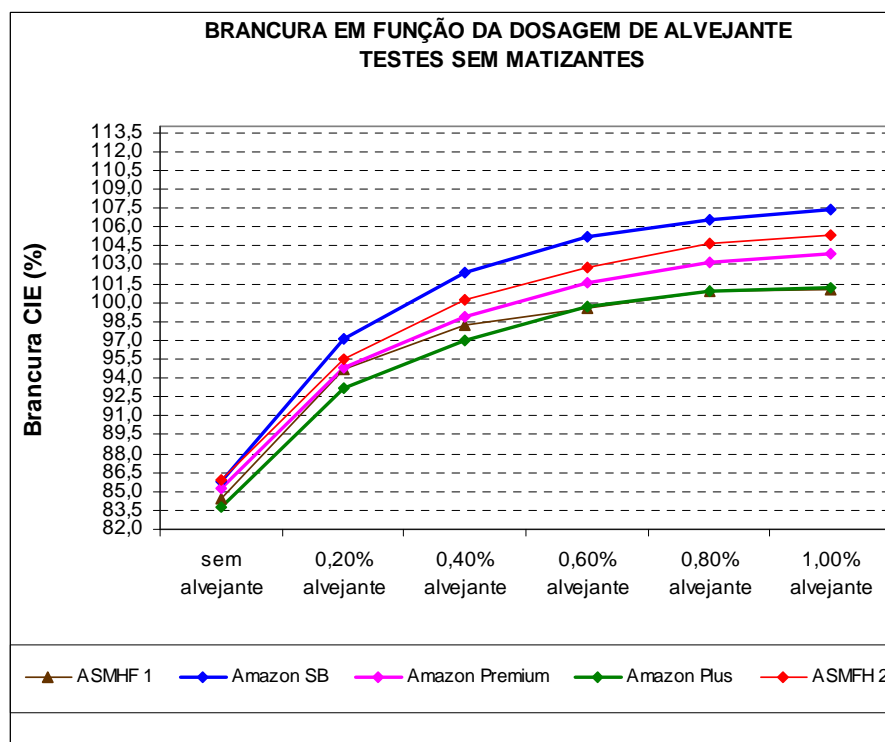
**Figura 5.2: Curvas de alveamento sem os matizantes – Só os caulins comerciais da Cadam**



**Figura 5.3: Curvas de alveamento sem os matizantes – Só os protótipos**

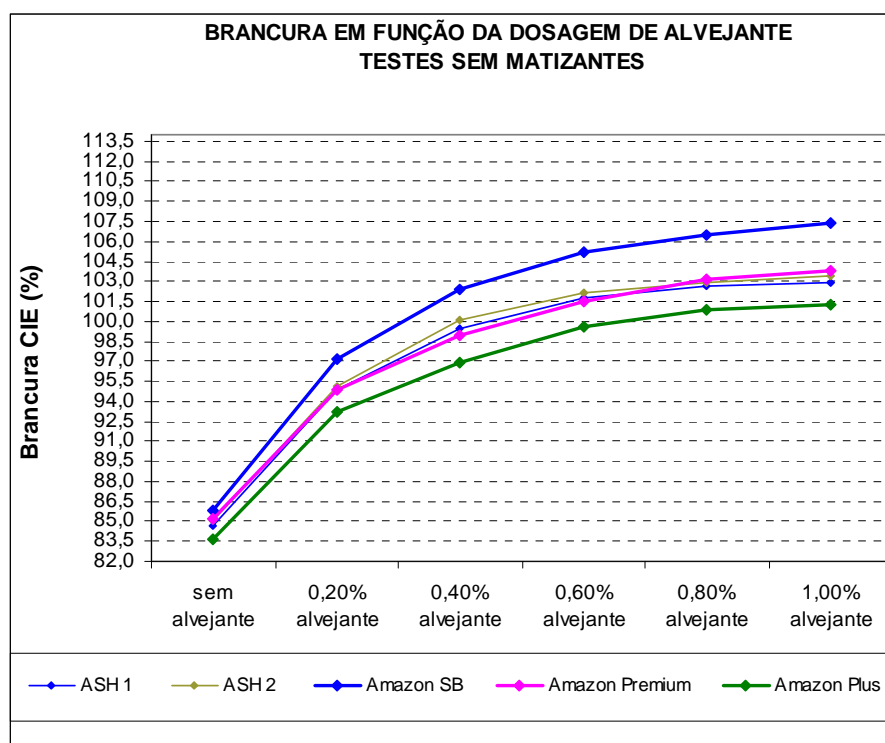


**Figura 5.4: Curvas de alveamento sem os matizantes – Protótipos Branco 1 e Branco 2 + caulins comerciais da Cadam**

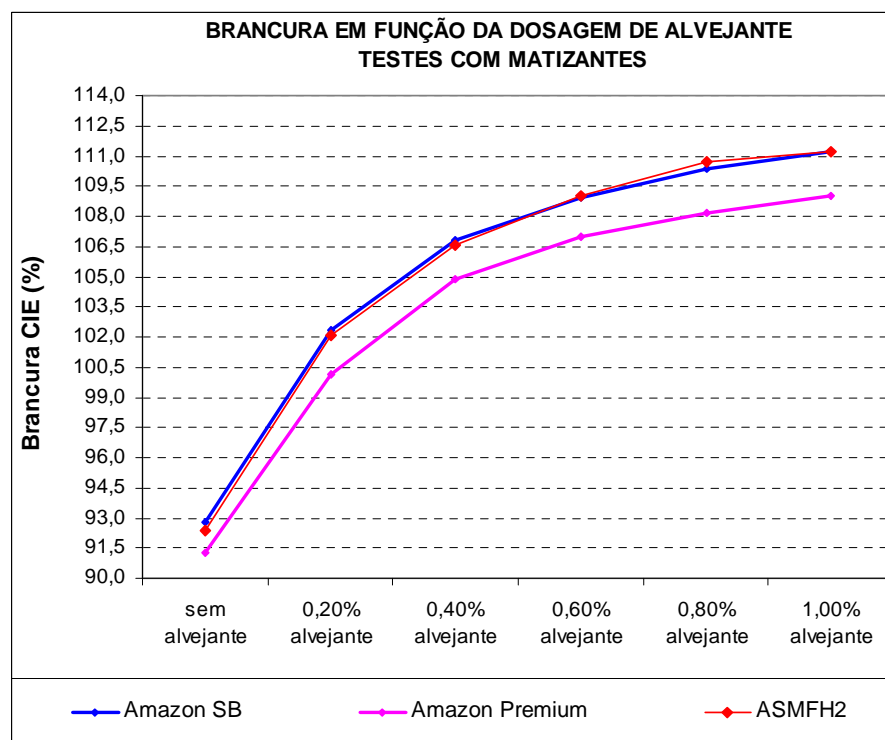


**Figura 5.5: Curvas de alveamento sem os matizantes – Protótipos ASMFH1 e ASMFH2 + caulins comerciais da Cadam**





**Figura 5.6: Curvas de alveamento sem os matizantes – Protótipos ASH1 e ASH2 + caulins comerciais da Cadam**



**Figura 5.7: Curvas de alveamento com os matizantes – Protótipo ASMFH2 + caulins comerciais da Cadam**

## 5.6. Discussão dos resultados

A provável explicação porque o primeiro conceito da agregação seletiva (testes da 1ª etapa) funcionou tão bem em bancada e praticamente não demonstrou efeito algum na planta piloto foi quanto ao tipo de centrifugação, pois o funcionamento da centrífuga de laboratório é totalmente diferente da centrífuga piloto.

Na centrífuga de laboratório a polpa fica em regime estático, e aí o fenômeno da agregação seletiva ocorreu perfeitamente, sem interferências. Os agregados de  $\text{TiO}_2$  permaneceram firmes e, devido à alta força centrífuga (aprox. 4400 G), foram arremessados ao fundo da garrafa, separando-se da polpa. Desta forma, caulins que tinham alvura inicial em torno de 70 conseguiram chegar a 90 facilmente após a conclusão do beneficiamento, como pode-se ver no Anexo 2.

Já na centrífuga piloto a situação é bem diferente. A polpa não permanece estática, pois a centrifugação é contínua e com alta vazão, o que causa um fluxo turbulento na polpa, fazendo com que os agregados voltem a se desfazer e conseqüentemente saírem pelo produto fino, o que praticamente neutraliza o efeito da agregação seletiva. O problema a ser resolvido então era o de tentar obter um agregado que tivesse consistência suficiente para vencer a turbulência da centrífuga piloto, mantendo a sua integridade e com massa suficientemente grande para ser eliminado pelo rejeito grosseiro.

Foi exatamente este o objetivo perseguido pelos testes da 2ª etapa. O hidroxamato serviria exatamente como uma espécie de “cola” entre as partículas de  $\text{TiO}_2$  e a magnetita ou entre o  $\text{TiO}_2$  e as partículas já existentes de hematita e de goethita na polpa. O esperado é que o hidroxamato tivesse força ligante suficiente para preservar os agregados, fazendo com que estes saíssem no rejeito grosseiro da centrifugação, mas isso não aconteceu exatamente da forma como se esperava.

Nos testes de bancada (Anexo 4), nos quais se adicionou só o hidroxamato sem passar pela separação magnética, percebe-se que até ocorreu algum grau de agregação seletiva, pois houve um certo ganho de alvura em relação ao Branco 1 (com exceção do Amazon, que não demonstrou ganho algum), porém este ganho ficou muito aquém do objetivo inicial, que era de produzir um caulim de alta alvura a partir de caulins de baixa alvura. Nos testes só com hidroxamato e que passaram pela separação magnética a efetividade deste processo foi ainda menor, sendo que o único que demonstrou um pequeno ganho de alvura em relação ao respectivo Branco 2 foi o caulim duro de Nanaí Norte.

Logo, conclui-se que só a adição de hidroxamato não foi suficiente para se obter resultados significativamente melhores que os testes em branco, e principalmente em atingir o objetivo principal deste estudo, que é o de produzir caulins de alta alvura a partir de caulins de baixa alvura. Porém, nos testes em que o hidroxamato foi adicionado junto com a magnetita (*magnetic fluid*), os resultados foram bem diferentes.

Nos testes sem separação magnética, percebe-se que a alvura, tanto do fino da centrífuga quanto do produto final, ficou com valor bem inferior ao dos testes em branco para os 3 caulins estudados. Isto indica, sem sombra de dúvida, que a magnetita não foi eliminada no rejeito da centrifugação como seria o esperado, e sim continuou no produto fino, contaminando ainda mais os caulins e, conseqüentemente, decrescendo o valor das respectivas alvuras. Isto ocorreu pelo fato desta ser extremamente fina, da mesma ordem de grandeza dos outros contaminantes, e mesmo que os agregados tenham sido formados, estes também não foram suficientemente grosseiros e pesados para saírem na centrifugação.

Este fato foi totalmente confirmado quando foram realizados os testes com separação magnética, pois nestes tanto a alvura do produto não magnético quanto do produto final foram superiores aos testes em branco (com exceção ao caulim duro de Capim 1, que não apresentou qualquer ganho). Isto indica claramente que os agregados foram formados, não eram grosseiros o suficiente para serem retirados na centrifugação mas foram retirados na separação magnética, pelo fato da magnetita ser extremamente

susceptível a esta operação unitária. Se não houvessem estes pequenos agregados, com certeza não haveria nenhum ganho na separação magnética, apenas a magnetita seria retirada e a alvura final seria muito próxima a do teste Branco 2.

Ao final dos testes em bancada, ainda restara uma dúvida: como a rotação da centrífuga do laboratório nos testes da 2ª etapa era inferior à da utilizada nos testes da 1ª etapa, sendo 2500 G e 4400 G, respectivamente, ficou a dúvida que, se por acaso houvesse uma centrifugação mais eficiente, estes agregados poderiam ser então retirados na centrifugação, não sobrando nada para ser retirado na separação magnética. A única forma de se eliminar esta dúvida seria fazendo testes na planta piloto, nos quais a centrífuga atinge cerca de 5000 G. Porém, ao final dos testes piloto, as conclusões foram muito parecidas às obtidas nos testes de bancada, com apenas algumas diferenças.

Nos testes só com hidroxamato houve um pequeno ganho de alvura em relação aos testes em branco, seja com ou sem separação magnética (cerca de 0,5 ponto de alvura), mas novamente não foi atingida a alvura requerida mínima de 89,0. Houve retirada de  $\text{TiO}_2$ , como mostrado na tabela 5.5, mas não o suficiente para atingir os níveis do produto de alta alvura, o Amazon SB (em torno de 0,6%), mas sim os do produto de alvura média, o Amazon Premium (entre 0,8 a 0,9%). Este fato é confirmado na aplicação do papel (figura 5.6), na qual percebe-se que os dois protótipos ASH1 e ASH2 apresentaram curvas muito próximas ao Amazon Premium, e longe do Amazon SB.

Nos testes com hidroxamato + magnetita, a amostra que não passou no separador magnético apresentou alvura um pouco inferior ao Branco 1, indicando que ainda havia magnetita na polpa, porém desta vez a alvura não foi tão baixa como nos testes de bancada. De fato, na tabela 5.5 percebe-se que o teor de  $\text{TiO}_2$  do protótipo ASMFH1 é inferior ao do Branco 1, e inclusive inferior aos protótipos ASH1 e ASH2, o que demonstra que uma parte da magnetita foi realmente retirada no rejeito da centrifugação, transportando uma parte do  $\text{TiO}_2$ , mas que ainda sobrou uma quantidade suficiente para diminuir a alvura final do protótipo, fato comprovado também através da

aplicação no papel, no qual o protótipo ASMFH1 apresentou brancura inferior ao Branco 1 (figura 5.5).

Logo, conclui-se que, mesmo com a rotação maior da centrífuga vertical, esta não é suficiente para retirar todos os agregados de magnetita-hidroxamato-TiO<sub>2</sub>, e portanto torna-se necessária a aplicação de separação magnética para complementar este processo. Ao passar-se então a referida polpa pela separação magnética (protótipo ASMFH2), percebe-se claramente que a quantidade remanescente de magnetita foi retirada, transportando mais uma parte do TiO<sub>2</sub>, pelo fato deste protótipo ter atingido tanto níveis de alvura como de teor de TiO<sub>2</sub> compatíveis ao Amazon SB.

Na aplicação do papel sem os matizantes (figura 5.1), este foi o protótipo que mais se aproximou do Amazon SB, ficando numa posição intermediária entre este e o Amazon Premium. Ao aplicar-se, porém, os matizantes (figura 5.7), que seria a condição real de aplicação no papel, a curva deste protótipo foi praticamente coincidente à do Amazon SB, e portanto pode-se dizer que este protótipo atingiu o objetivo deste estudo, pelo menos com relação à qualidade final do protótipo.

Na análise econômica, porém, este processo não se mostrou tão satisfatório quanto o foi em termos da performance do produto, como já comentado acima. Utilizando os atuais custos da floculação seletiva (atual processo para obtenção de produtos de alta alvura) da Cadam S/A como referência para comparação, percebe-se que os custos do processo proposto nos testes da 2ª etapa superam o atual processo em 73%, o que é um aumento considerável (como os produtos NSK100 e NSK200 foram cotados em dólar americano, no cálculo econômico considerou-se a cotação do dólar do dia 17/10/2008, sendo de 1 US\$ = 2,11 R\$).

A tabela 5.6 mostra os cálculos realizados, comparando apenas as diferenças entre os insumos químicos utilizados em cada processo (foram eliminados do cálculo insumos que têm o mesmo consumo nos dois processos, como o hidrossulfito de sódio, por exemplo). Por motivo de confidencialidade de informações, alguns números na tabela estão ocultos para salvaguardar os interesses da Cadam S/A.

**Tabela 5.7: Cálculos econômicos comparativos entre o atual processo da Cadam e o proposto nos testes da 2ª etapa.**

<b>Valores típicos de recuperação por estação - Base seca</b>		
<b>Estações</b>	<b>Amazon SB (atual)</b>	<b>Amazon SB (ASMFH2)</b>
Blunger	99,0%	99,0%
Desareamento	92,5%	92,5%
Floc. Seletiva	60,0%	
Condicionamento		100,0%
Centrifugação 1ª	83,0%	60,0%
Centrifugação 2ª		
Separação Magnética		95,0%
Branqueamento	100,0%	100,0%
Filtragem rotativa	99,5%	99,5%
Evaporador	100,0%	100,0%
Spray dryer	99,4%	99,4%
<b>Global</b>	<b>45,1%</b>	<b>51,6%</b>
<b>Análise econômica Processo atual x Magnetic fluid</b>		
Consumo hexa (kg/talqual/t)	1,68	2,20
Consumo poliacrilato (kg/talqual/t)	4,0	-
Consumo NaOH (kg/talqual/t)	1,68	-
Consumo H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (kg/talqual/t)	1,00	-
Consumo polímero (kg/talqual/t)	0,02	-
Consumo surfactante (kg/talqual/t)	0,03	-
Consumo NSK100 (kgseco/t)	-	0,75
Consumo NSK200 (kgseco/t)	-	1,00
<b>Total hexa (kg/talqual)</b>		
<b>Total poliacrilato (kg/talqual)</b>		-
<b>Total NaOH (kg/talqual)</b>		-
<b>Total H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (kg/talqual)</b>		-
<b>Total polímero (kg/talqual)</b>		-
<b>Total surfactante (kg/talqual)</b>		-
<b>Total NSK100 (kg/talqual)</b>	-	
<b>Total NSK200 (kg/talqual)</b>	-	
Preço hexa (R\$/kg/talqual)		
Preço poliacrilato (R\$/kg/talqual)		-
Preço NaOH (R\$/kg/talqual)		-
Preço H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (R\$/kg/talqual)		-
Preço polímero (R\$/kg/talqual)		-
Preço surfactante (R\$/kg/talqual)		-
Preço NSK100 (R\$/kgseco)	-	
Preço NSK200 (R\$/kgseco)	-	
<b>Custo hexa (R\$)</b>	<b>13,52</b>	<b>15,47</b>
<b>Custo poliacrilato (R\$)</b>	<b>24,82</b>	
<b>Custo NaOH (R\$)</b>	<b>4,53</b>	
<b>Custo H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (R\$)</b>	<b>1,31</b>	
<b>Custo polímero (R\$)</b>	<b>0,77</b>	
<b>Custo surfactante (R\$)</b>	<b>0,91</b>	
<b>Custo NSK100 (R\$)</b>		<b>27,37</b>
<b>Custo NSK200 (R\$)</b>		<b>36,49</b>
<b>Custo total (R\$/t)</b>	<b>45,86</b>	<b>79,33</b>
<b>Custo total (US\$/t)</b>	<b>21,74</b>	<b>37,60</b>

Como já dito acima, a tabela 5.6 mostra apenas os cálculos realizados comparando as diferenças entre os insumos químicos utilizados em cada processo. Esta é uma maneira simplificada para se fazer esta comparação, pois não estão considerados nestes cálculos alguns ganhos de custo (benefícios) que o processo proposto nos testes da 2ª etapa poderá proporcionar, tais como:

- Aumento da reserva, pois atualmente só se utiliza minério de alta alvura para a produção deste produto, o que obviamente aumenta o custo de mineração e limita a sua produção anual total;
- Provável diminuição da taxa de insucesso do processo, pois atualmente a floculação seletiva tem uma taxa relativamente grande de insucesso (em torno de 40%), o que obviamente aumenta o custo de produção por tonelada de produto final.

Caso se pudesse quantificar estes benefícios, certamente a diferença de custo entre os processos diminuiria, tornando-o mais próximo da viabilidade, porém, cabe ressaltar que estes testes devem ser considerados como preliminares, e que este processo obviamente não está otimizado.

Foram realizados também cálculos econômicos caso se realizasse a agregação seletiva após a centrifugação, retirando toda a magnetita e conseqüentemente o  $TiO_2$  na separação magnética, e aí o custo total diminuiria para R\$ 53,78 / tonelada (US\$ 25,49 / tonelada), caindo para 17% de aumento de custo em relação à floculação seletiva, o que praticamente pode-se dizer que o processo já seria viável, mas que pode melhorar ainda mais ao se considerar os benefícios descritos acima, porém estes testes serão realizados posteriormente para a confirmação de sua efetividade.

## 6. CONCLUSÕES

Após a execução dos testes de bancada e planta piloto, realizados nas 1ª e 2ª etapas, chega-se às seguintes conclusões:

- O fenômeno da agregação seletiva das partículas de  $\text{TiO}_2$ , obtido pela adição de excesso de dispersantes, como realizado nos testes da 1ª etapa, somente ocorre com sucesso quando a polpa de caulim permanece em estado estático. Caso a polpa seja submetida a alguma forma de turbulência, os agregados de  $\text{TiO}_2$  se desfazem e o processo é revertido. Isto ocorre porque o mecanismo de agregação das partículas de  $\text{TiO}_2$  neste processo (compressão da dupla camada elétrica do  $\text{TiO}_2$  gerada pela alta anionicidade do poliacrilato de sódio, com conseqüente atração pela força de van de Waals ) resulta num agregado de baixa estabilidade, que se desfaz facilmente.
- Esta é a causa porque este processo funcionou perfeitamente na centrífuga de laboratório, na qual a polpa fica num recipiente semelhante a uma garrafa, sem qualquer movimentação, e praticamente não obteve resultado nos testes da 1ª etapa quando realizados na centrífuga vertical, pois dentro desta a polpa é submetida a uma forte turbulência, gerada pela alta vazão e pela respectiva configuração interna. Estes dois fatores fizeram com que os agregados se desfizessem e saíssem pelo produto fino da centrífuga, juntamente com o caulim aproveitável, ao invés de serem eliminados pelo rejeito.
- O desafio de se conseguir um agregado estável o suficiente para vencer a turbulência da centrífuga vertical foi vencido com o novo mecanismo de agregação seletiva, realizado nos testes da 2ª etapa. Neste novo mecanismo o objetivo não foi mais promover a agregação das partículas de  $\text{TiO}_2$  entre si, mas sim entre estas e partículas de uma magnetita modificada quimicamente que foi adicionada à polpa. A agregação entre as mesmas se deu pela adição de uma outra substância química, o hidroxamato de sódio, que se comportou como uma espécie de ponte entre as mesmas (ligante).
- A princípio, tentou-se retirar estes agregados por centrifugação, mas, devido à granulometria muito fina da magnetita, até mesmo na centrífuga vertical, que tem força centrífuga bastante alta (em torno de 5000 G), isto não foi possível, e os



agregados foram eliminados apenas parcialmente. Uma parte significativa prosseguiu no produto fino, e só foi retirada na etapa da separação magnética. A somatória destas duas retiradas da magnetita (e conseqüentemente do  $\text{TiO}_2$ ) conseguiu gerar um produto com alvura e % $\text{TiO}_2$  compatíveis com o produto de alta alvura da Cadam S/A (Amazon SB).

- Pode-se se dizer que este protótipo atingiu o objetivo deste estudo, que era o de desenvolver um processo que produzisse produto de alta alvura a partir de um minério de baixa (ou no máximo média) alvura. Considerando as atuais instalações da Cadam S/A, para se implantar este processo seriam necessários investimentos em pelo menos um separador magnético e um ou dois condicionadores.
- Nos testes nos quais se adicionou apenas o hidroxamato, cujo objetivo era o de gerar um agregado entre as partículas de  $\text{TiO}_2$  e as partículas de hematita e/ou goethita pré-existentes no caulim, com o hidroxamato novamente na função de ligante entre as partículas, os resultados não foram satisfatórios, ocorrendo apenas uma pequena retirada do  $\text{TiO}_2$ , o que não foi suficiente para se atingir a alvura e % $\text{TiO}_2$  especificada.
- Com relação à viabilidade econômica do processo, os números obtidos não podem ser considerados excelentes, pois o seu custo ficou 73% acima do processo atual utilizado na Cadam. Porém, fazendo-se a agregação seletiva após a etapa de centrifugação, com conseqüente retirada da magnetita na etapa de separação magnética, o processo passa a ser considerado viável, ficando apenas 17% acima do atual.
- Cabe ressaltar também que os resultados obtidos neste trabalho são só preliminares, e que uma etapa de otimização torna-se necessária; logo, do ponto de vista de resultados não otimizados, pode-se dizer que os mesmos foram satisfatórios e são encorajadores para uma possível continuação deste trabalho.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Confirmar a efetividade deste processo, testando todos os tipos conhecidos de minérios de baixa e média alvura da Cadam S/A e da PPSA (teste de variabilidade).
- Efetuar mais testes, alterando o local da agregação seletiva, realizando-a após a centrifugação, visto que a centrifugação não foi eficiente para eliminar todo o produto. Caso este teste obtenha sucesso, o consumo total de reagentes diminuirá, reduzindo o custo total do processo drasticamente.
- Após a realização dos testes com a agregação seletiva após a centrifugação, realizar testes de otimização do consumo de reagentes, alterando a proporção utilizada neste estudo.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) Bristow, C.M., **“Kaolin deposits of the United Kingdom of Great Britain and northern Ireland – Proc. Symposium I – Kaolin deposits of the world”**, Geol. Congr., vol 15, Academic, Prague, 1969.
- 2) Criscuolo, Paulo Sérgio Rueda, **“Estudos de aproveitamento do caulim duro através do processo de agregação seletiva.”** – Relatório Interno VALE, Junho/2004.
- 3) Criscuolo, Paulo Sérgio Rueda, **“Estudos de aproveitamento do caulim duro através do processo de agregação seletiva e centrifugação em alto G – Testes Piloto.”** – Relatório Interno VALE, Janeiro/2005.
- 4) Criscuolo, Paulo Sérgio Rueda, N., US Patent 2006/0186024A1 **“Method for processing fine kaolin”**, publicada em 24/08/2006 nos EUA, ou patente PI 0500403-9 A **“Método de beneficiamento de caulins finos”**, publicada em 12/09/2006 no Brasil .
- 5) Farkas, Celso, **“Curso sobre aplicações em colorimetria e aparência na indústria”**, Tecnocor Serviços S/C Ltda, 2003.
- 6) Gardolinski, J.E.; Wypych, F.; Cantão, M.P., **“Esfoliação e hidratação da caulinita após intercalação com uréia”**, Química Nova, vol 24, n<sup>o</sup> 6, 761-767, 2001.
- 7) Larroyd, Fábio, **“Separação caulinita-dióxido de titânio por floculação seletiva: mecanismo, seletividade e aplicação no caulim do Rio Jari (AP)”** – Tese de doutorado, UFRGS, 2001.
- 8) Leung, Wallace Woon-Fong, **“Industrial centrifugation technology”**, McGraw-Hill Companies, Inc, 1998.

- 9) Lins, Fernando Freitas; Adamian, Rupen, **“Minerais coloidais, Teoria DLVO estendida e Forças estruturais”** – Série Tecnologia Mineral, CETEM, 2000.
- 10) Luz, Adão Benvindo da; Chaves, Arthur Pinto, **“Tecnologia do caulim: ênfase na indústria de papel”** – Série Rochas e Minerais Industriais, CETEM, 2000.
- 11) Mathur, S.; Singh, P.; Moudgil, B.M., **“Advances in selective flocculation technology for solid-solid separations”** – International Journal of Mineral Processing, 58, 2000.
- 12) Maynard, R.N.; Skipper, C.; Millman, N., US Patent 3,371,988 **“Method of beneficiating clay by removal of titanium impurities”** – 1968.
- 13) Murray, Haydn H., **“Clay”**, Paper Coating Pigments – Tappi Press, Atlanta (GA), 1984.
- 14) Murray, Haydn H., **“Major Kaolin Processing Developments”**, International Journal of Mineral Processing, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1980.
- 15) Petter, Carlos Otávio, **“Colorimetria aplicada”**, Curso oferecido pelo Laboratório de Processamento Mineral, UFRGS, 2007.
- 16) Popson, S.J.; Malthouse, D.D., **“Measurement and control of the optical properties of paper”**, Second Edition, Technidyne Corporation, 1996.
- 17) Ravina, Louis; Moramarco, Nicholas, **“Everything you want to know about Coagulation & Flocculation...”** – Zeta-Meter, Inc, 1993.
- 18) Sabedot, Sydney, **“O uso de espectro-colorimetria para a seletividade na lavra e o tratamento de caulins da jazida Morro do Felipe (AP)”**, Dissertação de Mestrado, UFRGS, 1997.
- 19) Silva, Sebastião Pereira da, **“Caulim”**, Balanço Mineral Brasileiro, 2001.

- 20) Simonetti, Georgio, **“Capim 1 – Geologia e Mineração.”** – Relatório Interno PPSA, 2006.
- 21) Simonetti, Georgio, **“Morro do Felipe – Geologia e Mineração.”** – Relatório Interno CADAM S/A, 2006.
- 22) **“TAPPI T 534 om-03 Brightness of clay and other mineral pigments (d/0 diffuse)”**, TAPPI procedure, 2003.
- 23) **“TAPPI T 452 om-02 Brightness of pulp, paper, and paperboard (directional reflectance at 457 nm)”**, TAPPI procedure, 2002.
- 24) **“TAPPI T 1216 sp-03 Indices for whiteness, yellowness, brightness and luminous reflectance factor”**, TAPPI procedure, 2003.
- 25) **“Yellowness Indices”**, Insight on Color, Application Notes, Hunter Lab, 1996.

# **ANEXO 1**

$\lambda$ (nm)	$R(\lambda)$	SD65,10	x	y	z	kx	ky	kz	$\Sigma(RSx)$	$\Sigma(RSy)$	$\Sigma(RSz)$
400	86,15	82,8	0,0191	0,0020	0,0860	1,581	0,166	7,121	136,24	14,27	613,46
420	87,91	93,4	0,2045	0,0214	0,9725	19,100	1,999	90,832	1679,11	175,71	7985,00
440	89,37	104,9	0,3837	0,0621	1,9673	40,250	6,514	206,370	3597,15	582,18	18443,27
460	90,83	117,8	0,3023	0,1282	1,7454	35,611	15,102	205,608	3234,54	1371,71	18675,39
480	91,39	115,9	0,0805	0,2536	0,7721	9,330	29,392	89,486	852,66	2686,16	8178,16
500	92,02	109,4	0,0038	0,4608	0,2185	0,416	50,412	23,904	38,25	4638,87	2199,64
520	89,91	104,8	0,1177	0,7618	0,0607	12,335	79,837	6,361	1109,04	7178,11	571,95
540	90,72	104,4	0,3768	0,9620	0,0137	39,338	100,433	1,430	3568,74	9111,26	129,76
560	91,31	100	0,7052	0,9973	0,0000	70,520	99,730	0,000	6439,18	9106,35	0,00
580	91,78	95,8	1,0142	0,8689	0,0000	97,160	83,241	0,000	8917,38	7639,82	0,00
600	92,14	90	1,1214	0,6583	0,0000	100,926	59,247	0,000	9299,32	5459,02	0,00
620	92,51	87,7	0,8563	0,3981	0,0000	75,098	34,913	0,000	6947,27	3229,84	0,00
640	92,73	83,7	0,4316	0,1798	0,0000	36,125	15,049	0,000	3349,86	1395,52	0,00
660	92,95	80,2	0,1526	0,0603	0,0000	12,239	4,836	0,000	1137,57	449,51	0,00
680	93,06	78,3	0,0409	0,0159	0,0000	3,202	1,245	0,000	298,02	115,86	0,00
700	93,14	71,6	0,0096	0,0037	0,0000	0,687	0,265	0,000	64,02	24,67	0,00
					k=	0,171	0,172	0,170	86,73	91,31	96,60
									X	Y	Z

## **ANEXO 2**



## Resultados dos 9 planos de trabalho dos testes em bancada da 1ª etapa

### 1º Plano de Trabalho

pH	Dispersante	% sól	pH	Excesso	Alvura		Yellow		a*		b*	
					< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
Branco	Poliacrilato	40	7,51	-	70,21	86,92	11,07	6,34	4,2	0,1	3,8	3,4
Natural	Hexa	40	7,35	150%	68,34	79,00	12,06	11,45	4,4	1,9	4,2	5,4
	Silicato	40	11,19	150%	66,04	83,83	12,58	7,96	4,7	0,5	4,2	4,0
	Poliacrilato	40	7,50	300%	70,26	85,43	10,98	7,14	4,1	0,1	3,8	3,8
	Hexa + silicato	40	8,92	200%	67,68	78,75	12,34	11,09	4,6	1,5	4,2	5,2
	Hexa + poliacrilato	40	7,44	150%	68,93	80,56	11,52	10,25	4,4	1,4	3,9	4,8
	Silicato + poliacrilato	40	9,85	100%	70,09	84,55	11,03	7,76	4,2	0,3	3,8	4,0
Ajustado para 10	Hexa	40	10,04	150%	68,07	77,44	12,08	11,56	4,5	2,6	4,1	5,0
	Silicato	40	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Poliacrilato	40	10,06	300%	70,64	83,93	11,04	7,84	4,1	0,2	3,8	4,1
	Hexa + silicato	40	10,76	200%	66,88	81,49	12,33	9,43	4,7	1,1	4,2	4,5
	Hexa + poliacrilato	40	10,01	150%	68,20	82,89	11,69	9,02	4,5	0,5	3,9	4,6
	Silicato + poliacrilato	40	10,87	100%	67,44	83,93	12,28	7,97	4,6	0,7	4,2	3,9

		Ganho	Alv.final
Branco	Poliacrilato	16,71	86,92
Natural	Hexa	10,66	79,00
	Silicato	17,79	83,83
	Poliacrilato	15,17	85,43
	Hexa + silicato	11,07	78,75
	Hexa + poliacrilato	11,63	80,56
	Silicato + poliacrilato	14,46	84,55
Ajustado para 10	Hexa	9,37	77,44
	Silicato	-	-
	Poliacrilato	13,29	85,30
	Hexa + silicato	14,61	81,49
	Hexa + poliacrilato	14,69	82,89
	Silicato + poliacrilato	16,49	83,93

#### Conclusões:

- Nenhum resultado foi melhor que o teste em branco.
- O melhor resultado foi com poliacrilato.
- Como o a\* cai muito e o b\* nada, conclui-se que o ferro está sendo retirado mas não o titânio.
- Por este teste o pH escolhido é o natural, visto que o ajuste não surtiu nenhuma melhoria significativa.

### 2º Plano de Trabalho

Teor sólidos	pH	Excesso	Alvura		Yellow		a*		b*	
			< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
Rota ipixuna (40%)	-	-	70,85	84,51	10,85	7,88	4,1	0,4	3,8	4,0
Rota ipixuna (30%)	-	-	70,94	85,53	10,77	7,34	4,1	0,2	3,7	3,9
Rota ipixuna (25%)	-	-	70,87	85,72	10,82	7,09	4,1	0,1	3,7	3,7
40%	8,37	300%	70,14	85,83	10,95	7,04	4,2	0,2	3,8	3,7
30%	8,30	300%	70,23	87,04	10,74	6,15	4,2	0,1	3,6	3,2
25%	8,39	300%	70,32	86,58	10,81	6,26	4,2	0,1	3,7	3,3
40%	10,00	300%	70,41	85,69	10,82	6,82	4,1	0,2	3,7	3,6
30%	10,01	300%	70,48	87,09	10,95	5,98	4,1	0,1	3,8	3,2
25%	10,02	300%	70,68	88,68	10,81	5,06	4,1	0,0	3,7	2,7

#### Conclusões:

- O resultado da agregação seletiva desta vez mostrou-se melhor que o teste em branco.
- Baixando o teor de sólidos, o resultado melhora muito, inclusive da rota ipixuna.
- O pH só influenciou significativamente a 25 % sólidos.

### 3º Plano de Trabalho

Teor sólidos	pH	Base	Rec	Alvura		Yellow		a*		b*	
				< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
40%	10	barrilha	84,1%	70,75	85,21	10,87	7,54	4,2	0,4	3,7	3,9
40%	10	soda	84,0%	70,84	85,81	10,86	7,13	4,1	0,2	3,7	3,7
40%	12	soda	86,2%	70,53	85,54	10,91	7,01	4,2	0,2	3,7	3,7
25%	10	barrilha	81,9%	70,47	87,64	10,91	5,63	4,2	0,1	3,7	3,0
25%	10	soda	83,2%	70,82	87,50	10,81	5,65	4,1	0,0	3,7	3,0
25%	12	soda	84,0%	70,64	<b>88,30</b>	10,84	<b>5,13</b>	4,1	<b>0,0</b>	3,7	<b>2,7</b>
40% (0,5 kg/t surfac.)	10	soda	82,9%	70,63	86,60	11,03	6,48	4,1	0,2	3,8	3,4
40% (1 kg/t surfac.)	10	soda	83,7%	70,76	85,46	10,87	6,98	4,1	0,3	3,8	3,6
40% (2 kg/t surfac.)	10	soda	77,8%	70,65	86,23	11,02	6,54	4,1	0,3	3,8	3,3
40% (3 kg/t surfac.)	10	soda	79,2%	70,93	86,77	10,96	6,25	4,1	0,2	3,8	3,2
25% (0,5 kg/t surfac.)	10	soda	84,0%	70,61	87,71	10,92	5,59	4,1	0,1	3,8	2,9
25% (1 kg/t surfac.)	10	soda	80,6%	70,90	87,77	10,89	5,52	4,1	0,1	3,8	2,9
25% (2 kg/t surfac.)	10	soda	80,8%	70,73	87,38	10,85	5,82	4,1	0,1	3,8	3,0
25% (3 kg/t surfac.)	10	soda	81,9%	70,74	87,40	10,93	5,78	4,1	0,1	3,8	3,0
25%(1 kg/t surfac.) del	10	soda	94,5%	70,52	84,28	10,97	7,87	4,2	0,5	3,8	4,0
25%(1 kg/t surfac.) del	10	soda	93,2%	70,52	84,35	10,97	7,86	4,2	0,5	3,8	4,1
25%(1 kg/t surfac.) del	10	soda	93,2%	70,52	84,87	10,97	7,49	4,2	0,2	3,8	3,9
25%(1 kg/t surfac.) del	10	soda	93,2%	70,52	84,96	10,97	7,44	4,2	0,2	3,8	3,9

hidro  
3 kg/t  
3 kg/t  
4 kg/t  
5 kg/t

#### Conclusões:

- O uso de barrilha não muda em nada o resultado, só que o consumo é bem maior que NaOH.
- Os resultados em pH 12 foram similares a pH 10 (o valor de 88,3 não se repetiu em outro teste mas repetiu-se na re-análise).
- Alguma condição especial aconteceu neste teste com pH 12 e também no teste com pH 10 do plano de trabalho anterior (alvura = 88,68) que não conseguimos reproduzir nos testes seguintes.
- O uso de surfactante só provocou melhoria com 40% sólidos (em torno de 1,0 ponto de alvura).
- o uso de delaminação como elemento causador de high shear antes da adição de poliácrlato não foi satisfatório, pois causa liberação excessiva de ferro ( e possivelmente de titânio) que não ode ser compensado pelo aumento do teor de hidro.

### 4º Plano de Trabalho

Teste	Condicionament	Rotação (primária)	Rotação (recent.)	Recup. centríf.	Alvura		Yellow		a*		b*		Sedigraph		
					< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	<2µm	<1µm	< 0,5µm
1	SEM	2000 rpm	-	82,2	69,49	84,41	11,07	7,68	4,3	0,3	3,8	4,0	100,0	99,4	96,4
2		2500 rpm	-	80,1	70,01	85,21	10,95	7,21	4,2	0,1	3,7	3,8	99,9	99,9	98,2
3		3000 rpm	-	79,8	69,43	85,48	11,07	6,95	4,3	0,1	3,7	3,7	100,0	100,0	97,6
4		3500 rpm	-	78,9	69,72	87,65	11,07	6,42	4,2	-0,1	3,8	3,5	100,0	100,0	98,9
5		4000 rpm	-	75,6	69,66	88,70	11,08	5,76	4,3	-0,1	3,8	3,1	99,8	99,8	99,0
6	COM	2000 rpm	-	87,2	69,98	86,05	11,06	7,41	4,3	0,0	3,8	3,9	99,8	99,4	96,7
7		2500 rpm	-	85,5	69,55	86,93	11,23	6,92	4,3	0,0	3,8	3,7	99,7	100,0	97,6
8		3000 rpm	-	84,1	68,66	87,16	11,69	6,51	4,5	-0,1	4,0	3,5	99,6	99,7	98,1
9		3500 rpm	-	80,0	69,12	88,15	11,66	6,01	4,4	-0,1	4,0	3,2	100,0	99,6	97,3
10		4000 rpm	-	75,7	70,04	<b>89,16</b>	11,22	4,89	4,2	-0,1	3,9	2,6	99,4	100,0	99,1
11	SEM	2000 rpm	4000 rpm	74,9	70,44	88,84	11,20	5,52	4,3	-0,1	3,9	3,0	99,6	100,0	99,4
12		2500 rpm	4000 rpm	71,3	70,09	88,69	11,29	5,56	4,3	-0,1	3,9	3,0	99,6	100,0	98,2
13		3000 rpm	4000 rpm	71,1	70,27	<b>89,07</b>	11,35	5,53	4,3	-0,1	3,9	3,0	99,6	99,9	99,1
14		3500 rpm	4000 rpm	70,8	70,46	<b>89,09</b>	11,11	5,43	4,2	-0,1	3,8	2,9	99,9	100,0	99,9
15		4000 rpm	4000 rpm	70,2	70,45	<b>89,08</b>	11,20	5,18	4,2	-0,1	3,9	2,8	99,7	100,0	99,3
16	COM	2000 rpm	4000 rpm	72,6	70,55	<b>89,61</b>	11,11	4,78	4,1	-0,1	3,9	2,6	99,9	100,0	99,4
17		2500 rpm	4000 rpm	76,5	70,44	88,20	11,21	5,70	4,2	0,0	3,9	3,1	100,0	100,0	99,6
18		3000 rpm	4000 rpm	74,9	70,91	88,90	11,05	5,20	4,1	-0,1	3,9	2,8	99,6	99,9	99,1
19		3500 rpm	4000 rpm	73,6	70,02	<b>89,80</b>	11,27	4,78	4,2	-0,1	3,9	2,6	99,7	100,0	99,7
20		4000 rpm	4000 rpm	70,9	70,39	<b>90,11</b>	11,18	4,38	4,2	-0,1	3,9	2,4	100,0	100,0	100,0
21	SEM	4000 rpm	-	74,6	70,73	87,53	10,85	5,53	4,1	0,0	3,7	2,9	99,2	99,2	99,1
22		4000 rpm	4000 rpm	69,0	69,72	87,99	10,99	5,23	4,3	0,0	3,7	2,8	99,5	99,8	99,3

#### Conclusões:

- O uso de condicionamento:
  - a) Aumenta a recuperação da centrifugação.
  - b) Aumenta a alvura em todos os casos (com ou sem recentrifugação).
  - c) Não afeta a distribuição granulométrica final significativamente.
- Sem condicionamento + recentrifugação, o aumento da rotação na centrifugação primária não aumenta significativamente a alvura final. Com condicionamento, o aumento da alvura final é maior.
- A agregação seletiva é fundamental para obter produto de alta alvura. Só centrifugação + recentrifugação em alto G não é suficiente.
- Os produtos gerados ficaram extremamente finos.
- O uso de recentrifugação obteve recuperações acima de 70%.

## 5º Plano de Trabalho

Teste	Hidróxido de cálcio	Dosagem (ppm)	Alvura		Yellow		a*		b*	
			< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
1	sim	100	71,05	83,84	10,86	8,10	4,1	0,4	3,7	4,1
2	sim	200	70,20	82,79	11,08	8,35	4,2	0,6	3,8	4,2
3	sim	500	70,69	83,80	10,88	8,18	4,2	0,6	3,7	4,1

Teste	Polímero Nalco	Dosagem (ppm)	Alvura		Yellow		a*		b*	
			< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
1	9602	5	69,69	84,15	11,17	8,05	4,3	0,4	3,8	4,1
2	alta cadeia	20	70,03	83,79	10,96	8,28	4,2	0,5	3,7	4,2
3	média carga	50	70,79	84,20	10,93	8,05	4,2	0,5	3,8	4,1
4	7872	5	70,35	82,86	11,11	8,74	4,2	0,9	3,8	4,2
5	média cadeia	20	70,38	82,97	11,12	8,67	4,2	1,0	3,8	4,2
6	baixa carga	50	70,57	80,92	11,03	9,41	4,2	1,8	3,8	4,2
7	9877	5	70,36	83,32	10,96	8,33	4,2	0,5	3,8	4,2
8	baixa cadeia	20	70,59	84,92	11,00	7,61	4,2	0,3	3,8	3,9
9	baixa carga	50	70,12	83,81	11,01	8,23	4,3	0,7	3,8	4,1

### Conclusões:

- O uso de hidróxido de cálcio não provocou nenhuma melhora no processo, inclusive promoveu piora.
- O uso dos polímeros Nalco também não trouxe nenhuma melhora ao processo.

## 6º Plano de Trabalho

Teste	Dispersante	Excesso %	Recup. centrif	Alvura		Yellow		a*		b*	
				< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
1	100%	300	63,6	70,19	<b>89,18</b>	11,03	4,11	4,2	0,0	3,8	2,2
2	poliacrilato	200	60,6	71,03	<b>89,43</b>	10,94	4,08	4,1	0,0	3,8	2,1
3		100	63,8	70,71	<b>89,03</b>	10,93	4,26	4,2	0,0	3,8	2,3
4	100%	300	61,8	70,15	88,26	10,91	4,84	4,3	0,0	3,7	2,6
5	silicato	200	67,0	70,53	88,42	10,92	4,80	4,2	0,0	3,8	2,6
6		100	60,0	70,17	88,79	10,85	4,38	4,2	0,0	3,7	2,3
7	50% poliacrilato	300	59,4	70,05	88,92	10,77	4,28	4,3	0,0	3,6	2,3
8	50% silicato	200	55,6	69,52	<b>89,54</b>	10,97	3,82	4,3	0,0	3,7	2,0
9		100	62,7	69,54	<b>89,60</b>	10,94	4,18	4,3	0,0	3,7	2,2

### Repeteco

8	50% poliacrilato	200	55,6	69,62	<b>89,35</b>	10,77	4,15	4,3	0,0	3,6	2,2
9	50% silicato	100	55,6	70,21	<b>89,52</b>	10,69	4,11	4,2	0,0	3,6	2,2

### Ultrassom

6	100% silicato	100	55,6	69,25	88,74	11,15	4,62	4,4	0,0	3,7	2,5
9	50% poli 50% sili	100	55,6	69,68	<b>89,50</b>	11,01	4,20	4,3	0,0	3,7	2,2

### Conclusões:

- O resultado com 100% de excesso de poliacrilato é compatível ao de 300%, portanto este pode ser reduzido.
- Silicato de sódio sozinho não traz bons resultados.
- A mistura poliacrilato + silicato de sódio foi efetiva mesma para 100% de excesso (foi o melhor resultado de todos)
- A utilização de ultrassom no condicionamento não causou nenhuma melhoria no processo (obteve os mesmos resultados dos testes sem ultrassom).

## 7º Plano de Trabalho

TESTE	AGREGAÇÃO SELETIVA	SURFACTANTE kg/ton	Recup. centrif	Alvura		Yellow		a*		b*	
				< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
1	50% poliacrilato	-	63,6	69,82	88,58	11,13	4,47	4,3	0,0	3,8	2,4
2	50% poliacrilato	0,5	60,6	69,86	89,04	11,07	4,48	4,3	0,0	3,8	2,4
3	25% poliacrilato	-	63,8	70,14	88,18	10,89	5,00	4,3	0,1	3,7	2,6
4	25% poliacrilato	0,5	61,8	70,17	88,52	11,01	4,84	4,2	0,0	3,8	2,6
5	50% silicato	0,5	67,0	70,27	88,00	10,92	5,15	4,2	0,0	3,7	2,7
6	100% silicato	0,5	60,0	70,34	88,31	10,95	4,57	4,2	0,0	3,8	2,4
7	50% poliacrilato + 50% silicato	0,5	59,4	70,12	89,35	11,02	4,27	4,2	0,0	3,8	2,3
8	25% poliacrilato + 25% silicato	-	55,6	69,65	89,37	10,83	4,20	4,2	0,0	3,7	2,2
9	25% poliacrilato + 25% silicato	0,5	62,7	69,88	88,98	11,04	4,51	4,3	0,0	3,7	2,4
10	25% poliacrilato + 75% silicato	-	65,7	69,96	88,26	10,85	4,83	4,2	0,0	3,7	2,6

Repeteco

2	50% poliacrilato	0,5	59,2	69,79	89,52	10,67	4,17	4,2	0,0	3,6	2,2
2	50% poliacrilato	0,5	66,3	69,02	88,86	11,27	4,63	4,5	0,0	3,8	2,5
8	25% poliacrilato + 25% silicato	-	60,7	69,96	89,21	10,98	4,22	4,2	0,0	3,7	2,2
8	25% poliacrilato + 25% silicato	-	67,7	70,58	88,13	10,91	4,86	4,2	0,0	3,7	2,6
9	25% poliacrilato + 25% silicato	0,5	60,1	70,06	89,29	10,81	4,25	4,2	0,0	3,7	2,3
9	25% poliacrilato + 25% silicato	0,5	65,6	70,05	88,67	11,05	4,68	4,3	0,0	3,7	2,5

**Conclusões:**

- O resultado com 25% poliacrilato + 25% silicato é compatível ao de 50% poliacrilato, portanto este pode ser adotado pois é o mais barato.
- A utilização de surfactante no condicionamento não causou nenhuma melhoria no processo.

## 8º Plano de Trabalho

TESTE	Ponto do processo	Centrif. Prim.	Recent.	Agregação seletiva	Recup. centrif	Alvura		Yellow		a*		b*	
						< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
1	Após centrif. primária	2000 rpm	4000 rpm	25% poliacrilato + 25% silicato	66,5	69,19	87,96	11,00	5,00	4,3	0,0	3,7	2,7
2	Após sep.mag.	2000 rpm	4000 rpm	25% poliacrilato + 25% silicato	68,4	69,38	87,68	11,21	5,41	4,4	0,0	3,8	2,9
3	Após desareamento	4000 rpm	-	25% poliacrilato + 25% silicato	62,7	69,04	89,20	11,22	4,41	4,4	0,0	3,7	2,3
4	Após desareamento	4000 rpm	-	50% poliacrilato + 50% silicato	65,5	70,05	89,03	11,10	4,34	4,3	0,0	3,8	2,3
5	Após desareamento	4000 rpm	-	100% poliacrilato	70,4	69,33	88,86	10,81	4,54	4,2	0,0	3,6	2,4
6	Após desareamento	2000 rpm	2000 rpm	25% poliacrilato + 25% silicato	79,0	69,74	86,80	10,93	6,12	4,3	0,0	3,7	3,2
7	Após desareamento	2000 rpm	2000 rpm	50% poliacrilato + 50% silicato	77,7	69,42	87,09	10,76	5,96	4,2	0,0	3,6	3,2
8	Após desareamento	2000 rpm	2000 rpm	100% poliacrilato	80,2	69,58	86,33	11,15	6,51	4,3	0,1	3,8	3,5
9	Após sep.mag.	2000 rpm	2000 rpm	25% poliacrilato + 25% silicato	75,5	69,77	86,02	10,82	6,78	4,3	0,1	3,6	3,6
10	Após sep.mag.	2000 rpm	2000 rpm	50% poliacrilato + 50% silicato	74,4	68,97	82,25	10,68	6,74	4,4	0,1	3,5	3,6
11	Após sep.mag.	2000 rpm	2000 rpm	100% poliacrilato	75,9	69,56	86,49	10,95	6,67	4,4	0,1	3,7	3,5

12	high shear - após desa	4000 rpm	4000 rpm	50% poliacrilato + 50% silicato	51,8	70,10	89,22	11,07	4,20	4,2	0,0	3,8	2,2
----	------------------------	----------	----------	---------------------------------	------	-------	-------	-------	------	-----	-----	-----	-----

TESTE	Condicionamento	Coagulação	Recup. centrif	Alvura		Yellow		a*		b*	
				< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
16	30 min a 5000 rpm	15 min a baixa rotação	63,3	69,34	89,20	11,16	4,57	4,4	0,0	3,8	2,4
17	30 min a 5000 rpm	-	61,4	69,89	89,30	10,98	4,44	4,2	0,0	3,7	2,4
18	30 min a 2500 rpm	30 min a baixa rotação	66,6	69,68	89,10	11,28	4,60	4,3	0,0	3,9	2,4
19	15 min a 5000 rpm	30 min a baixa rotação	63,8	69,59	89,28	11,16	4,37	4,3	0,0	3,8	2,3
20	15 min a 2500 rpm	30 min a baixa rotação	67,0	69,59	89,21	11,19	4,32	4,4	0,0	3,8	2,3
21	15 min a 2500 rpm	15 min a baixa rotação	66,2	69,57	89,28	11,10	4,36	4,3	0,0	3,8	2,3
25	Ultrassom	30 min a baixa rotação	63,2	70,10	89,10	11,02	4,38	4,2	0,0	3,8	2,3

**Conclusões:**

- O uso de high shear mostrou-se indiferente, portanto, este poderá ser eliminado do processo.
- O uso da centrifugação em alto G mostrou-se fundamental para a obtenção de alvuras acima de 89,0. Devemos estudar melhor se é possível fazer a centrifugação primária com baixo G.
- O período de coagulação demonstrou-se ser inútil para a obtenção da alvura, podendo também ser eliminado do processo.
- Podemos diminuir o tempo e a rotação do condicionamento para 15 min e 2500 rpm, pois os resultados obtidos foram os mesmos com 30 min e 5000 rpm.

## 9º Plano de Trabalho

TESTE	Ponto do processo	Centrif. Prim.	Recent.	Minério	Recup. centrif	Alvura		Yellow		a*		b*	
						< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final	< 325 #	Final
1	Após desareamento	4000 rpm	-	Capim 01	70,3	69,64	87,86	10,82	5,40	4,3	0,0	3,6	2,9
2	Após desareamento	4000 rpm	-	Nanaí Norte	61,8	84,42	<b>89,99</b>	7,34	4,62	0,8	0,0	3,5	2,5
3	Após sep.mag.	4000 rpm	-	Capim 01	68,3	69,68	87,90	10,83	5,10	4,2	0,0	3,7	2,7
4	Após sep.mag.	4000 rpm	-	Nanaí Norte	63,7	84,16	<b>89,51</b>	7,34	4,95	0,9	0,0	3,5	2,6
5	Após desareamento	2000 rpm	4000 rpm	Capim 01	72,5	69,82	87,82	10,98	5,53	4,3	0,0	3,7	2,9
6	Após desareamento	2000 rpm	4000 rpm	Nanaí Norte	65,5	84,40	<b>89,89</b>	7,28	4,70	0,8	0,0	3,5	2,5
7	Após centrif. prim.	2000 rpm	4000 rpm	Capim 01	70,5	69,39	87,68	10,86	5,56	4,4	0,0	3,6	3,0
8	Após centrif. prim.	2000 rpm	4000 rpm	Nanaí Norte	65,1	83,88	<b>89,75</b>	7,52	4,79	0,9	0,0	3,6	2,5
9	Após sep.mag.	2000 rpm	4000 rpm	Capim 01	63,6	69,18	88,13	88,61	96,69	4,3	0,0	3,7	2,8
10	Após sep.mag.	2000 rpm	4000 rpm	Nanaí Norte	53,5	84,34	<b>89,57</b>	7,37	4,82	0,8	0,1	3,6	2,5

Repeteco

1	Após desareamento	4000 rpm	-	Capim 01	70,2	69,70	88,32	11,06	5,20	4,3	0,0	3,7	2,8
3	Após sep.mag.	4000 rpm	-	Capim 01	55,7	70,25	<b>88,95</b>	10,83	5,10	4,2	0,0	3,7	2,7
1	Após desareamento	4000 rpm	-	Capim 01	66,7	69,63	88,73	11,05	4,80	4,3	0,0	3,7	2,6
3	Após sep.mag.	4000 rpm	-	Capim 01	68,2	69,96	88,32	11,06	5,20	4,2	0,0	3,8	2,8

pH

8,92

8,90

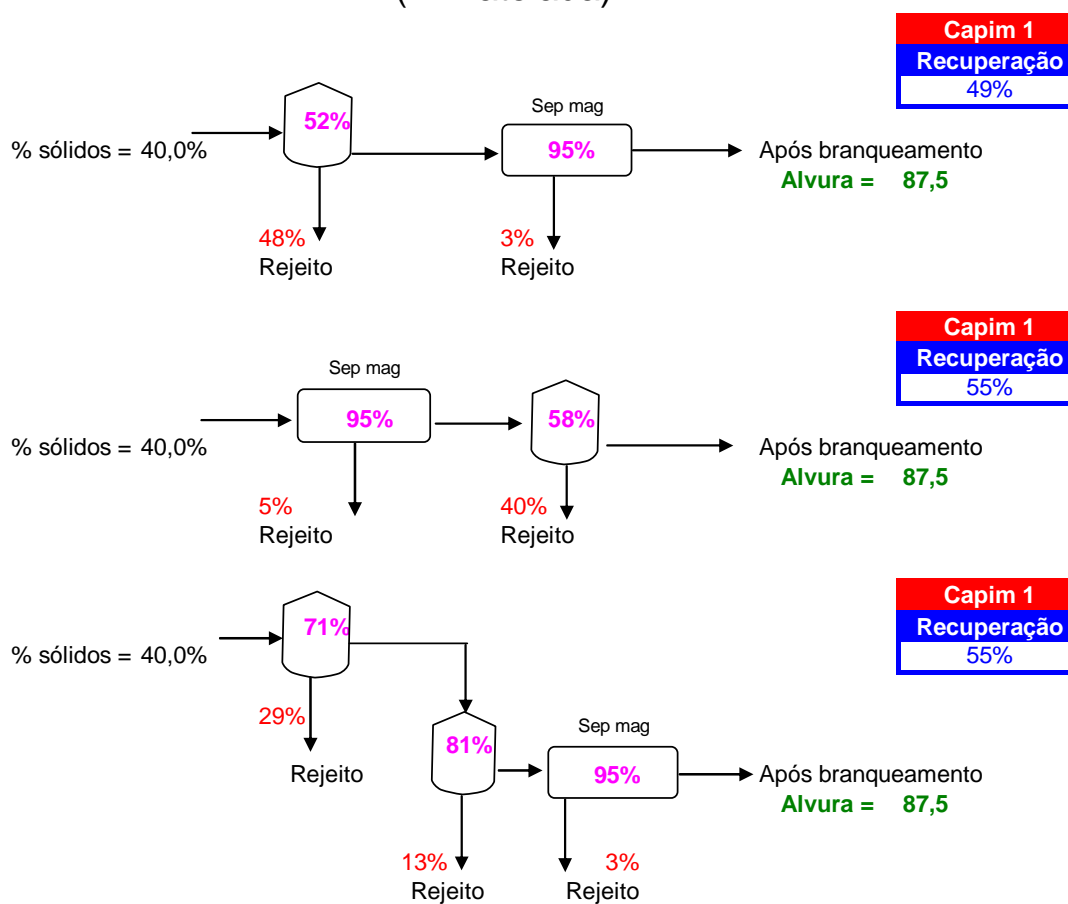
**Conclusões:**

- O minério de Nanaí pode ser processado com centrifugação primária em baixa G mais recentrifugação em alto G, ou então com uma só centrif. em alto G
- O minério de Capim 1 requer a utilização de centrifugação + recentrifugação ambas em alto G.
- A agregação pode ser realizada após o separador magnético (e antes da recentrifugação), pois o resultado é compatível com a mesma realizada após o desareamento.

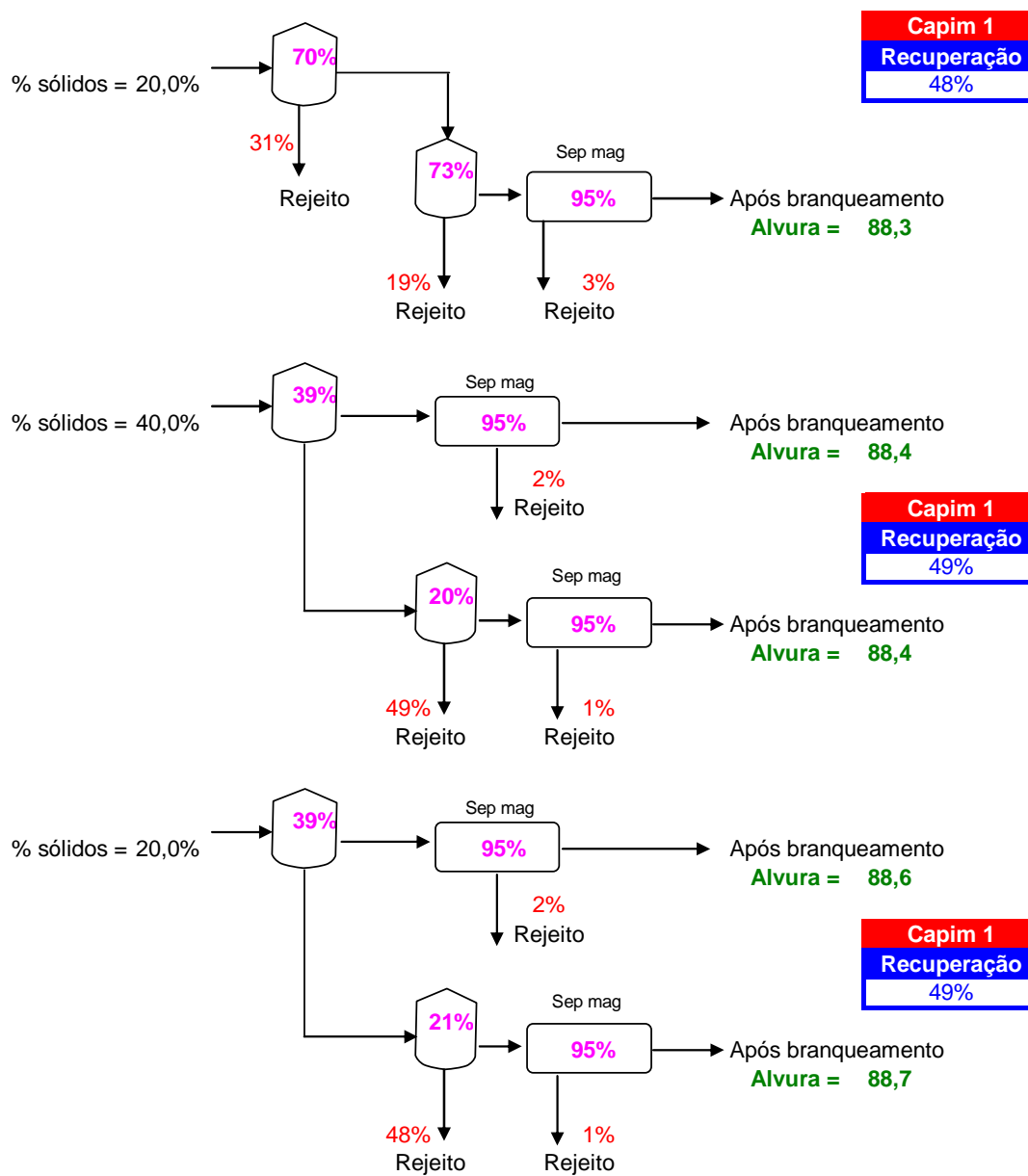
## **ANEXO 3**

## Seleção dos melhores resultados para cada tipo de configuração testada em planta piloto

### Testes sem agregação seletiva - 1ª Etapa (1ª Batelada)

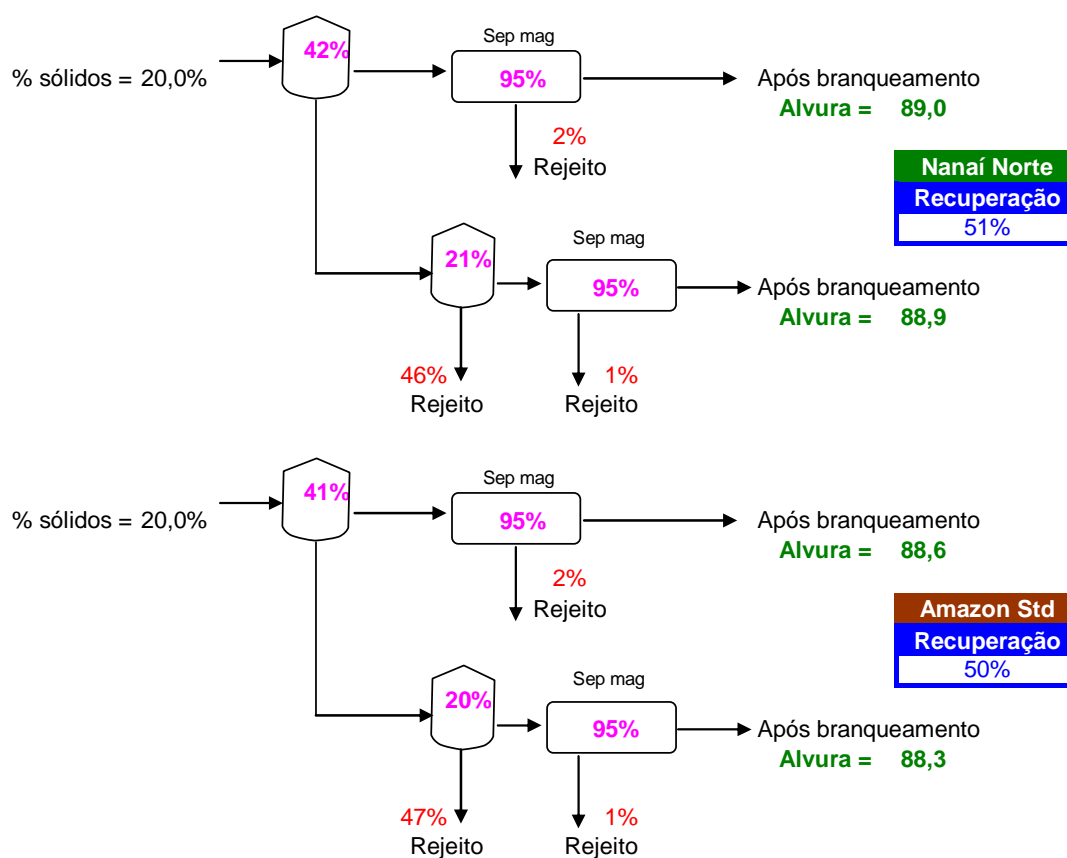


## Testes sem agregação seletiva - 1ª Etapa (2ª Batelada)

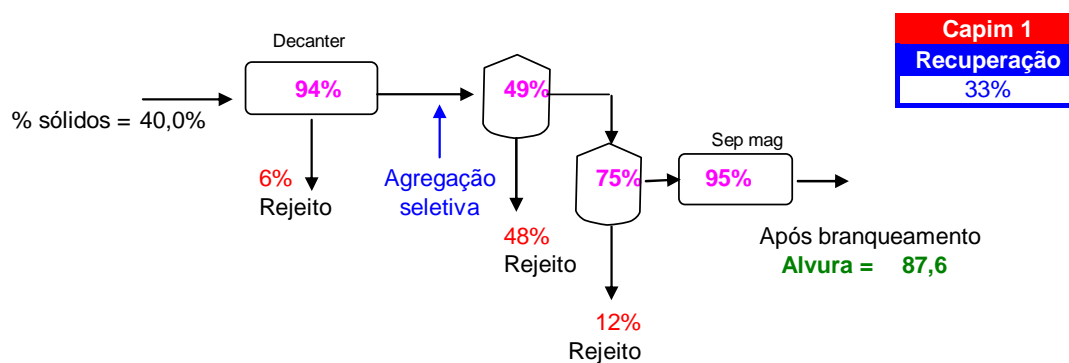
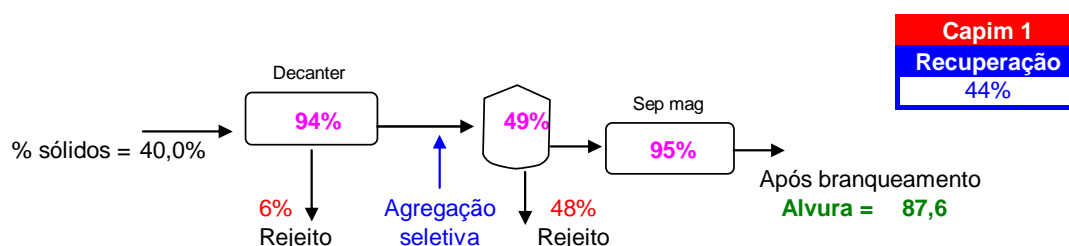
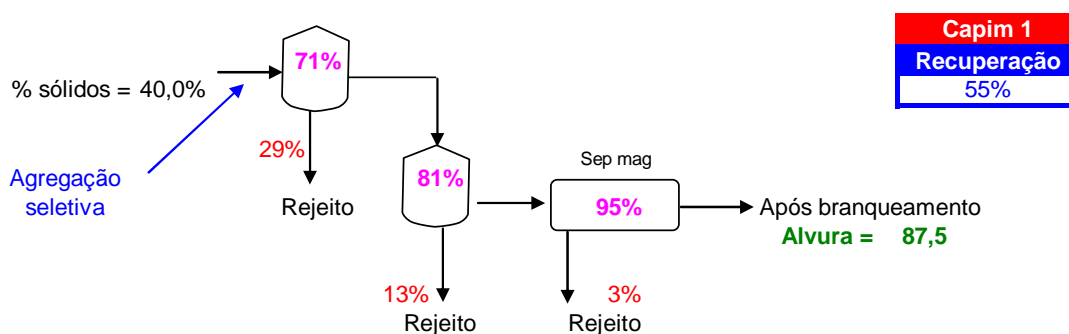
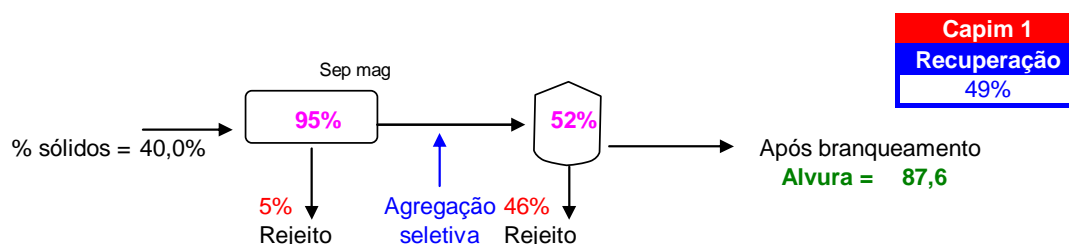
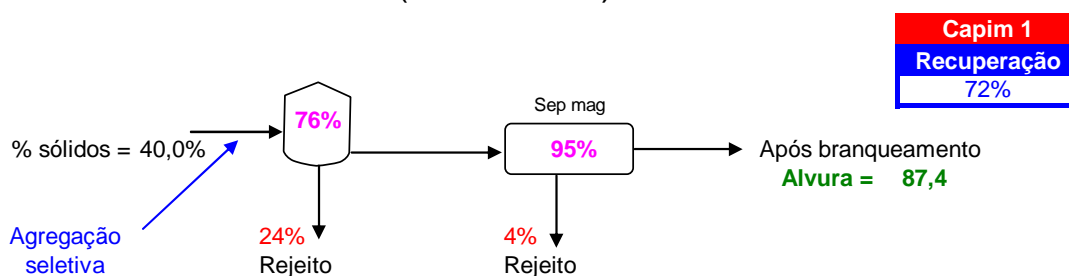




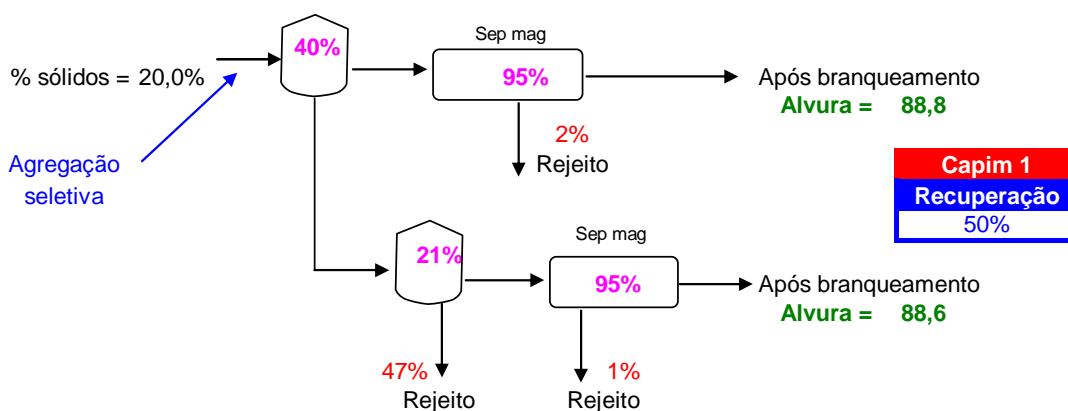
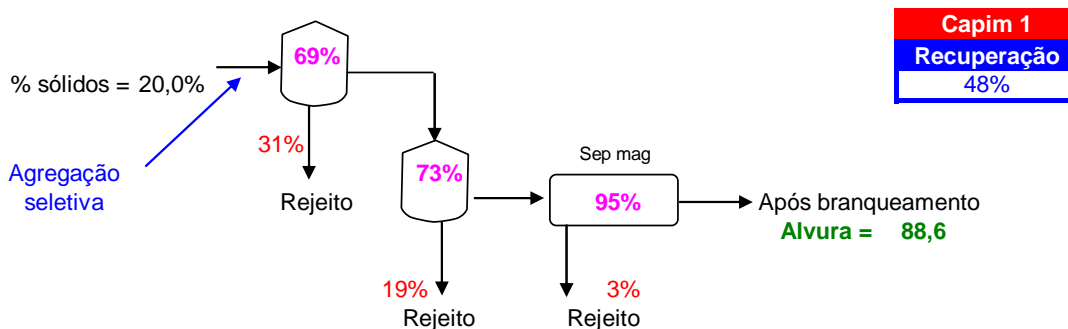
## Testes sem agregação seletiva - 1ª Etapa



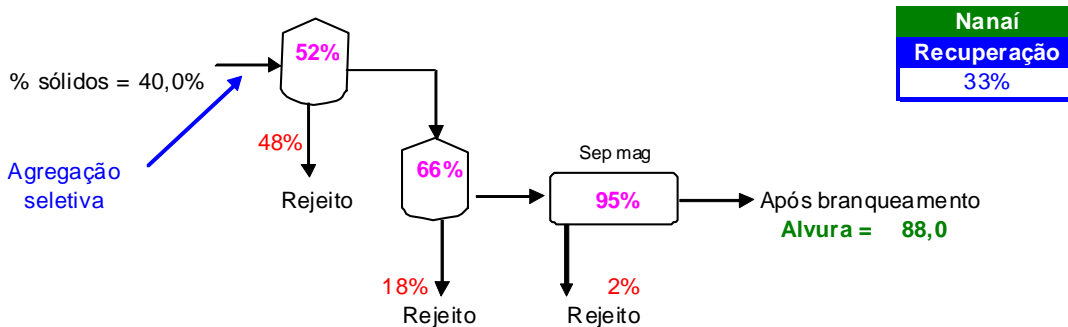
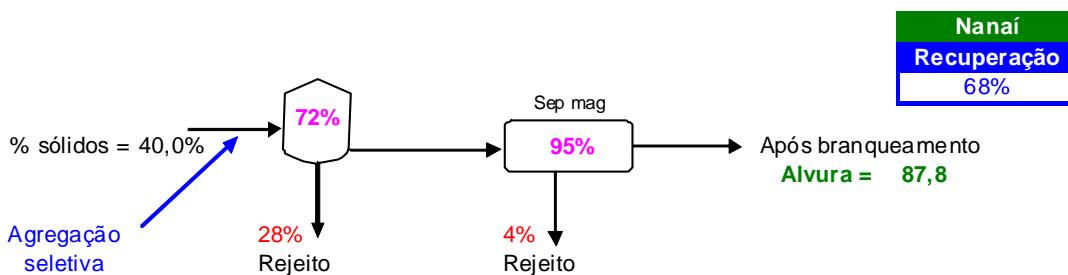
## Testes com agregação seletiva - 1ª Etapa (1ª Batelada)



### Testes com agregação seletiva - 1ª Etapa (2ª Batelada)



### Testes com agregação seletiva - 1ª Etapa






## **ANEXO 4**

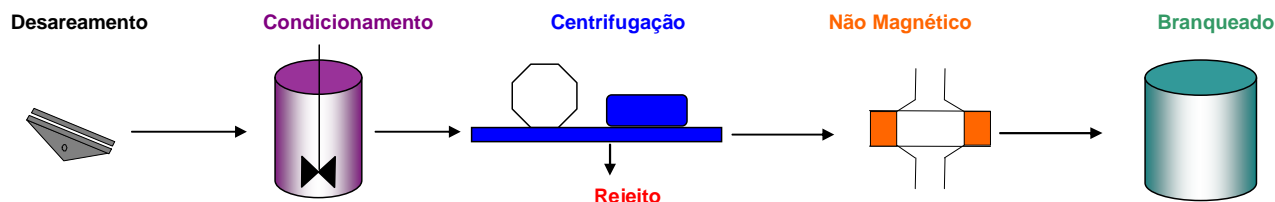
# Resultados obtidos com o novo conceito de agregação seletiva - Testes realizados em bancada (2ª etapa)

## Testes realizados em bancada - 2ª Etapa

Produto desareado (< 325 mesh)				
Alvura	Yellow	L*	a*	b*
71,66	10,3	89,80	3,80	3,54
PSD	> 10 µm	96,5		
	> 5 µm	94,9		
	> 2 µm	90,1		
	> 1 µm	87,3		
	> 0,5 µm	91,2		
	> 0,2 µm	49,9		

Fino da centrifuga - Curva granulométrica						
Teste	< 10 µm	< 5 µm	< 2 µm	< 1 µm	< 0,5 µm	< 0,2 µm
Branco 1	99,4	99,8	98,3	97,8	93,1	57,0
Branco 2	99,4	99,8	98,3	97,8	93,1	57,0
ASMFH1	99,5	99,8	97,4	96,8	91,8	57,1
ASMFH2	99,5	99,8	97,4	96,8	91,8	57,1
ASH1	99,7	99,5	98,1	97,1	92,4	58,7
ASH2	99,7	99,5	98,1	97,1	92,4	58,7

Tipo de caulim	
	Amazon (Cadam)
	Caulim duro (Nanaí Norte)
	Caulim duro ( Capim 1)



Teste	Condicionamento	Fino da centrifuga					Não Magnético					Branqueado				
	Reagentes / Dosagem	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*
Branco 1	-	77,68	10,07	92,93	2,57	4,09	-	-	-	-	-	84,25	7,17	95,66	-0,14	3,81
Branco 2	-	77,68	10,07	92,93	2,57	4,09	82,91	8,39	95,23	0,82	4,04	86,76	5,64	96,33	-0,31	3,08
ASMFH1	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	77,91	10,29	93,30	1,78	4,56	-	-	-	-	-	83,86	7,51	95,51	0,25	3,82
ASMFH2	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	77,91	10,29	93,30	1,78	4,56	84,56	7,37	95,70	0,61	3,60	86,51	5,88	96,23	0,00	3,07
ASH1	1,0 kg/t NSK 200	79,97	9,55	94,00	1,89	4,16	-	-	-	-	-	85,24	6,75	95,98	-0,21	3,62
ASH2	1,0 kg/t NSK 200	79,97	9,55	94,00	1,89	4,16	84,34	7,70	95,73	0,48	3,83	86,57	5,82	96,28	-0,18	3,12

### Legenda:

NSK 100: magnetic fluid (10,86 % base ativa)

NSK 200: hidroxamato (100% base ativa)

Branco 1: Processamento normal sem a agregação seletiva e sem separação magnética

Branco 2: Processamento normal sem a agregação seletiva e com separação magnética

ASMFH1: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato sem separação magnética

ASMFH2: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato com separação magnética




ASH1: Agregação seletiva só com hidroxamato sem separação magnética

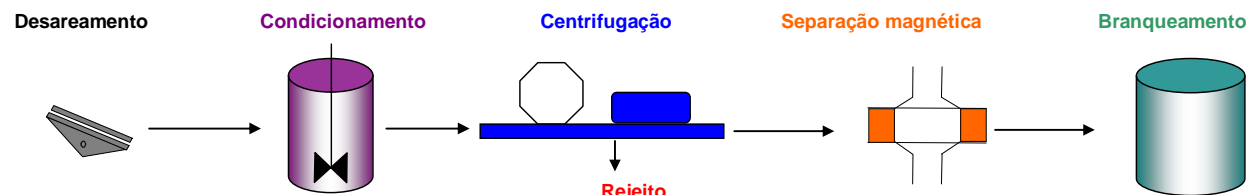
ASH2: Agregação seletiva só com hidroxamato com separação magnética

## Testes realizados em bancada - 2ª Etapa

Produto desareado (< 325 mesh)				
Alvura	Yellow	L*	a*	b*
78,39	10,5	93,54	2,01	4,58
PSD	> 10 µm	97,3		
	> 5 µm	95,2		
	> 2 µm	93,1		
	> 1 µm	90,0		
	> 0,5 µm	77,2		
	> 0,2 µm	27,9		

Fino da centrifuga - Curva granulométrica						
Teste	< 10 µm	< 5 µm	< 2 µm	< 1 µm	< 0,5 µm	< 0,2 µm
Branco 1	99,9	99,7	98,4	96,5	83,3	32,4
Branco 2	99,9	99,7	98,4	96,5	83,3	32,4
ASMFH1	99,9	100,2	98,5	97,4	83,3	32,2
ASMFH2	99,9	100,2	98,5	97,4	83,3	32,2
ASH1	100,0	99,6	98,7	97,3	83,4	31,9
ASH2	100,0	99,6	98,7	97,3	83,4	31,9

Tipo de caulim	
	Amazon (Cadam)
	Caulim duro (Nanaí Norte)
	Caulim duro ( Capim 1)



Teste	Condicionamento	Fino da centrifuga					Não Magnético					Branqueado				
	Reagentes / Dosagem	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*
Branco 1	-	80,41	10,19	94,42	1,84	4,53	-	-	-	-	-	86,19	7,10	96,50	-0,13	3,79
Branco 2	-	80,41	10,19	94,42	1,84	4,53	82,98	9,54	95,59	0,96	4,61	87,32	6,57	96,90	-0,48	3,67
ASMFH1	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	77,61	11,89	93,69	1,64	5,49	-	-	-	-	-	81,48	9,54	94,85	1,27	4,45
ASMFH2	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	77,61	11,89	93,69	1,64	5,49	83,65	8,86	95,66	1,06	4,20	87,81	6,05	96,93	-0,38	3,34
ASH1	1,0 kg/t NSK 200	80,59	10,21	94,52	1,79	4,57	-	-	-	-	-	86,17	7,02	96,41	0,17	3,62
ASH2	1,0 kg/t NSK 200	80,59	10,21	94,52	1,79	4,57	83,15	9,59	95,72	0,82	4,70	86,87	6,95	96,81	-0,39	3,83

### Legenda:

NSK 100: magnetic fluid (10,86 % base ativa)

NSK 200: hidroxamato (100% base ativa)

Branco 1: Processamento normal sem a agregação seletiva e sem separação magnética

Branco 2: Processamento normal sem a agregação seletiva e com separação magnética

ASMFH1: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato sem separação magnética

ASMFH2: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato com separação magnética

ASH1: Agregação seletiva só com hidroxamato sem separação magnética

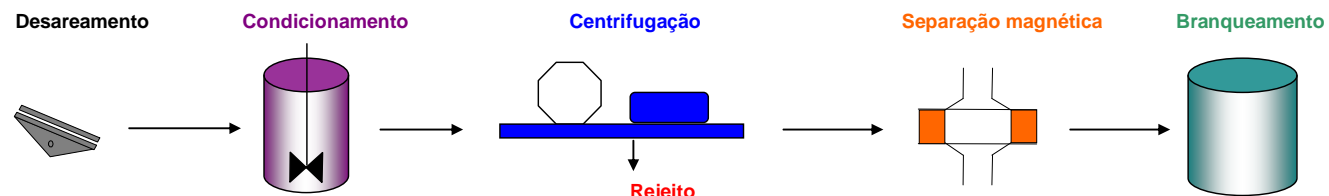
ASH2: Agregação seletiva só com hidroxamato com separação magnética

## Testes realizados em bancada - 2ª Etapa

Produto desareado (< 325 mesh)				
Alvura	Yellow	L*	a*	b*
80,23	9,34	94,24	1,08	4,39
PSD	> 10 µm	95,6		
	> 5 µm	91,6		
	> 2 µm	86,8		
	> 1 µm	84,0		
	> 0,5 µm	78,9		
	> 0,2 µm	48,6		

Fino da centrifuga - Curva granulométrica						
Teste	< 10 µm	< 5 µm	< 2 µm	< 1 µm	< 0,5 µm	< 0,2 µm
Branco 1	99,7	100,2	98,4	98,0	94,2	63,0
Branco 2	99,7	100,2	98,4	98,0	94,2	63,0
ASMFH1	99,7	99,5	99,5	99,1	95,8	67,2
ASMFH2	99,7	99,5	99,5	99,1	95,8	67,2
ASH1	99,7	100,2	99,7	99,4	96,1	68,6
ASH2	99,7	100,2	99,7	99,4	96,1	68,6

Tipo de caulim	
<input type="checkbox"/>	Amazon (Cadam)
<input checked="" type="checkbox"/>	Caulim duro (Nanaí Norte)
<input type="checkbox"/>	Caulim duro ( Capim 1)



Teste	Condicionamento	Fino da centrifuga					Não Magnético					Branqueado				
	Reagentes / Dosagem	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*
Branco 1	-	82,95	8,49	95,29	0,78	4,11	-	-	-	-	-	86,54	5,99	96,34	-0,28	3,26
Branco 2	-	82,95	8,49	95,29	0,78	4,11	84,47	7,77	95,87	0,25	3,97	87,00	5,72	96,46	-0,28	3,11
ASMFH1	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	80,23	10,16	94,59	0,76	4,98	-	-	-	-	-	83,44	7,81	95,41	0,29	3,96
ASMFH2	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	80,23	10,16	94,59	0,76	4,98	85,97	6,71	96,23	0,13	3,47	88,16	4,74	96,64	-0,18	2,56
ASH1	1,0 kg/t NSK 200	83,83	7,95	95,56	0,60	3,91	-	-	-	-	-	86,91	5,62	96,38	-0,21	3,03
ASH2	1,0 kg/t NSK 200	83,83	7,95	95,56	0,60	3,91	85,30	7,27	96,11	0,12	3,77	87,46	5,29	96,51	-0,21	2,86

### Legenda:

NSK 100: magnetic fluid (10,86 % base ativa)

NSK 200: hidroxamato (100% base ativa)

Branco 1: Processamento normal sem a agregação seletiva e sem separação magnética

Branco 2: Processamento normal sem a agregação seletiva e com separação magnética

ASMFH1: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato sem separação magnética

ASMFH2: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato com separação magnética

ASH1: Agregação seletiva só com hidroxamato sem separação magnética

ASH2: Agregação seletiva só com hidroxamato com separação magnética

## **ANEXO 5**



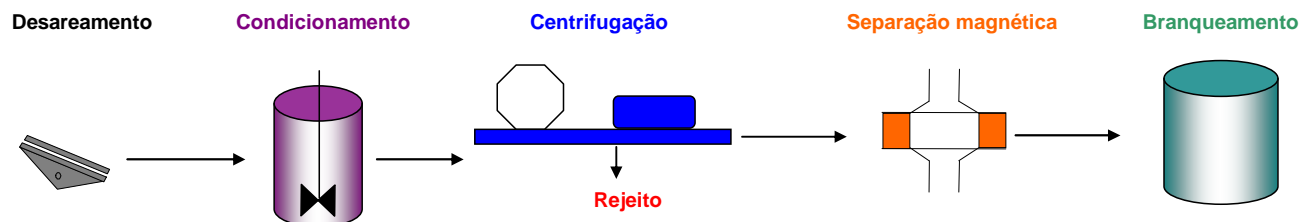
# Resultados obtidos com o novo conceito de agregação seletiva - Testes realizados na planta piloto (2ª etapa)

## Testes realizados em planta piloto - 2ª Etapa

Produto desareado (< 325 mesh)				
Alvura	Yellow	L*	a*	b*
78,62	10,16	93,54	2,01	4,4
PSD	> 10 μm	96,8		
	> 5 μm	95,1		
	> 2 μm	92,2		
	> 1 μm	88,9		
	> 0,5 μm	76,4		
	> 0,2 μm	28,0		

Fino da centrífuga - Curva granulométrica						
Teste	< 10 μm	< 5 μm	< 2 μm	< 1 μm	< 0,5 μm	< 0,2 μm
Branco 1	99,8	99,8	99,0	98,9	92,1	43,1
Branco 2	99,8	99,8	99,0	98,9	92,1	43,1
ASMFH1	99,4	99,1	98,9	97,6	88,8	35,3
ASMFH2	99,4	99,1	98,9	97,6	88,8	35,3
ASH1	99,7	99,6	99,2	98,6	89,4	35,4
ASH2	99,7	99,6	99,2	98,6	89,4	35,4

Tipo de caulim	
■	Amazon (Cadam)
□	Caulim duro (Nanaí Norte)
□	Caulim duro ( Capim 1)



Teste	Condicionamento	Fino da centrífuga					Não Magnético					Branqueado				
	Reagentes / Dosagem	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*	Alvura	Yellow	L*	a*	b*
Branco 1	-	82,33	9,68	95,26	1,31	4,52	-	-	-	-	-	87,63	6,35	96,98	-0,54	3,57
Branco 2	-	82,33	9,68	95,26	1,31	4,52	83,78	9,10	95,87	0,70	4,50	87,94	6,10	97,04	-0,52	3,41
ASMFH1	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	81,60	9,62	94,93	1,22	4,51	-	-	-	-	-	87,43	6,46	96,60	-0,41	3,58
ASMFH2	0,75 kg/t NSK 100 + 1,0 kg/t NSK 200	81,60	9,62	94,93	1,22	4,51	85,21	7,84	96,07	0,74	3,81	89,08	5,28	97,22	-0,46	2,97
ASH1	1,0 kg/t NSK 200	82,99	8,91	95,31	1,33	4,11	-	-	-	-	-	88,15	6,00	97,08	-0,51	3,37
ASH2	1,0 kg/t NSK 200	82,99	8,91	95,31	1,33	4,11	84,19	8,56	95,87	0,81	4,16	88,41	5,82	97,22	-0,50	3,27

### Legenda:

NSK 100: magnetic fluid (10,86 % base ativa)

NSK 200: hidroxamato (100% base ativa)

Branco 1: Processamento normal sem a agregação seletiva e sem separação magnética

Branco 2: Processamento normal sem a agregação seletiva e com separação magnética

ASMFH1: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato sem separação magnética

ASMFH2: Agregação seletiva com magnetic fluid + hidroxamato com separação magnética

ASH1: Agregação seletiva só com hidroxamato sem separação magnética

ASH2: Agregação seletiva só com hidroxamato com separação magnética