

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

**ESTÉREIS EM MINAS DE MINÉRIO DE FERRO: SUA CARACTERIZAÇÃO  
COMO MATERIAL POZOLÂNICO APÓS CALCINAÇÃO EM FORNO FLASH**

Autora: Tamiris Seerig

Orientador: Prof. Paulo Roberto Gomes Brandão

Março/2019

Tamiris Seerig

**ESTÉREIS EM MINAS DE MINÉRIO DE FERRO: SUA CARACTERIZAÇÃO  
COMO MATERIAL POZOLÂNICO APÓS CALCINAÇÃO EM FORNO FLASH**

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

Área de Concentração: Tecnologia Mineral

Orientador: Prof. Paulo Roberto Gomes Brandão

Belo Horizonte

Universidade Federal de Minas Gerais

Escola de Engenharia

2019

S453e	<p>Seerig, Tamiris.  Estéreis em minas de minério de ferro [manuscrito]: sua caracterização como material pozolânico após calcinação em forno flash / Tamiris Seerig. - 2019.  xi, 120 f., enc.: il.</p> <p>Orientador: Paulo Roberto Gomes Brandão.</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Anexos: f.99 -120.</p> <p>Bibliografia: f.92-98.</p> <p>1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Calcinação (Metalurgia) - Teses. 3. Pozolanas - Teses. 4. Fornos metalúrgicos – Teses. 5. Determinação mineralógica – Teses. I. Brandão, Paulo Roberto Gomes. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDU: 669(043)</p>
-------	--

## **Agradecimentos**

Agradeço aos meus pais Alexandre e Ester pelo apoio e incentivo a continuar meus estudos e poder me tornar mestre e aos meus irmãos Arno e Vinicius.

Ao João por toda paciência e incentivos durante essa jornada.

Ao meu orientador Paulo Roberto Gomes Brandão pelos ensinamentos e orientações.

Ao professor Evandro Moraes da Gama por ser o idealizador desse projeto.

Aos funcionários do LGG pelos conhecimentos e preparação das amostras.

À Isabel Batista, pela ajuda essencial e fundamental para as análises de difração de raios-X e de fluorescência de raios-X das minhas amostras.

À Ilda Batista pelas análises granulométricas e ASE.

Ao CDTN pelas análises térmicas.

À FRX Service pelas análises de fluorescência de raios-X.

Ao Centro de Microscopia da UFMG pelas análises de imagem do MEV.

À FAPEMIG, pelo apoio financeiro na realização desta pesquisa.

.

## Sumário

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>5</b>
	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	5
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>6</b>
3.1	ESTÉRIL DE MINERAÇÃO.....	6
3.2	CAULINITA .....	8
3.3	METACAULINITA .....	13
3.4	CALCINAÇÃO FLASH.....	15
3.5	MATERIAIS POZOLÂNICOS.....	17
3.5.1	<i>Reação Pozolânica.....</i>	<i>19</i>
3.6	ANÁLISES TÉRMICAS .....	20
<b>4</b>	<b>METODOLOGIA.....</b>	<b>22</b>
4.1	MATÉRIA-PRIMA.....	22
4.2	PROCESSO DE CALCINAÇÃO FLASH.....	22
4.3	CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS E PRODUTOS CALCINADOS .....	27
4.3.1	<i>Preparo das Amostras.....</i>	<i>27</i>
4.3.2	<i>Análise Granulométrica .....</i>	<i>28</i>
4.3.3	<i>Espectrometria de Fluorescência de Raios-X.....</i>	<i>29</i>
4.3.4	<i>Difratometria de Raios-X.....</i>	<i>29</i>
4.3.5	<i>Análise Térmica Diferencial (DTA) e Análise Termogravimétrica (TGA).....</i>	<i>30</i>
4.3.6	<i>Área Superficial Específica.....</i>	<i>30</i>
4.4	ENSAIOS DE RESISTÊNCIA COM PRODUTO DE CALCINAÇÃO FLASH.....	31
4.4.1	<i>Resistência à compressão uniaxial com cal hidratada.....</i>	<i>31</i>
4.4.2	<i>Resistência à compressão uniaxial segundo norma .....</i>	<i>31</i>
4.5	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA/ ESPECTROSCOPIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA DE RAIOS-X - MEV/EDS .....	32
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>34</b>

5.1	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE METABÁSICA INTEMPERIZADA CRUA E CALCINADA.....	34
5.1.1	<i>Análise Granulométrica</i> .....	34
5.1.2	<i>Fluorescência de Raios-X</i> .....	36
5.1.3	<i>Difratometria de Raios-X</i> .....	37
5.1.4	<i>Análise Termogravimétrica</i> .....	42
5.1.5	<i>Área Superficial Específica</i> .....	46
5.2	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE FILITO CRU E CALCINADO .....	47
5.2.1	<i>Análise Granulométrica</i> .....	47
5.2.2	<i>Fluorescência de Raios-X</i> .....	48
5.2.3	<i>Difratometria de Raios-X</i> .....	49
5.2.4	<i>Análise Termogravimétrica</i> .....	54
5.2.5	<i>Área Superficial Específica</i> .....	58
5.3	ENSAIOS DE RESISTÊNCIA COM PRODUTO DE CALCINAÇÃO FLASH .....	58
5.3.1	<i>Resistência à compressão uniaxial com cal hidratada</i> .....	59
5.3.2	<i>Resistência à compressão uniaxial segundo norma</i> .....	62
5.3.3	<i>Difratometria de Raios-X</i> .....	64
5.4	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA/ ESPECTROSCOPIA DE DISPERSÃO DE ENERGIA DE RAIOS-X - MEV/EDS .....	69
5.4.1	<i>Metabásica intemperizada</i> .....	70
5.4.2	<i>Filito</i> .....	78
5.4.3	<i>Corpos de Prova para Resistência</i> .....	84
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>89</b>
<b>7</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>91</b>
<b>8</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>92</b>
<b>9</b>	<b>ANEXOS</b> .....	<b>99</b>

## Lista de Figuras

Figura 3-1: Gráfico do levantamento dos últimos oito anos da geração de estéril e rejeito no estado de Minas Gerais (Fonte: Inventário dos resíduos sólidos da mineração ano base de 2010 a 2017, FEAM).....	6
Figura 3-2: Gráfico de tipos de destinação de estéril (Fonte: FEAM, 2018) .....	7
Figura 3-3: Gráfico dos principais destinos de estéreis dentro da mineração (Fonte: FEAM, 2018).....	7
Figura 3-4 Estrutura cristalográfica da caulinita (Fonte: BICH, 2005).....	9
Figura 3-5: Imagem MEV da caulinita (Fonte: SAN NICOLAS, 2011) .....	10
Figura 3-6: Análise térmica diferencial (ATD) da caulinita (Fonte: BICH, 2005).....	12
Figura 3-7: Estrutura química do metacaulim (Fonte: BRINDLEY <i>et al.</i> ,1959 apud BICH, 2005).....	13
Figura 3-8: Imagem MEV de metacaulim (Fonte: BICH, 2005).....	14
Figura 3-9: Representação de calcinador flash em usina piloto (LGG Usina Piloto DEMIN-UFMG) .....	16
Figura 3-10: Materiais pozolânicos (Adaptado de MASSAZZA, 1993) .....	18
Figura 3-11: Imagem de elétrons retroespalhados de amostra de pasta de cimento hidratado (SARKAR <i>et al.</i> , 2001).....	20
Figura 4-1: Amostras do material recebido no LGG-UFMG: metabásica intemperizada crua (a) filito cru (b).....	23
Figura 4-2: Fluxograma dos processos realizados no laboratório de geotecnologia e geomateriais .....	23
Figura 4-3: Equipamentos de adequação de umidade e granulometria secador (a) e moinho de bolas (b).....	24
Figura 4-4: Argamassadeira de bancada (a) e molde para os corpos de prova (b) .....	25
Figura 4-5: Prensa hidráulica.....	26
Figura 4-6: Painel de controle digital do forno em escala piloto do LGG-UFMG.....	27
Figura 4-7: Amostras para caracterização metabásica intemperizada crua (a) e metabásica intemperizada calcinada (b).....	28
Figura 4-8: Amostras para caracterização filito cru (a) e filito calcinado (b) .....	28
Figura 5-1: Distribuição granulométrica da amostra de metabásica intemperizada crua	34
Figura 5-2: Distribuição granulométrica da amostra de metabásica intemperizada flash .....	35
Figura 5-3: Difratoograma de raios-X da amostra de metabásica intemperizada crua .....	40
Figura 5-4: Difratoograma de raios-X da amostra de metabásica flash .....	41
Figura 5-5: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de metabásica intemperizada crua .....	44
Figura 5-6: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de metabásica flash .....	45
Figura 5-7: Distribuição granulométrica da amostra de filito cru.....	47

Figura 5-8: Distribuição granulométrica da amostra de filito flash .....	48
Figura 5-9: Difratoograma de raios-X da amostra de filito cru .....	52
Figura 5-10: Difratoograma de raios-X da amostra de filito flash.....	53
Figura 5-11: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de filito cru .....	56
Figura 5-12: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de filito flash.....	57
Figura 5-13: Corpos de prova 2x4 rompidos de metabásica flash e cal hidratada .....	59
Figura 5-14: Gráfico de tensão por tempo de cura da metabásica flash 770°C.....	61
Figura 5-15: Gráfico de tensão por tempo de cura do filito flash 750°C .....	61
Figura 5-16: Gráfico comparativo dos resultados de ensaios de compressão uniaxial em corpos de prova 2x4 da metabásica flash e filito .....	62
Figura 5-17: Corpos de prova 5x10 rompidos de metabásica flash .....	62
Figura 5-18: Gráfico dos resultados de compressão uniaxial metabásica flash .....	63
Figura 5-19: Gráfico dos resultados de compressão uniaxial filito flash .....	64
Figura 5-20: Difratoograma de raios-X do fragmento do corpo de prova 2x4.....	67
Figura 5-21: Difratoograma de raios-X do fragmento do corpo de prova 5x10.....	68
Figura 5-22: Imagem de elétrons secundários da amostra de caulim .....	70
Figura 5-23: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica intemperizada crua.....	71
Figura 5-24: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica intemperizada crua.....	73
Figura 5-25: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica intemperizada crua.....	74
Figura 5-26: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica flash .....	76
Figura 5-27: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica flash .....	78
Figura 5-28: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito cru.....	79
Figura 5-29: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito cru.....	80
Figura 5-30: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito cru.....	81
Figura 5-31: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito flash .....	82
Figura 5-32: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito flash .....	83
Figura 5-33: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 2x4 .....	85
Figura 5-34: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 2x4 .....	86
Figura 5-35: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 5x10 ...	87
Figura 5-36: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 5x10 ...	88

## Lista de Tabelas

Tabela 1-1: Levantamento dos últimos oito anos da geração de estéril e rejeito no estado de Minas Gerais (Fonte: Inventário dos resíduos sólidos da mineração ano base de 2010 a 2017, FEAM).....	2
Tabela 3-1: Série de reações da caulinita (BRINDLEY E NAKAHIRA, 1958).....	12
Tabela 3-2: Composição química de diferentes tipos de caulins.....	15
Tabela 5-1: Diâmetro de partículas para amostra de metabásica intemperizada crua ....	35
Tabela 5-2: Diâmetro de partículas para a amostra de metabásica flash.....	35
Tabela 5-3: Composição química da amostra metabásica intemperizada crua determinada por fluorescência de raios-X.....	36
Tabela 5-4: Fórmula química e composição de minerais hidratados da amostra de metabásica intemperizada crua .....	38
Tabela 5-5: Resultados do ensaio de BET para as amostras de metabásica crua e calcinada .....	46
Tabela 5-6: Diâmetros de partículas para amostra de filito cru .....	47
Tabela 5-7: Diâmetros de partículas da amostra de filito flash .....	48
Tabela 5-8: Composição química da amostra filito cru determinada por fluorescência de raios-X .....	49
Tabela 5-9: Fórmula química e composição de minerais hidratados da amostra de filito cru.....	50
Tabela 5-10: Resultados obtidos pelo ensaio de BET para as amostras de filito cru e calcinado .....	58
Tabela 5-11: Resultados de teste de compressão uniaxial tensão (MPa) .....	60
Tabela 5-12 Resultados dos ensaios de índice de desempenho com cimento Portland para metabásica flash.....	63
Tabela 5-13: Resultados dos ensaios de índice de desempenho com cimento Portland para filito flash .....	64
Tabela 5-14: Microanálise EDS .....	71
Tabela 5-15: Microanálise EDS .....	73
Tabela 5-16: Microanálise EDS .....	74
Tabela 5-17: Microanálise EDS .....	76
Tabela 5-18: Microanálise EDS .....	78
Tabela 5-19: Microanálise EDS .....	80
Tabela 5-20: Microanálise EDS .....	81
Tabela 5-21: Microanálise EDS .....	82
Tabela 5-22: Microanálise EDS .....	83
Tabela 5-23: Microanálise EDS .....	85
Tabela 5-24: Microanálise EDS .....	86
Tabela 5-25: Microanálise EDS .....	87
Tabela 5-26: Microanálise EDS .....	88

## **Lista de Abreviaturas**

**ATD** Análise térmica diferencial

**COD** *Crystallography Open Database*

**CDTN** Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear

**DNPM** Departamento Nacional de Produção Mineral

**DRX** Difração e difratometria de raios-X

**FEAM** Fundação Estadual do Meio Ambiente

**FRX** Espectrometria de fluorescência de raios-X

**IBRAM** Instituto Brasileiro de Mineração

**MEV** Microscópio eletrônico de varredura

**X EDS** Espectrômetro de raios-X dispersivo em energia

## Resumo

O material estéril deslocado para viabilizar a lavra do corpo mineralizado é normalmente disposto em forma de pilhas, as quais necessitam de constante monitoramento e geram alterações visuais no ambiente. Neste trabalho, foram caracterizadas dois tipos de rochas consideradas estéreis em uma mineração de minério de ferro localizada no Quadrilátero Ferrífero: a metabásica intemperizada e o filito, antes e após passarem pelo processo de calcinação em forno flash, à temperatura de 770°C para a metabásica intemperizada e à temperatura de 750°C para o filito.

A pesquisa teve como objetivo validar o uso desses estéreis como matéria-prima para a produção de pozolanas artificiais pelo processo de calcinação flash e determinar as alterações físicas e morfológicas após a calcinação.

A análise química, principalmente por fluorescência de raios-X, mostrou que ambos estéreis têm  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como componentes principais; este último componente era alto na metabásica intemperizada (29,22%) e mais baixo no filito (6,28%). A composição mineralógica determinada pela difratometria de raios-X e confirmada pela termogravimetria, mostrou presença abundante de caulinita e gibbsita, média de hematita e baixa de goethita e moscovita; para o filito, quartzo e goethita foram abundantes, caulinita média, e hematita baixa.

Após a calcinação, a maior parte do material mostrou-se amorfo, apenas com alguma caulinita residual, quartzo e hematita como fases cristalinas significativas.

As áreas superficiais específicas das amostras cruas estão em cerca de 60,00  $\text{m}^2/\text{g}$ ; após a calcinação este valor diminuiu bastante, indicando uma sinterização incipiente; os tamanhos médios de partícula, consistentemente, tiveram um aumento após a queima.

Pesquisa microestrutural, por microscópio eletrônico de varredura (MEV) com o apoio da microanálise EDS, comprovou a ampla formação de metacaulinita com a calcinação flash, mantendo a morfologia lamelar da caulinita original.

Ensaio de resistência mecânica efetuados em corpos de prova moldados com a adição de cal hidratada aos materiais calcinados mostraram bons valores, comprovando a atividade pozolânica alcançada.

**Palavras Chave:** Estéreis, Material pozolânico, Calcinação Flash, Caracterização.

## Abstract

The waste material displaced to enable mining of a mineralized body is usually deposited in the form of heaps, which require constant monitoring and generate visual changes in the environment. In this work, two types of rocks were considered to be waste in an iron ore mine located in the Quadrilátero Ferrífero, MG, Brazil: a weathered metabasic and a phyllite, before and after passing through the process of calcination in a flash furnace, at a temperature of 770°C.

The aim of the research was to validate the use of these wastes as raw material for the production of artificial pozzolans by the flash calcination process and to determine the physical and morphological changes after calcination.

The chemical analysis, mainly by X-ray fluorescence, showed that both wastes have SiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as main components; the latter component was high in the weathered metabasic (29.22%) and lower in the phyllite (6.28%). The mineralogical composition determined by X-ray diffraction and confirmed by thermogravimetry, showed abundant presence of kaolinite and gibbsite, medium hematite and low goethite and muscovite; for the phyllite, quartz and goethite were abundant, medium kaolinite, and low hematite.

After calcination, most of the material was amorphous, with only some residual kaolinite, quartz and hematite as significant crystalline phases.

The specific surface areas of the raw samples are about 60.00 m<sup>2</sup>/g; after calcination this value decreased significantly, indicating incipient sintering; the average particle sizes consistently increased after burning.

Microstructural research, by scanning electron microscope (SEM) with the support of EDS microanalysis, confirmed the extensive formation of metakaolinite after flash calcination, maintaining the lamellar morphology of the original kaolinite.

Tests of mechanical resistance in molded test pieces with the addition of hydrated lime to the calcined materials showed good values, proving that the pozzolanic activity was achieved.

**Key Words:** Waste, Pozzolanic material, Flash Calcination, Characterization.

## 1 INTRODUÇÃO

Os solos argilosos lateríticos ocorrem tipicamente em regiões de clima quente com volumes de chuva de moderado a intenso, sendo presente em grande parte do território brasileiro. Sua formação é consequência das ações de intemperismo físico e químico de rochas preexistentes. Estes solos são provenientes dos capeamentos de importantes reservas minerais como itabirito, calcários, bauxita, fosfato, dentre outras (GAMA *et al.*, 2016). Os mesmos precisam ser removidos para viabilizar a lavra do corpo mineralizado e são estocados em depósitos controlados denominados de estéreis. O material é denominado estéril quando não possui valor econômico para o empreendimento mineiro, e pode ser classificado como um agregado natural composto de um ou mais minerais (ARAGÃO, 2008).

Além dos estéreis, a atividade mineira posterior à extração do corpo mineral, o beneficiamento mineral, também gera resíduos que são os rejeitos e lama, onde normalmente são alocados em barragens, diques e pilhas. Independente da forma de armazenamento dos materiais deslocados e gerados pela mineração, esses ocupam grandes extensões nos empreendimentos mineiros, muitas vezes não monitorados da forma correta, sendo dessa forma considerados passivos ambientais. SÁNCHEZ (2001) utiliza em seu livro o termo passivo ambiental para descrever o acúmulo de danos ambientais, que uma atividade gera, e que devem ser reparados a fim de que seja mantida a qualidade ambiental de um determinado local, definição a qual foi adotada neste trabalho.

Segundo o Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM, 2018), atual Agência Nacional de Mineração, os estados de Minas Gerais e Pará são responsáveis por 86,9% da produção de substâncias metálicas (alumínio, cobre, estanho, ferro, manganês, nióbio, níquel e ouro) do Brasil. Destacando Minas Gerais como sendo o estado produtor de minério de ferro mais importante do país, ficando responsável por aproximadamente 64% da produção brasileira de minério de ferro.

Junto com o volume de produção de substâncias, vem o volume de material estéril deslocado e também o volume de rejeito gerado após o processo de beneficiamento da substância mineral bruta. A tabela 1-1 ilustra um levantamento da geração de estéril e rejeito no estado de Minas Gerais ao longo dos últimos oito anos com base nos dados dos Inventários de Resíduos Sólidos da Mineração Ano base de 2010 a 2017 da FEAM; os dados levam em conta todas as atividades de extração de bens minerais em Minas Gerais.

**Tabela 1-1: Levantamento dos últimos oito anos da geração de estéril e rejeito no estado de Minas Gerais (Fonte: Inventário dos resíduos sólidos da mineração ano base de 2010 a 2017, FEAM)**

<b>Ano</b>	<b>Ano base</b>	<b>Estéril (t)</b>	<b>Rejeito (t)</b>	<b>Total (t)</b>
<b>2018</b>	<b>2017</b>	272.248.395,503	289.911.703,261	562.160.098,764
<b>2017</b>	<b>2016</b>	293.882.952,916	172.882.183,068	466.765.135,984
<b>2016</b>	<b>2015</b>	363.306.236,217	242.357.728,410	605.663.964,627
<b>2015</b>	<b>2014</b>	367.595.451,000	200.074.420,000	567.669.871,000
<b>2014</b>	<b>2013</b>	379.095.050,975	151.618.473,050	530.713.524,025
<b>2013</b>	<b>2012</b>	501.189.419,440	170.118.179,790	671.307.599,230
<b>2012</b>	<b>2011</b>	428.751.253,202	184.457.533,129	613.208.786,331
<b>2011</b>	<b>2010</b>	260.328.768,273	212.915.662,894	473.244.431,167

É notável que a partir do ano base de 2012 (exceto no ano base 2015) o volume total de estéril e rejeitos gerados teve um declínio, mas convém ressaltar que essa diminuição foi adivinha da menor produção mineral desses anos. Porém mesmo com essa redução o volume de 272.248.395,503 toneladas de material estéril gerado no ano de 2017, ainda é muito expressivo.

Todo esse volume de material estéril movimentado é geralmente disposto em depósitos de estéreis, pilhas de estéreis ou usado para preenchimento de cavas exauridas. Várias minerações já enfrentam problemas no que diz respeito à disponibilidade de áreas para a estocagem dos estéreis, áreas as quais já estão nos limites da concessão dos empreendimentos. Dessa forma é inegável que este modelo econômico dos empreendimentos mineiros já não é mais sustentável, sendo necessária a implementação de alternativas para o uso desse material estéril, e não simplesmente sua disposição em áreas abertas.

GAMA *et al.* (no prelo) abordam o conceito de economia circular no qual é discutido um modelo de produção mineral mais sustentável, onde ocorre a transformação dos resíduos gerados pela atividade mineira em matéria prima para a fabricação de produtos viáveis ao consumo industrial. Esse conceito é importante, pois atenta a possibilidade de se dar um destino econômico aos resíduos gerados na mineração, de forma a reduzir os passivos ambientais.

Boa parte dos solos de capeamento e rochas presentes nas jazidas do Brasil são ricos em caulinita, um filossilicato de alumínio hidratado. HE *et al.* (1995) afirmam que o processo de calcinação resulta em danos e destruição das estruturas cristalinas das argilas, sendo uma técnica muito eficaz na ativação de propriedades pozolânicas de argilas.

A caulinita, quando submetida a tratamento térmico via calcinação a temperaturas de cerca de 600 °C, passa por um processo de desidroxilação, tem sua estrutura cristalina descaracterizada, e se torna um material predominantemente amorfo denominado metacaulinita (SHVARZMAN *et al.* 2003). A metacaulinita é considerada uma pozolana artificial por apresentar a propriedade de fixar o hidróxido de cálcio em presença de água e gerar hidratos análogos àqueles do cimento Portland (BICH, 2005).

A metacaulinita já foi empregada como substituto parcial do cimento em várias aplicações na indústria civil (SAN NICOLAS, 2013). A utilização de argilomineral calcinado, na forma de metacaulinita como um material pozolânico para argamassas e concreto tem recebido atenção nos últimos anos. Este interesse é devido em parte ao cuidado direcionado à utilização de rejeitos e subprodutos industriais com vista a minimizar o consumo de cimento Portland, cuja produção é fortemente danosa ao meio-ambiente em função de altas quantidades de carbono lançadas na atmosfera, dentre outros (SABIR *et al.*, 2001).

A calcinação do tipo flash é um processo ultrarrápido de tratamento térmico de partículas pulverulentas originalmente desenvolvido por Davies e posteriormente

aperfeiçoado por Salvador (DAVIES, 1986) (SALVADOR, 1992). As partículas são expostas ao fluxo de calor por um tempo em geral não superior a um segundo. As diferenças entre a calcinação flash e calcinação tradicional (via leito fixo ou forno rotativo) são bem compreendidas (SALVADOR, 1994). A calcinação flash contribui de modo mais eficiente na reatividade do material. Também é uma tecnologia reconhecidamente de baixo potencial poluidor, por apresentar um potencial gerador de gases de efeito estufa cerca de dez vezes menor do que o processo tradicional de calcinação via leito fixo ou forno rotativo (SAN NICOLAS, 2011).

Em 2006, uma patente foi requerida pela Universidade Federal de Minas Gerais e por Evandro Moraes da Gama (nº PI 0604142-6), intitulada Processo de preparação de Metakflex aglomerante de alta resistência de produtos e processos que venham a utilizar o Metakflex. O Metakflex é um produto aglomerante de alta resistência, resultante da adição controlada de cal hidratada à metacaulinita.

A partir de 2013, através do projeto “Desenvolvimento de aglomerante de baixo custo a partir de estéril de mina para produção de pelotas de minério de ferro por meio de calcinação rápida tipo flash”, financiado através do Edital VALE-FAPEMIG de 2010, foi financiada a montagem de uma planta piloto de calcinação flash e um laboratório de pesquisa para a recuperação de estéreis e rejeitos (Laboratório de Geotecnologia e Geomateriais - LGG-UFGM) (GAMA *et al.*, 2014).

As rochas estéreis na mineração de ferro, metabásica intemperizada e filito não são fontes ricas de caulinita se comparadas ao caulim; nessas rochas a fração argilosa é que possui a maior concentração de caulinita. No entanto estas rochas quando calcinadas em forno flash, produzem pozolana artificial que quando adicionada ao cimento confere a melhores resistências, diminuição da luminescência e maior plasticidade do mesmo.

Dessa forma este trabalho de dissertação de mestrado expõe um estudo mineralógico desses estéreis in natura e calcinados via calcinação tipo flash e sua resistência após a adição de cal hidratada.

## **2 OBJETIVOS**

Este trabalho tem como objetivo geral analisar o comportamento mecânico dos estéreis calcinados em forno tipo flash, quando adicionados a cimento Portland ou cal, em relação às suas características químicas, mineralógicas e morfológicas.

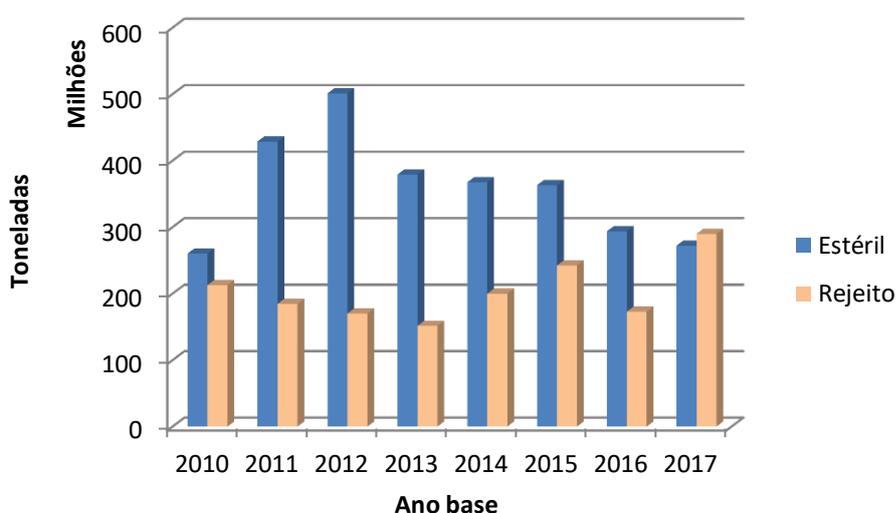
### **Objetivos Específicos**

- Verificar a possibilidade de se utilizar materiais classificados como estéreis de mineração de minério de ferro, como matéria-prima para produção de pozolanas artificiais com elevadas resistências mecânicas, através de calcinação do tipo flash;
- Estudo das mudanças das características microestruturais e morfológicas de amostras de estéril antes e depois do processo de calcinação flash.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Estéril de mineração

FLORES E LIMA (2012) empregam o seguinte conceito a mineração: “A arte de descobrir, avaliar e extrair substâncias minerais ou fósseis, existentes na superfície ou no interior da Terra”. A atividade de mineração em sua etapa de lavra, tem como subproduto o deslocamento de material estéril, que são rochas que se sobrepõe, intercalam ou hospedam o corpo mineral, e que precisam ser retiradas para viabilizar a extração do corpo de minério (GAMA et al., no prelo), estes estéreis geralmente são dispostos em pilhas, depósitos ou usados para preenchimento de cavas exauridas. O planejamento de construção de uma pilha de estéril requer vários estudos, como capacidade de armazenamento da pilha, aspectos hídricos, declividade de encostas além da necessidade de desmatamento de áreas para sua construção. A figura 3-1 expõe os dados da tabela 1-1 em forma de um gráfico de barras. O gráfico de tipos de destinação de material estéril da figura 3-2 ressalta que praticamente todos os volumes de estéreis deslocados das mineradoras localizadas no estado de Minas Gerais ficam dentro do próprio empreendimento.



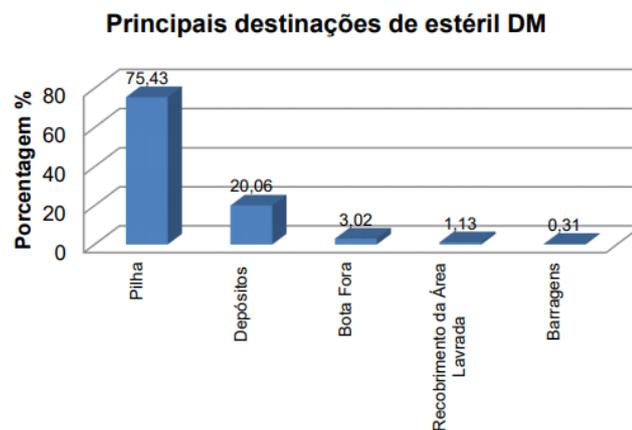
**Figura 3-1: Gráfico do levantamento dos últimos oito anos da geração de estéril e rejeito no estado de Minas Gerais (Fonte: Inventário dos resíduos sólidos da mineração ano base de 2010 a 2017, FEAM)**

### Tipos de destinação do estéril



**Figura 3-2: Gráfico de tipos de destinação de estéril (Fonte: FEAM, 2018)**

A figura 3-3 mostra que o material estéril que fica dentro da mineração, 75,43%, se destina à formação das pilhas de estéreis e 20,06% são alocados em depósitos. Este panorama torna evidente que as mineradoras precisam destinar mais recursos e estudos para a utilização desse material deslocado, pois as pilhas ocupam grandes áreas do empreendimento, e muitas vezes são dispostas em cursos d'água, fato que pode provocar o assoreamento dos rios, além de que as mesmas precisam estar em constante monitoramento.



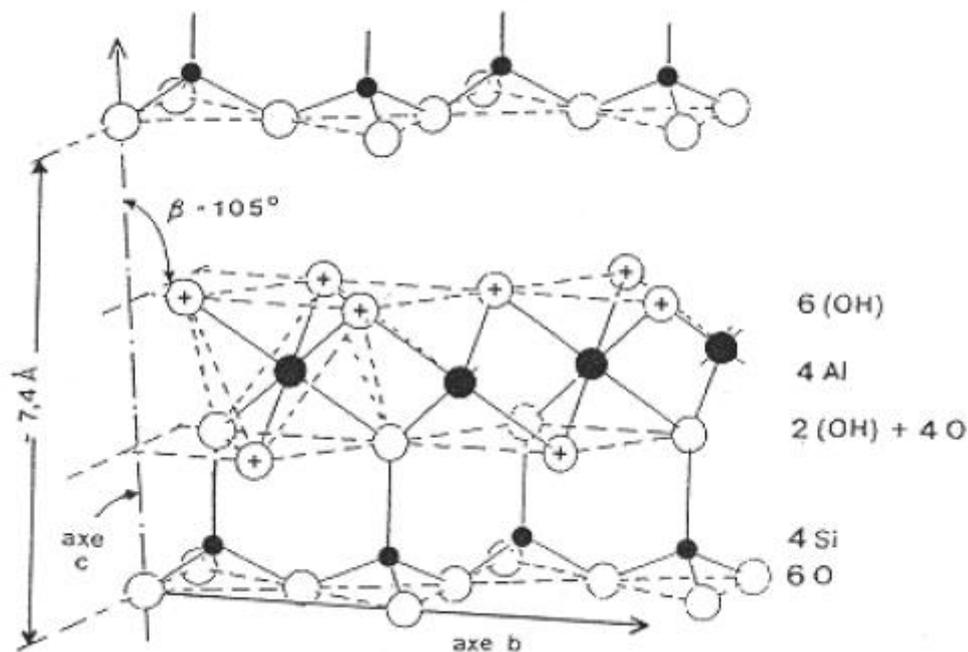
**Figura 3-3: Gráfico dos principais destinos de estéreis dentro da mineração (Fonte: FEAM, 2018)**

A geologia do Quadrilátero Ferrífero mostra que os materiais classificados como estéreis provenientes da extração de minério de ferro, são formados por rochas do tipo metabásica intemperizada e filito. Estas rochas são compostas majoritariamente por argilominerais, como a caulinita, minerais de ferro e quartzo. A presença desses minerais possibilita que essas rochas passem pelo processo de calcinação, a fim de torna-las reativas, com propriedades pozolânicas, podendo ser empregadas na substituição de clinker em misturas com cimento na produção de concreto. Essa substituição contribui para a redução da emissão de CO<sub>2</sub>, além de promover um destino nobre para as massas de material rochoso descoladas, minimizando os impactos ambientais e visuais criados na disposição desses materiais estéreis.

### **3.2 Caulinita**

A caulinita é um argilomineral da família dos filossilicatos, cuja fórmula química é  $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ , composta por 39,5% de  $Al_2O_3$ , 46,5% de  $SiO_2$  e 14% de  $H_2O$ . A estrutura cristalográfica da caulinita é organizada pelo empilhamento de folhas idênticas do tipo 1:1, onde cada folha de caulinita é constituída de camada de tetraedros de  $SiO_4$  dispostos sobre um mesmo plano, a partir de três de seus vértices, associada a uma camada octaédrica, onde dois a cada três sítios octaédricos são ocupados por átomos de alumínio.

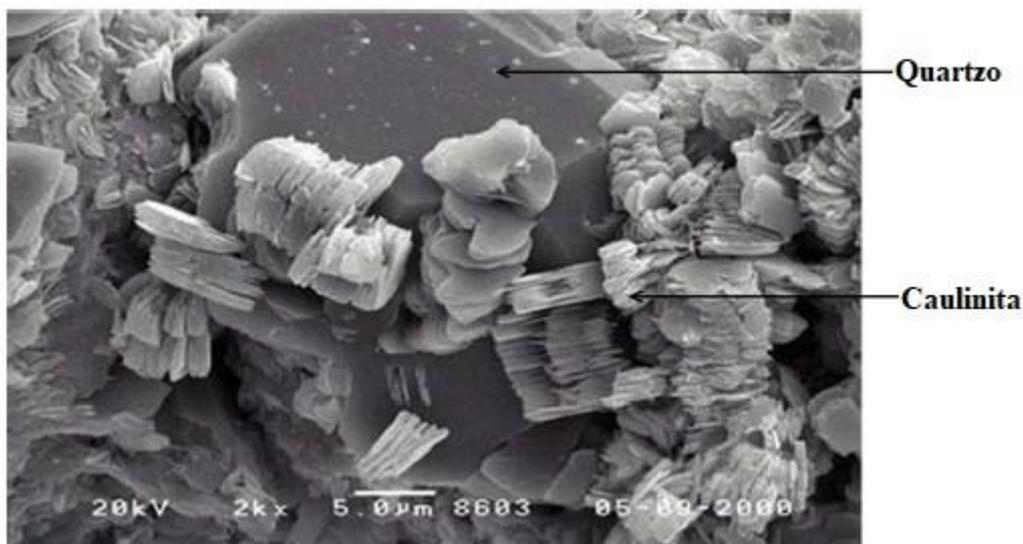
A união entre essas camadas ocorre através de ligações de hidrogênio entre os grupos OH da camada de octaedros de alumínio e os oxigênios da camada de tetraedros de silício. A estrutura cristalográfica da caulinita pode ser vista na figura 3.4.



**Figura 3-4 Estrutura cristalográfica da caulinita (Fonte: BICH, 2005)**

Os cristais da caulinita são encontrados sob a forma de plaquetas hexagonais e geralmente apresentam morfologia bastante regular.

A figura 3-5 mostra uma imagem da estrutura morfológica da caulinita, obtida pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV). É possível identificar o empilhamento das camadas que caracterizam a caulinita e suas formas hexagonais (SAN NICOLAS 2011).



**Figura 3-5: Imagem MEV da caulinita (Fonte: SAN NICOLAS, 2011)**

A caulinita e alguns minerais de ferro são formados a partir de processos de laterização, justificando assim a presença do mineral caulinita em rochas como a metabásica intemperizada e o filito, que são rochas características de material estéril para a lavra de minérios de ferro no Quadrilátero Ferrífero. RODRIGUES (2009), afirma que o termo laterito é aplicado a solos formados por ação de intemperismo sobre outros tipos de rochas, geralmente básicas (que possuem alto teor de ferro e magnésio), em climas tropicais.

O caulim natural é uma rocha caracterizada pela presença majoritária da caulinita, associada a outros minerais como quartzo, ilita, hematita, goethita, gibbsita, haloisita, anatásio (TCHAKOUTE *et al.*, 2015). Seu beneficiamento é destinado para várias aplicações industriais, principalmente para a indústria de papel (DNPM, 2018).

As caulinitas naturais geralmente apresentam defeitos de cristalinidade, como defeitos de superfície e defeitos de empilhamento. São irregularidades nas redes cristalinas que quebram a periodicidade do padrão; também podem existir defeitos pontuais de estrutura, como a falta ou a presença de um elemento químico a mais na rede cristalina (BICH, 2005).

ARAÚJO *et al.* (2006) fizeram um estudo de caracterização da caulinita por difração de raios-X. Neste estudo é citado que o elemento de ferro (Fe) é considerado contaminante dos caulins comerciais, podendo ser encontrado sob a forma de minerais como: goethita, hematita, magnetita, pirita e ilmenita, ou ainda que o ferro possa estar contido na estrutura da caulinita sob a forma de impureza substitucional, onde o Fe<sup>3+</sup> substitui o Al<sup>3+</sup> nos sítios octaédricos, o que caracteriza defeitos na estrutura da caulinita. O estudo conclui que a presença de ferro possui relação com a redução da cristalinidade da caulinita.

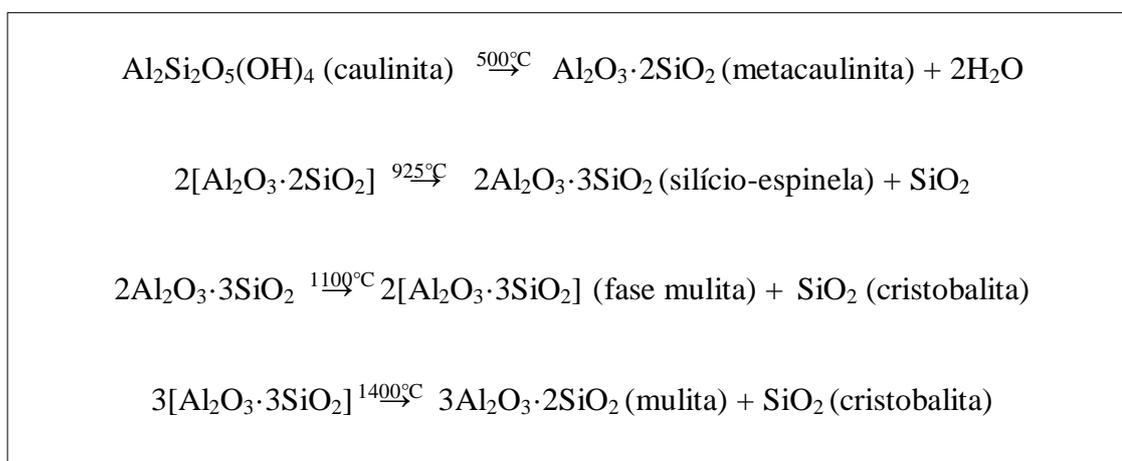
A presença das hidroxilas na caulinita causa importante alteração no processo de queima, onde ocorre a desidroxilação do mineral, formando um composto de estrutura amorfa denominado de metacaulinita. Caulinitas desordenadas, com maiores defeitos cristalinos são mais fáceis de perder as hidroxilas (BICH *et al.* 2009).

A caulinita sofre transformações em sua estrutura quando submetida a processos de queima, essas transformações ocorrem em reações sequenciais como mostrado na tabela 3-1. É importante destacar que a primeira perda de água pela qual a caulinita pode sofrer é a perda de umidade que ocorre em torno de 100°C conforme a equação 3-1 (TEKLAY *et al.*, 2015).

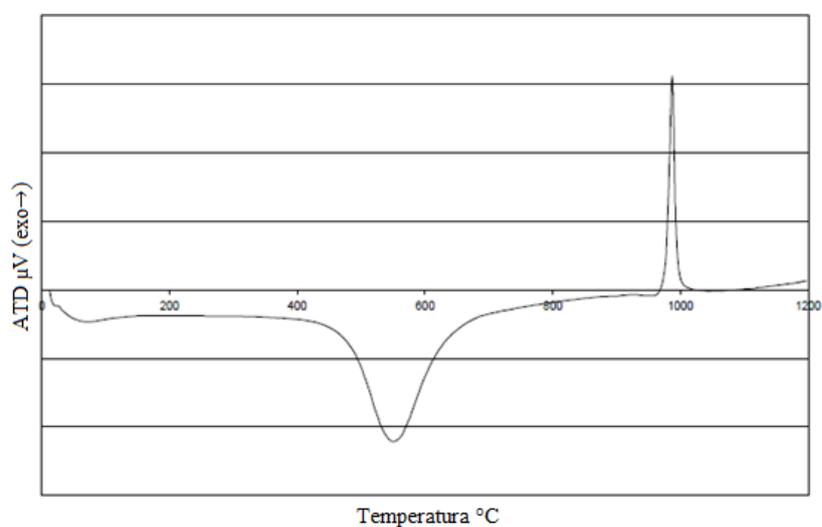


O mineral caulinita quando submetido a temperaturas em torno de 500°C passa pela sua primeira perda de hidroxilas estruturais, gerando a estrutura amorfa, metacaulinita. A partir de 925°C, essa estrutura dá origem à fase intermediária de silício-espínela, e acima de 1100°C, ocorre recristalização formando a fase mulita em conjunto com a cristobalita.

**Tabela 3-1: Série de reações da caulinita (BRINDLEY E NAKAHIRA, 1958)**



Uma forma de identificar essas transformações térmicas da caulinita é fazer a análise térmica diferencial (ATD), onde é possível observar os fenômenos resultantes de variação de energia. A figura 3-6 apresenta a ATD de uma amostra de caulinita.



**Figura 3-6: Análise térmica diferencial (ATD) da caulinita (Fonte: BICH, 2005)**

A curva coloca em evidência três fenômenos:

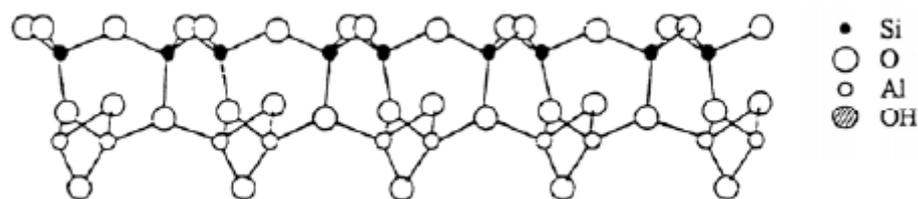
- Desidratação: pico endotérmico de baixa amplitude em 100°C; ocorre a evaporação de água não ligada (perda de umidade), a estrutura cristalina da argila não é modificada;

- Desidroxilação: pico endotérmico de grande amplitude em 500°C; ocorre a eliminação das hidroxilas estruturais da caulinita. A partir desse ponto ocorre formação da fase denominada de metacaulinita;
- Recristalização: pico exotérmico em torno de 1000°C; a partir dessa temperatura a metacaulinita passa por um processo de rearranjo estrutural referente à recristalização, no qual ela se transforma primeiramente em pseudoespinela de alumínio e silício, e posteriormente em mulita ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ), um composto de baixa reatividade.

### 3.3 Metacaulinita

A metacaulinita é a fase mais reativa das séries de transformações térmicas pelas quais a caulinita passa, com uma estrutura pobre em cristalinidade, sendo por essa razão considerada uma pozolana artificial.

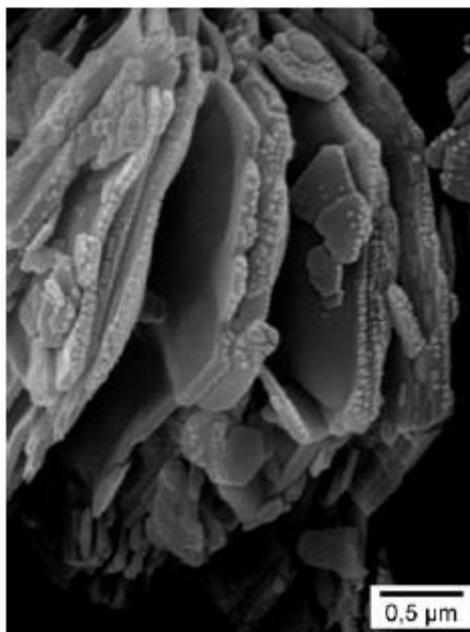
O metacaulim é o produto da calcinação de uma argila caulínica, associada a diferentes minerais (filossilicatos, quartzo e óxidos de ferro) em proporções variáveis de acordo com o depósito mineral (SAN NICOLAS 2011). A composição química do metacaulim contém essencialmente sílica e alumina. A figura 3-7 apresentara um modelo da estrutura química do metacaulim.



**Figura 3-7: Estrutura química do metacaulim (Fonte: BRINDLEY *et al.*,1959 apud BICH, 2005)**

A figura 3-8 mostra uma imagem do microscópio eletrônico de varredura (MEV), de uma amostra de metacaulim calcinado via calcinação flash, para o estudo do impacto da calcinação na morfologia dos minerais. A figura 3-8 se distingue da estrutura folheada e

hexagonal da caulinita da figura 3-5, sendo importante notar que as lamelas parecem estar ligeiramente afastadas umas das outras. Na figura 3.8 existem faces hexagonais danificadas, o que é característico da estrutura da caulinita calcinada.



**Figura 3-8: Imagem MEV de metacaulim (Fonte: BICH, 2005)**

BICH *et al.* (2009) estudaram a influência da taxa de desidroxilação na atividade pozolânica de metacaulim, para isso calcinaram em forno elétrico três amostras diferentes de caulim variando o tempo e temperatura de calcinação, uma das conclusões foi que quando a desidroxilação não foi completa, com taxa de desidroxilação menor que 100%, a caulinita residual no metacaulim passou a ser menos cristalina e com elevados defeitos de superfície. Outro ponto de destaque é que foram realizados ensaios de determinação de área superficial específica pelo método BET, nas amostras antes e após a calcinação e o resultado mostrou que após a calcinação o valor de ASE diminuiu na maioria das amostras.

Quanto maior o grau de amorfização do metacaulim maior tende a ser sua reatividade. A presença de materiais inertes e impurezas pode reduzir a reatividade do mesmo (ROCHA, 2005).

A tabela 3-2 mostra a composição química de diferentes caulins usados como matéria-prima para a produção de metacaulins. A soma dos teores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dos caulins provenientes do Brasil estudados por Bich (2005) correspondem a aproximadamente 80% da composição química e os caracterizados por San Nicolas *et al.* (2013) correspondem quase à totalidade dos materiais. Fundamentado nesses dados é possível perceber que a identificação desses elementos é importante no estudo de matérias-primas para a produção de pozolanas.

**Tabela 3-2: Composição química de diferentes tipos de caulins**

Autores	Ano	Material	Teor (%)			
			$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	Outros
Bich	2005	Caulim do Brasil	29,54	57,61	0,78	12,07
		Caulim do Brasil	34,55	47,15	1,31	16,99
San Nicolas <i>et al.</i>	2013	Caulim do Suriname	37,98	58,36	1,49	2,17
		Caulim da França	32,44	63,62	1,78	2,16
		Caulim da França	26,93	68,44	2,57	2,06

### 3.4 Calcinação Flash

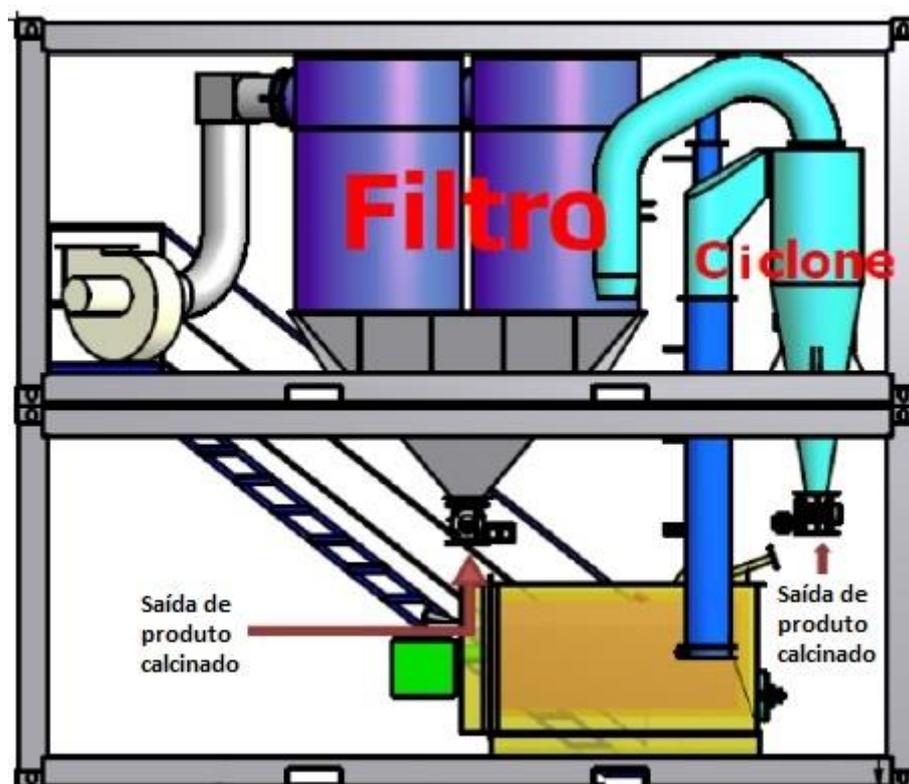
BICH (2005) conceitua calcinação como sendo um tratamento térmico realizado em presença de ar sobre os corpos sólidos. A calcinação flash se caracteriza por um processo de rápido aquecimento, calcinação e resfriamento (SABIR *et al.*, 2001), onde as partículas sólidas encontram-se em uma granulometria muito fina. Dependendo da matéria prima não é necessário cominuir o material como, por exemplo, caulim, solo laterítico, filitos e rochas como a metabásica intemperizada, esses materiais são facilmente desagregados em peneiras vibratórias ou mesmo após um tempo de secagem em ambiente natural. Outros materiais como arenitos, quartzitos e ardósia, por exemplo, requer uma cominuição para entrada no processo flash (GAMA *et al.*, no prelo).

A figura 3-9 mostra a esquemática do forno de calcinação flash situado no Laboratório de Geotecnologia e Geomateriais (LGG-UFMG). O forno pode ser descrito como uma calcinador de partículas abaixo de  $80\mu\text{m}$ , ou seja, de materiais pulverulentos. A matéria

prima com granulometria adequada e com umidade máxima de 1,5% é conduzida por um alimentador pneumático para um tubo na forma de U, este tubo é o calcinador flash.

Um ventilador industrial provoca uma pressão negativa neste tubo, gerando uma sucção da matéria prima. A câmara de combustão é alimentada com ar e combustível através de um soprador, através da pressão negativa no tubo o material é sugado pelo tubo a uma velocidade da ordem de alguns centésimos de segundos onde o combustível e o ar também são soprados e sugados pelo ventilador. Neste tubo a matéria prima sofre de um choque térmico transformando a cristalografia original em amorfa. O ciclone seleciona as partículas produzidas, através da diferença de densidade e forma. As possibilidades de gerar produtos dependem da matéria prima calcinada. No caso da rocha metabásica os produtos são pozolana (cristalografia amorfa), sílica e óxido de ferro.

O tempo de queima é extremamente rápido, podendo ser aquecido a uma taxa de 100 a 103°C por segundo, dessa forma a desidroxilação ocorre em uma fração de segundos.



**Figura 3-9: Representação de calcinador flash em usina piloto (LGG Usina Piloto DEMIN-UFMG)**

A temperatura média de calcinação em um forno flash é de 500° a 950°C, sendo considerada uma temperatura não elevada para um processo de calcinação, dessa forma o consumo térmico do processo é menor, o que também ocasiona menores perdas térmicas, quando comparado a processos tradicionais de calcinação.

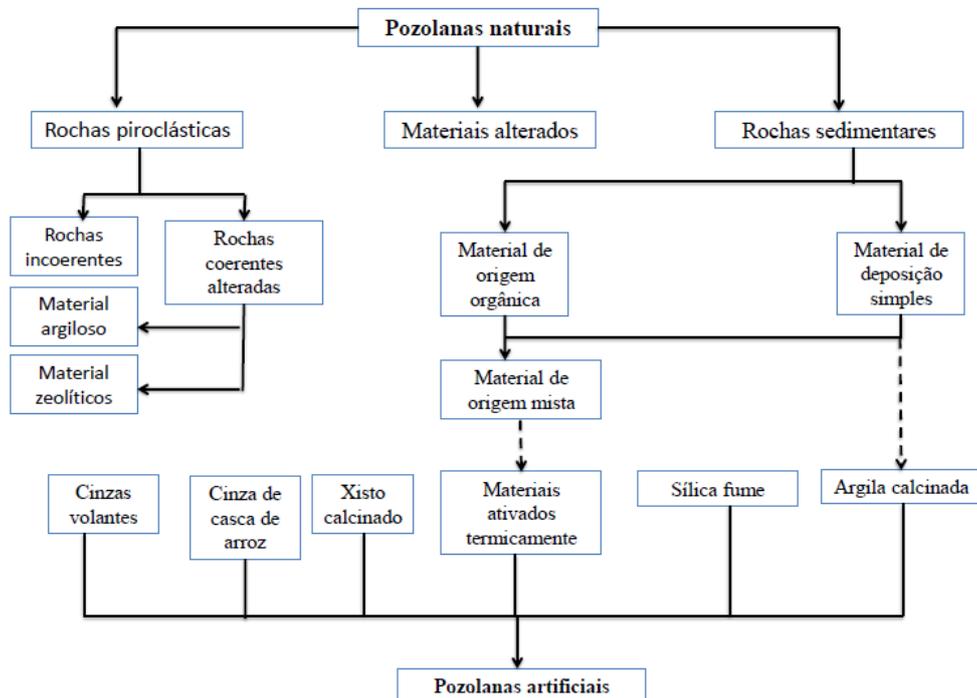
Segundo SAN NICOLAS (2011) o uso de fornos do tipo flash consome 2.2 MJ por tonelada de metacaulim produzido, o que representa 80% a menos da energia consumida durante a produção do cimento Portland.

### **3.5 Materiais Pozolânicos**

A ABNT NBR 12653/2014 define os materiais pozolânicos como sendo materiais silicosos ou silicoaluminosos que, sozinhos, possuem pouca ou nenhuma propriedade ligante, mas que, quando finamente divididos e na presença da água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente, formando compostos com propriedades ligantes.

As pozolanas podem ser classificadas em dois diferentes grupos, as naturais e as artificiais. A figura 3-10 exemplifica que as pozolanas ditas como naturais podem ter origem de rochas piroclásticas, que são um tipo de rocha específico de rocha ígnea formadas por erupções vulcânicas explosivas (CPRM, 2015), origem de materiais alterados ou por rochas sedimentares.

O interesse em estudar e utilizar os materiais pozolânicos na área de construção civil aumentou depois da descoberta da existência de reações álcali-agregado no concreto, propiciando a incorporação de materiais pozolânicos em cimentos pozolânicos e concretos de baixo calor de hidratação e de altas resistências (FARIA, 2004). As reações álcali-agregado podem ser definidas como uma degradação que afeta o concreto no estado endurecido em idades tardias, através do fenômeno de expansão (VALDUGA, 2002).



**Figura 3-10: Materiais pozolânicos (Adaptado de MASSAZZA, 1993)**

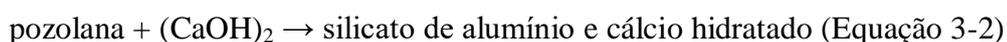
Outra questão de destaque do uso de pozolanas é a questão ambiental envolvida, pois as pozolanas classificadas como artificiais são em grande maioria provenientes de alguma atividade industrial, subprodutos que após estudos estão sendo incorporados em diferentes áreas.

Um exemplo são as cinzas volantes classificadas como resíduos sólidos resultantes da queima de carvão em indústrias termoelétricas, que além de já serem incorporadas na construção civil, como por exemplo, substituinte de areia e cimento no concreto (RAFIEIZONOOZ *et al.* 2016), possuem também aplicação na agricultura, melhorando as características físicas e nutricionais dos solos (YUNUSA *et al.* 2006).

FRÍAS *et al.* (2014), mostrou o uso de resíduo da extração de ardósia, que ao ser ativado por aquecimento em forno elétrico, foi incorporado em misturas para matrizes cimentícias, o estudo mostrou que essa da pozolana artificial atendeu a especificação de resistência mecânica.

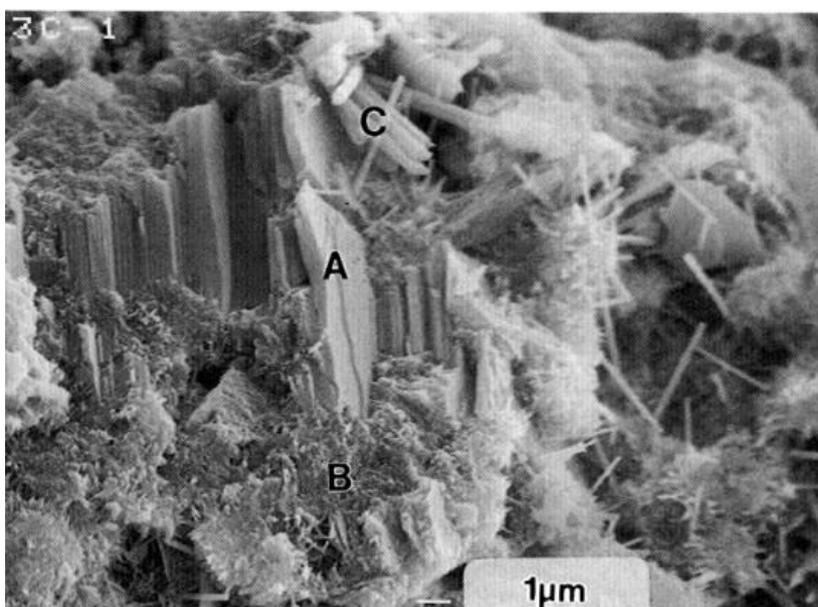
### 3.5.1 Reação Pozolânica

A reação pozolânica é definida como sendo a reação entre uma pozolana e o hidróxido de cálcio, equação 3-2. Sua importância é advinha do fato de que essa reação consome óxido de cálcio, ao invés de produzi-lo, proporcionando uma significativa contribuição na durabilidade de pasta endurecida de cimento frente a meios ácidos (MEHTA e MONTEIRO, 1994). Estudos comprovam que a incorporação de metacaulim em substituição de parte do cimento gera mais compostos hidratados, devido à reação pozolânica, quanto comparado a uma matriz formulada com 100% de cimento (SAN NICOLAS, 2011).



WILD *et al.* (1996) concluíram que existem três fatores que influenciam a contribuição do metacaulim para o aumento da resistência do concreto, quando a pozolana substitui parcialmente o cimento no concreto. Os fatores são o efeito de enchimento, a aceleração da hidratação do cimento Portland e a reação pozolânica do metacaulim com os hidróxidos de cálcio (C-H).

A figura 3-11 mostra a imagem do microscópio eletrônico de varredura, obtida a partir de elétrons retroespalhados de uma amostra de pasta de cimento hidratado em concreto com razão água/ cimento = 0,50 a 0,55, onde são identificados os produtos de hidratação de cimento. A fase representada pela letra (a) consiste no hidróxido de cálcio,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , (C-H) a portlandita, que possui cristais em formas hexagonais. A presença desse composto confere diminuição da resistência do cimento.



**Figura 3-11: Imagem de elétrons retroespalhados de amostra de pasta de cimento hidratado (SARKAR *et al.*, 2001)**

A fase de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) é sinalizada pela letra (a) na imagem, sua morfologia característica são estruturas fibrilares, que formam uma rede reticular. É o componente mais importante da pasta de cimento hidratada, pois fornece a propriedade cimentícia ou de ligação necessária ao produto final, contribuindo para a força do concreto (SARKAR *et al.*, 2001). A fase identificada como (b) na imagem são agulhas de etringita, produto da hidratação dos aluminatos reagidos com sulfato na pasta de cimento hidratada.

### **3.6 Análises Térmicas**

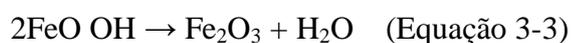
Durante um processo de aquecimento controlado a observação do comportamento da amostra e a medição quantitativa das mudanças durante esse aquecimento podem gerar informações úteis sobre a natureza do material em estudo (HAINES, 2002). Um dos métodos que realizam esse estudo é a termogravimetria (TG), a qual utiliza um instrumento denominado de termobalança.

IONASHIRO (2004) conceitua as termobalanças como sendo equipamentos que registram de forma contínua a variação do peso da amostra de acordo com a variação de temperatura (aquecimento ou resfriamento). As curvas de variação de massa são em função da temperatura e são geradas através desses registros, as variações de massa podem ser de perda ou ganho, sendo a perda o mais comum. Esse método permite o estudo de fases que sofrem decomposição térmica, a exemplo dos minerais e fases orgânicas (BRANDÃO, 2016).

Dessa forma, nas curvas TG, os desníveis determinados em relação ao eixo das ordenadas correspondem às variações de massa que ocorreram na amostra durante a análise e com isso gera resultados quantitativos sobre a mesma (IONASHIRO, 2004).

É possível determinar a derivada das curvas de TG, a fim de saber com exatidão o ponto específico do pico de variação de massa da amostra. Essa análise é a termogravimetria derivada (DTG), que consiste na determinação da derivada primeira da variação de massa em relação ao tempo e é registrada em função da temperatura ou tempo.

Diversos estudos mostram o comportamento térmico dos minerais através das análises termogravimétricas, como a exemplo do mineral gibbsita, que passa pelo processo de desidroxilação na faixa de temperatura entre 200°C a 400°C (MALKI *et al.*, 2014) já o mineral goethita que perde as hidroxilas e começa a formar a hematita a partir de 300°C-350°C de acordo com a equação 3-3 (CARNEIRO *et al.*, 2003; FERREIRA *et al.*, 2012).



O processo de calcinação flash do mineral gibbsita dá origem a compostos denominados de aluminas de transição, que são utilizadas para produção de transportadores catalíticos e adsorventes, ao submeter à gibbsita a temperaturas de 400 a 800°C pelo tempo inferior a 1segundo são gerados produtos quase amorfos, característicos por serem defeituosos e possuírem reatividade química (MIŠTA e WRZYSZCZ, 1999).

## **4 METODOLOGIA**

### **4.1 Matéria-prima**

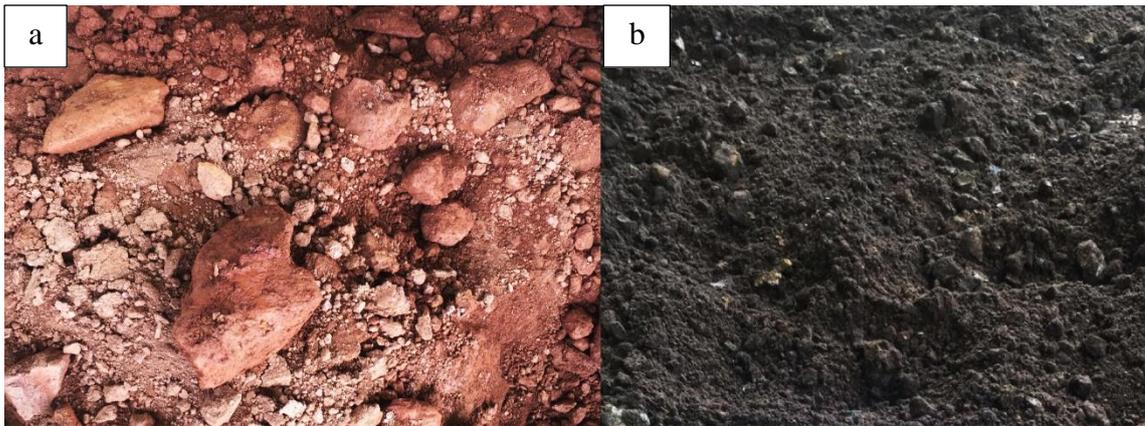
Neste trabalho foram utilizadas como matérias-primas amostras de dois tipos de rochas classificadas como estéreis de uma mineração de ferro localizada no Quadrilátero Ferrífero de Minas Gerais. A amostragem do material foi realizada nas pilhas de estéreis de cada tipo de rocha, denominadas metabásica intemperizada e filito. Esses materiais são denominados de amostras cruas.

Após a adequação dessa matéria-prima foi realizado o processo de calcinação em forno flash para cada tipo de rocha, os produtos dessas calcinações foram denominados de metabásica flash e filito flash.

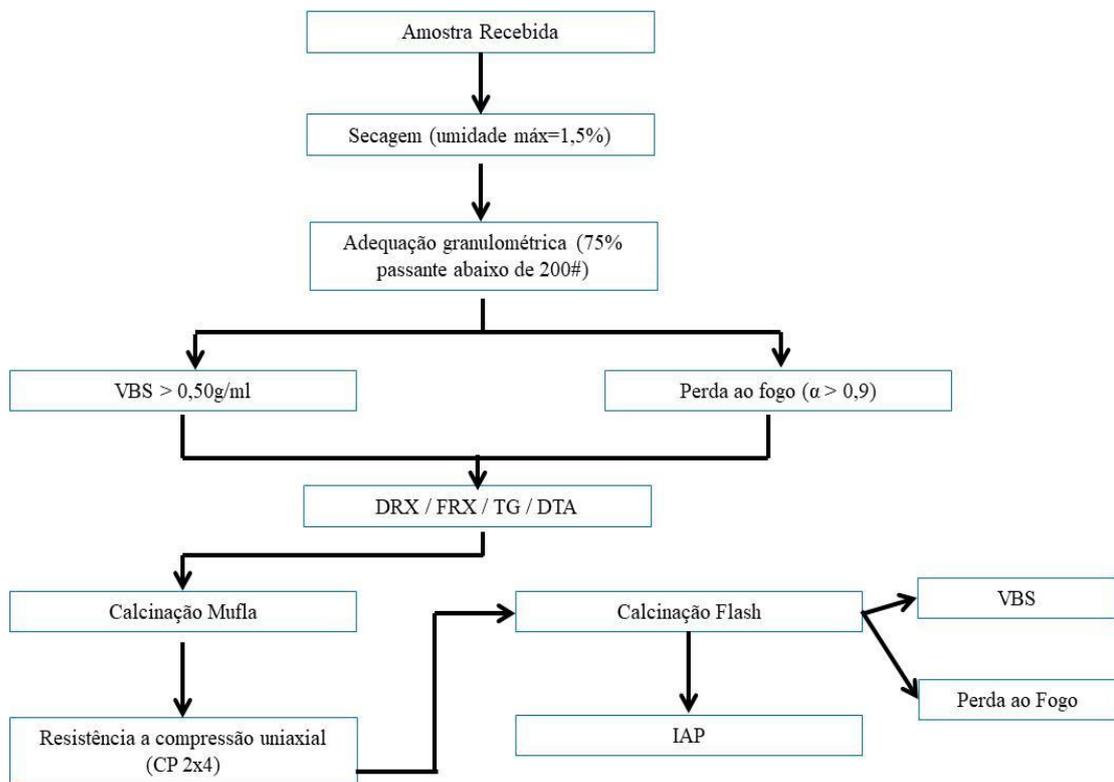
### **4.2 Processo de calcinação flash**

As amostras de metabásica intemperizada e filito, denominadas como cruas, foram entregues no Laboratório de Geotecnologia e Geomateriais (LGG-UFMG) situado em Pedro Leopoldo-MG. A figura 4-1 (a) ilustra a amostra de metabásica intemperizada e a figura 4-1 (b) a amostra de filito, em ambas é possível perceber a heterogeneidade granulométrica do material. Todas as etapas de preparação das amostras, calcinação em forno flash e os testes de resistência à compressão uniaxial, foram realizados no LGG-UFMG, a figura 4-2 representa um esquema simplificado dessas etapas desde a preparação da matéria-prima, até o produto final denominado de calcinado flash.

A preparação das amostras para iniciar o processo de calcinação flash incluiu as etapas de adequação de umidade e granulometria. Esses processos de adequação são importantes, pois o forno flash é um equipamento que para ter um bom rendimento na calcinação, a matéria-prima deve estar com granulometria fina e com baixa umidade, para evitar fenômenos de aglomeração da matéria na entrada do forno, o que pode comprometer a eficiência do processo.



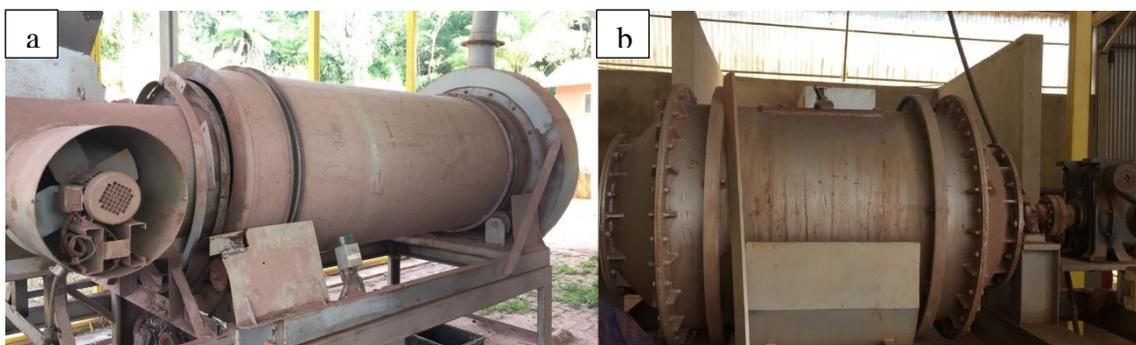
**Figura 4-1: Amostras do material recebido no LGG-UFMG: metabásica intemperizada crua (a) filito cru (b)**



**Figura 4-2: Fluxograma dos processos realizados no laboratório de geotecnia e geomateriais**

A adequação da umidade foi realizada no secador até que o material atingisse a umidade máxima de 1,5%. A adequação da granulometria dos materiais para alimentar o forno flash deve ser de 75% do material abaixo de 200#, e para isso foi utilizado o moinho de

bolas. A figura 4-3 (a) mostra o equipamento de secagem e a figura 4-3 (b) o de cominuição utilizados no LGG-UFMG.



**Figura 4-3: Equipamentos de adequação de umidade e granulometria secador (a) e moinho de bolas (b)**

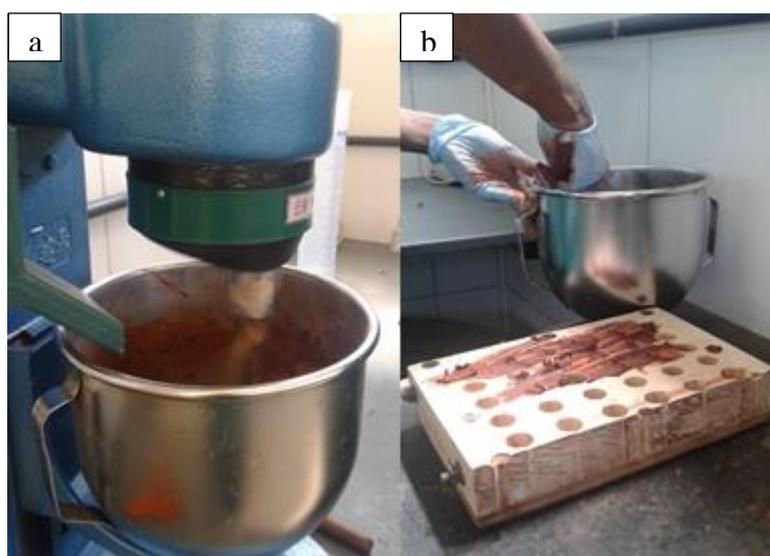
Após a preparação, as amostras dos materiais crus, foram submetidas ao ensaio de adsorção de azul de metileno (VBS) este se fez necessário para a determinação da quantidade de argila presente no material. O ensaio consiste em medir a capacidade de adsorção do azul de metileno em um solo ou material rochoso, segundo a norma francesa NF-P 94-068. O índice VBS é expresso em gramas do material argiloso por mililitro de solução de azul de metileno adsorvido, a concentração dessa solução neste teste é de 10g/L. O valor do VBS deve ser acima de 50% para que o material siga no processo.

Para auxiliar na determinação da temperatura ótima de calcinação foi realizado o ensaio de perda ao fogo, que consiste em calcinar o material em mufla a diferentes temperaturas, e ir pesando a cada calcinação, esta etapa é relevante, pois possibilita o estudo do comportamento das matérias-primas quando submetidas à elevação de temperaturas, visando a determinação do potencial pozolânico das mesmas. As temperaturas usadas foram de 380°C, 750°C e 1000°C, com esses dados foi possível calcular o parâmetro de desidroxilação denominado de  $\alpha$ , cálculo este realizado internamente no laboratório de geotecnologia e geomateriais da UFMG.

Seguindo o fluxograma de produção, o material passa para a etapa de caracterização, que inclui as técnicas de difração de raios-X, espectrometria de fluorescência de raios-X e análises térmicas, porém esta etapa foi realizada posteriormente, sendo essas as análises de estudo da presente dissertação.

O material com a validação das etapas anteriores a caracterização foi calcinado em mufla à temperatura constante de 770°C, esse procedimento através da calcinação em leito fixo permite a avaliação dos materiais em laboratório, e por calcinar uma pequena quantidade de material possui uma boa correlação com a calcinação flash. Com o produto calcinado em mufla foram moldados corpos de prova com altura de 4cm e diâmetro de 2cm, constituídos de 60% de material calcinado em mufla e 40% de cal hidratada, essa mistura é submetida ao teste vicat, o qual determina de forma prática o índice de água da mistura. A figura 4-4 mostra a preparação da mistura que é realizada em uma argamassadeira da marca Dedong, e a moldagem dos corpos de prova.

Após a moldagem os copos de prova foram para a etapa de secagem em estufa a 40°C por 24horas, em seguida foram desinformados e mantidos por 24, 48 e 72horas em processo de cura acelerada, imersos em água, dentro de estufa com a mesma temperatura de 40°C.



**Figura 4-4:** Argamassadeira de bancada (a) e molde para os corpos de prova (b)

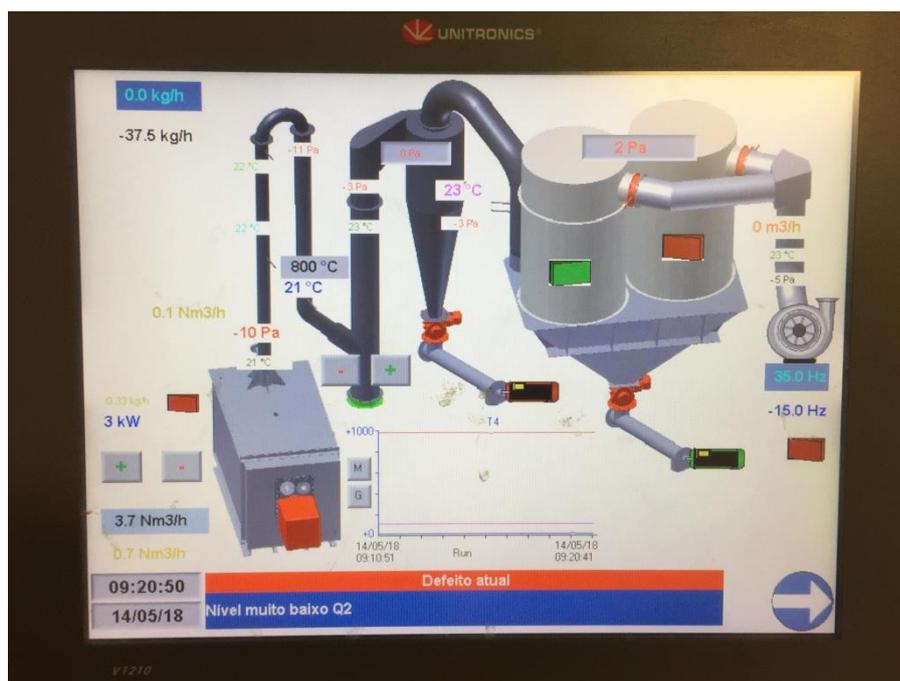
O rompimento dos corpos de provas para os ensaios mecânicos de compressão foram realizados em prensa hidráulica com capacidade de carga de 5 toneladas, a figura 4-5 mostra a prensa utilizada no LGG-UFMG da fabricante Contenco, marca Pavitest.



**Figura 4-5: Prensa hidráulica**

Após valores médios de resistência acima de 10MPa a 72 horas o material é validado e segue para a calcinação em forno flash, outro indicativo de que a matéria-prima possui boa reatividade são aumentos significativos de resistência com os tempos de 24, 48 e 72 horas de cura.

Com as amostras validadas o material está apto a seguir para a etapa de calcinação no forno flash. A figura 4-6 ilustra o painel digital de controle do forno flash em operação no LGG-DEMIN-UFMG. O forno possui duas saídas de produto, uma no ciclone e outra nos filtros.



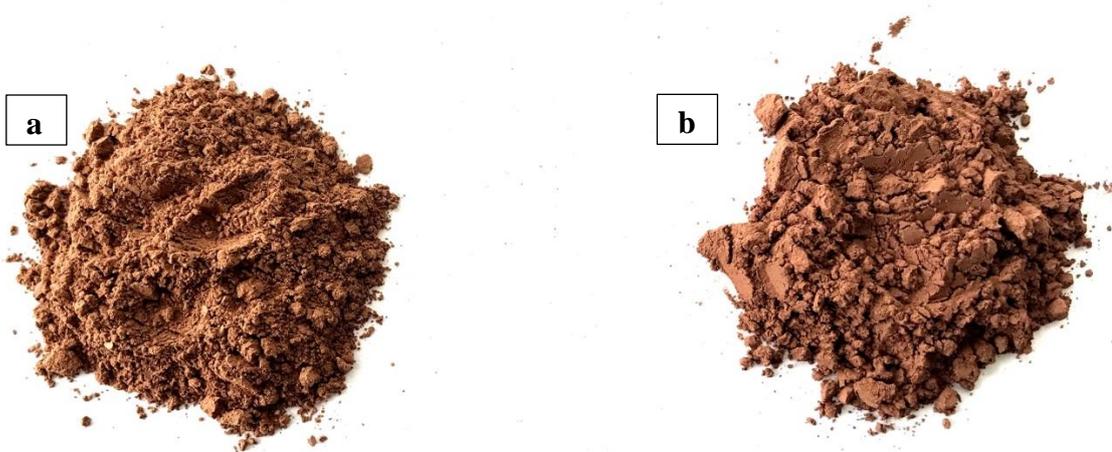
**Figura 4-6: Painel de controle digital do forno em escala piloto do LGG-UFGM**

Os testes internos de perda ao fogo no LGG-DEMIN-UFGM determinaram que a temperatura ótima para calcinação flash do material metabásica intemperizada crua foi de 770°C, e para o filito cru 750°C. Em todos os processos de calcinação os produtos são submetidos aos testes de perda ao fogo e VBS, esses são tidos como ensaios de controle de processo, a fim de atestar a boa eficiência do forno flash.

### **4.3 Caracterização das Matérias-Primas e Produtos Calcinados**

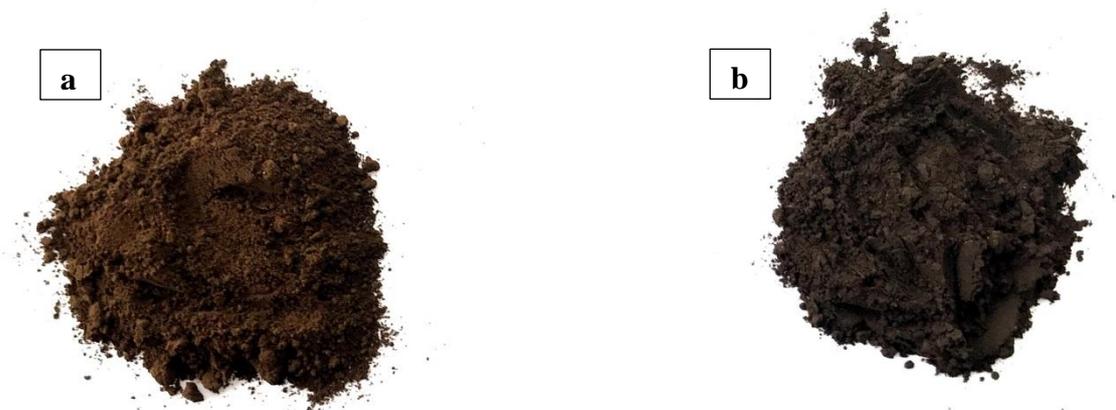
#### **4.3.1 Preparo das Amostras**

As amostras para caracterização das rochas metabásica intemperizada crua e filito, consideradas como matérias-primas do processo, foram entregues em conjunto com as amostras de metabásica intemperizada calcinada e filito calcinado, produzidas no LGG-DEMIN-UFGM. A figura 4-7 ilustra a amostra de metabásica intemperizada crua e a amostra calcinada, é possível perceber que após o processo de calcinação via forno flash ocorreu uma leve variação de tons marrons entre as amostras.



**Figura 4-7: Amostras para caracterização metabásica intemperizada crua (a) e metabásica intemperizada calcinada (b)**

A figura 4-8 ilustra a amostra de filito cru e a amostra de filito calcinado. É notável que após o processo térmico de calcinação em forno flash ocorre diferença entre as cores das amostras, onde o material cru tem coloração marrom e o material calcinado passa a ter uma coloração mais escura, se aproximando do tom preto.



**Figura 4-8: Amostras para caracterização filito cru (a) e filito calcinado (b)**

#### **4.3.2 Análise Granulométrica**

A análise granulométrica foi realizada no granulômetro a difração laser CILAS 1064. Para realizar a técnica foi utilizado o dispersante hexametáfosfato de sódio com concentração de 0,05% em massa, em água deionizada.

O intuito dessa etapa é comparar o tamanho de partículas dos dois tipos de materiais estéreis em estudo, e ainda inferir sobre o que ocorre com a distribuição granulométrica do material após passar pelo processo de calcinação em forno do tipo flash.

#### **4.3.3 Espectrometria de Fluorescência de Raios-X**

A espectrometria de fluorescência de raios-X é uma técnica não destrutiva que permite identificar os elementos químicos presentes em uma amostra (análise qualitativa) assim como estabelecer a proporção (concentração) em que cada elemento se encontra presente na amostra.

A análise foi realizada pela empresa FRX Services pelo espectrômetro Philips modelo PW-2404, com tubo de anodo de ródio e potência de 4kW.

#### **4.3.4 Difractometria de Raios-X**

A difração de raios-X é uma técnica que fornece informações sobre as características estruturais dos materiais. Os dados de difração de pó são usualmente representados através de difratogramas em que a intensidade da radiação difratada é representada em função tanto do ângulo de difração  $2\theta$  ou em função da distância interplanar  $d$ .

Utilizou-se a difratometria de raios-X para a identificação das fases cristalinas presentes nas amostras. O equipamento empregado para a análise foi o difratômetro de raios-X para amostras em pó PANALYTICAL (PHILIPS), sistema X'Pert-APD, controlador PW-3710/31, gerador PW-1830/40, goniômetro PW-3020/00.

Os métodos de análises foram efetuados a partir da comparação dos valores obtidos das distâncias interplanares e as intensidades dos picos das amostras em estudo, registrados pelo equipamento, com os valores de referência, do banco de dados do COD 2011 (Crystallography Open Database).

A técnica obteve resultados semiquantitativos das fases cristalinas contidas nas amostras de metabásica intemperizada crua e calcinada e para as amostras de filito cru e calcinado.

#### **4.3.5 Análise Térmica Diferencial (DTA) e Análise Termogravimétrica (TGA)**

Para o estudo termodinâmico de mudanças de fases das amostras cruas e calcinadas foram realizadas as técnicas de análise térmica diferencial (DTA) e a análise termogravimétrica (TGA) no Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN-UFMG).

Foi utilizado o equipamento analisador térmico simultâneo STA 449 F3 Jupiter do fabricante NETZSCH, com atmosfera de nitrogênio 50ml/min, e razão de aquecimento de 10 graus centígrados/min até a temperatura de 1000°C.

#### **4.3.6 Área Superficial Específica**

O ensaio de área superficial específica (ASE) foi realizado pelo método BET (iniciais de Brunauer, Emmett e Teller), por adsorção gasosa (usando nitrogênio), no Laboratório de Caracterização de Sólidos Particulados, Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.

O instrumento utilizado foi o Quantachrome, modelo Nova 1200e, com temperatura de limpeza do material a 150°C; esta temperatura foi utilizada para queima da matéria orgânica que poderia estar presente nas amostras das rochas cruas. Os resultados gerados se basearam nos parâmetros multi-point BET.

#### **4.4 Ensaios de Resistência com Produto de Calcinação Flash**

A fim de realizar a avaliação da atividade pozolânica do material calcinado em forno flash, foram efetuados dois diferentes testes de resistências à compressão uniaxial. A seguir são exemplificados os testes.

##### **4.4.1 Resistência à compressão uniaxial com cal hidratada**

Com o intuito de estudar o comportamento físico do material pozolânico (produzido em forno flash) com a cal hidratada foram efetuados testes de compressão uniaxial, este estudo é importante para determinar a evolução da atividade pozolânica, levando como referência a norma francesa NF P 98-104, a qual permite avaliar a interação direta do material pozolânico com o hidróxido de cálcio, o valor de 10MPa mínimo alcançado em 4 dias e ou aumento significativo de resistência com os tempos de 24, 48, 72horas é um indicativo de boa reatividade do material. Foram realizadas misturas nos mesmos parâmetros já descritos para a produção de corpos de prova com material calcinado em mufla, porém com substituição do produto calcinado em mufla, por material calcinado em forno flash. A mistura é composta de 60% de material calcinado flash e 40% de cal hidratada, com corpos de provas foram moldados com 4cm de altura e 2cm de diâmetro, esses são denominados de corpos 2x4. As rupturas foram realizadas após 24, 48 e 72horas de cura usando prensa hidráulica com capacidade de carga de 5toneladas.

##### **4.4.2 Resistência à compressão uniaxial segundo norma**

Foi realizada a avaliação da atividade pozolânica do material metabásica flash com cimento Portland CP II 32-F, de acordo com a norma ABNT NBR 5.752/2014. Neste ensaio são realizadas duas misturas de argamassa, uma de referência, contendo quatro frações de areias normatizadas de 468g cada, 624g de cimento e 300ml de água. A outra mistura foi confeccionada a partir de quatro frações de areias normatizadas de 468g cada, 468g de cimento, 156g de material pozolânico (25% de substituição em massa),

300 ml de água e como aditivo plastificante foi utilizado a melanima pura. A atividade pozolânica é dada pela relação entre a resistência à compressão do material de estudo e a resistência à compressão da amostra padrão.

Os corpos de prova moldados com 10cm de altura e 5cm de diâmetros passaram por cura de 28 dias em câmara úmida, para que seja considerado um material pozolânico, o índice de atividade pozolânica após 28 dias de cura deve ser superior a 90%. Com o objetivo de estudar a evolução da atividade pozolânica, foram realizados rompimentos após 7 dias de cura. As rupturas dos corpos de prova foram realizadas em prensa hidráulica de 20tonelas. Os corpos de prova desse ensaio foram denominados de corpos de prova 5x10.

O índice de desempenho com cimento Portland foi calculado através da equação 4-1

$$Icimento = \frac{f_{cB}}{f_{cA}} \cdot 100 \quad \text{Equação 4-1}$$

Onde,

Icimento é índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias;

$f_{cB}$  é a resistência média aos 28 dias dos corpos de prova com cimento e material pozolânico;

$f_{cA}$  é a resistência média aos 28 dias dos corpos de prova moldados como referência.

#### **4.5 Microscopia Eletrônica de Varredura/ Espectroscopia de Dispersão de Energia de Raios-X - MEV/EDS**

O estudo do impacto da calcinação na morfologia dos minerais das amostras cruas e calcinadas foi realizado utilizando o microscópio eletrônico de varredura (MEV).

A preparação das amostras de metabásica intemperizada crua, filito cru e as calcinadas foram feitas por partícula solta, sobre uma fita condutora de carbono, em um suporte

denominado stub. A metalização das amostras foi realizada no metalizador BALTEC MED 20, com liga ouro-paládio.

Amostras dos fragmentos dos corpos de prova utilizados para o teste de resistência à compressão uniaxial também foram analisadas no MEV. Os fragmentos dos corpos de prova rompidos foram secos em estufa em temperatura de 50°C pelo período de 12 horas. Após a secagem os fragmentos foram metalizados com liga ouro-paládio e mantidos em um dessecador até a realização das análises, essa preparação foi necessária como precaução, pois os fragmentos podiam absorver umidade do ambiente, dificultando a realização de vácuo no equipamento MEV, e podendo comprometer o mesmo.

As imagens foram obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEG - Quanta 200 FEI. EDS (espectrômetro de raios-X por dispersão de energia) marca Bruker, software Esprit. 2.1.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Caracterização das amostras de metabásica intemperizada crua e calcinada

A seguir são expostos os resultados de caracterização das amostras de metabásica intemperizada crua e flash.

#### 5.1.1 Análise Granulométrica

A figura 5-1 apresenta a distribuição granulométrica da amostra de metabásica intemperizada, na tabela 5-1 observa-se que o  $d_{50}$  corresponde a  $5,69\mu\text{m}$  e o diâmetro médio das partículas é igual a  $7,21\mu\text{m}$ . Resultado este que está coerente com a especificação granulométrica do forno de calcinação tipo flash do LGG-DEMIN-UFMG, o qual determina que a matéria-prima deve estar 75% passante em 200#, ou seja 75% do material deve estar com granulometria menor do que  $74\mu\text{m}$ .

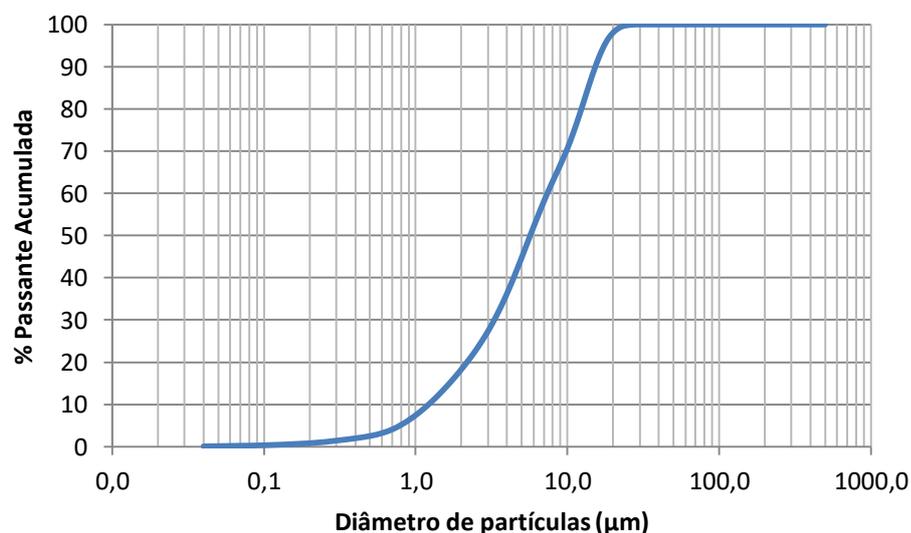


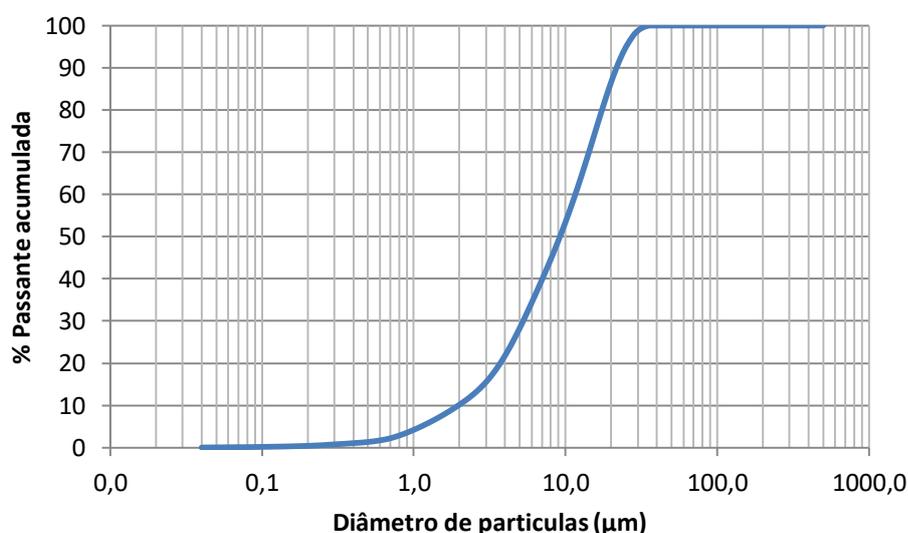
Figura 5-1: Distribuição granulométrica da amostra de metabásica intemperizada crua

**Tabela 5-1: Diâmetro de partículas para amostra de metabásica intemperizada crua**

Diâmetro a 10%	Diâmetro a 50%	Diâmetro a 90%	Diâmetro médio
1,22 $\mu\text{m}$	5,69 $\mu\text{m}$	15,29 $\mu\text{m}$	7,21 $\mu\text{m}$

Na figura 5-2 é observada a distribuição granulométrica da amostra de metabásica flash; comparada com a figura 5-1, é notável um deslocamento vertical da curva granulométrica para a direita, demonstrando que ocorreu um aumento do tamanho de diâmetro de partículas após o processo de calcinação flash.

A tabela 5-2 mostra que o  $d_{50}$  para a metabásica intemperizada flash é de 9,20 $\mu\text{m}$ , e o diâmetro médio é 10,71 $\mu\text{m}$ , resultado que confirma o deslocamento da curva de granulometria da figura 5-2 em relação à figura 5-1, visto que o diâmetro das partículas é maior na amostra calcinada.



**Figura 5-2: Distribuição granulométrica da amostra de metabásica intemperizada flash**

**Tabela 5-2: Diâmetro de partículas para a amostra de metabásica flash**

Diâmetro a 10%	Diâmetro a 50%	Diâmetro a 90%	Diâmetro médio
1,97 $\mu\text{m}$	9,20 $\mu\text{m}$	21,72 $\mu\text{m}$	10,71 $\mu\text{m}$

Os resultados comparativos das análises granulométricas mostram que após o processo de calcinação as partículas do material tendem a se aglomerar, passando pelo processo de sinterização, justificando dessa forma o aumento, mesmo que pequeno, do diâmetro médio de partículas de 7,21µm para 10,71µm.

### 5.1.2 Fluorescência de Raios-X

Para a determinação da composição química, foi realizada a análise quantitativa pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X. A tabela 5-3 mostra o resultado em proporções de óxidos.

**Tabela 5-3: Composição química da amostra metabásica intemperizada crua determinada por fluorescência de raios-X**

<b>Elemento</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>TiO<sub>2</sub></b>	<b>MgO</b>	<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	<b>K<sub>2</sub>O</b>
<b>Teor (%)</b>	29,22	25,96	24,88	5,43	0,59	0,33	0,32
<b>Elemento</b>	<b>V<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	<b>Na<sub>2</sub>O</b>	<b>MnO</b>	<b>CaO</b>	<b>ZnO</b>	<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>PPC</b>
<b>Teor (%)</b>	0,18	<0,1	0,09	0,06	0,02	<0,01	12,67

Com base nos resultados é notável que os maiores teores são de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, somando o valor de 80,06%, o que está de acordo com um dos requisitos químicos presente na norma ABNT NBR 12653/2014, a qual determina que a soma desses teores deve ser igual ou maior a 70%. A fluorescência de raios-X não foi realizada na amostra calcinada, pois como a calcinação flash é um processo térmico, as proporções dos óxidos se mantêm, variando apenas a organização dos mesmos em minerais.

Foi determinado também o valor de perda por calcinação (PPC) a 1000°C, o resultado foi de 12,67%; este valor indica a quantidade de água que foi perdida durante o processo de aquecimento da amostra até a temperatura determinada. Na amostra calcinada, a PPC deve ser muito baixa.

### 5.1.3 Difractometria de Raios-X

O difratograma obtido na análise da amostra de metabásica intemperizada crua está mostrado na figura 5-3. Para a identificação das fases cristalinas contidas na amostra foram usados seguintes padrões do banco de dados COD 2011 (Crystallography Open Database):

- Caulinita: nº 96-900-9235;
- Gibbsita: nº 96-101-1082;
- Hematita: nº 96-900-0140;
- Goethita: nº 96-100-8769;
- Rutilo: nº 96-900-1682;
- Moscovita: nº 96-900-4411;
- Magnetita: nº 96-900-5840;
- Quartzo: nº 96-101-1160.

Pela interpretação da figura 5-3 foi determinada a presença dos minerais caulinita e gibbsita em proporção abundante, hematita em quantidade média, e em baixa quantidade os minerais: goethita, rutilo, moscovita e magnetita. A determinação de quartzo mostrou apenas traço deste mineral na amostra em questão. A tabela 5-4 mostra a fórmula química e composição dos minerais hidratados encontrados na amostra de metabásica intemperizada crua, esses dados são importantes para a análise de resultados térmicos que serão interpretados no próximo item.

**Tabela 5-4: Fórmula química e composição de minerais hidratados da amostra de metabásica intemperizada crua**

Mineral	Fórmula química	Composição
Caulinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	39,5% $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 46,5% $\text{SiO}_2$ ; 14% $\text{H}_2\text{O}$
Gibbsita	$\text{Al}(\text{OH})_3$	65,36% $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 34,64% $\text{H}_2\text{O}$
Goethita	$\text{FeO}(\text{OH})$	90,0% $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ; 10,0% $\text{H}_2\text{O}$
Moscovita	$\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2$	11,82% $\text{K}_2\text{O}$ ; 38,38% $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 45,23% $\text{SiO}_2$ ; 4,29% $\text{H}_2\text{O}$

A figura 5-4 mostra o difratograma obtido para amostra de metabásica flash. Os padrões do banco de dados COD 2011, utilizados para a identificação das fases cristalinas para a amostra, foram:

- Caulinita: nº 96-900-9235;
- Hematita: nº 96-900-0140;
- Rutilo: nº 96-900-1682;
- Moscovita: nº 96-900-4411;
- Magnetita: nº 96-900-5840;
- Quartzo: nº 96-101-1160.

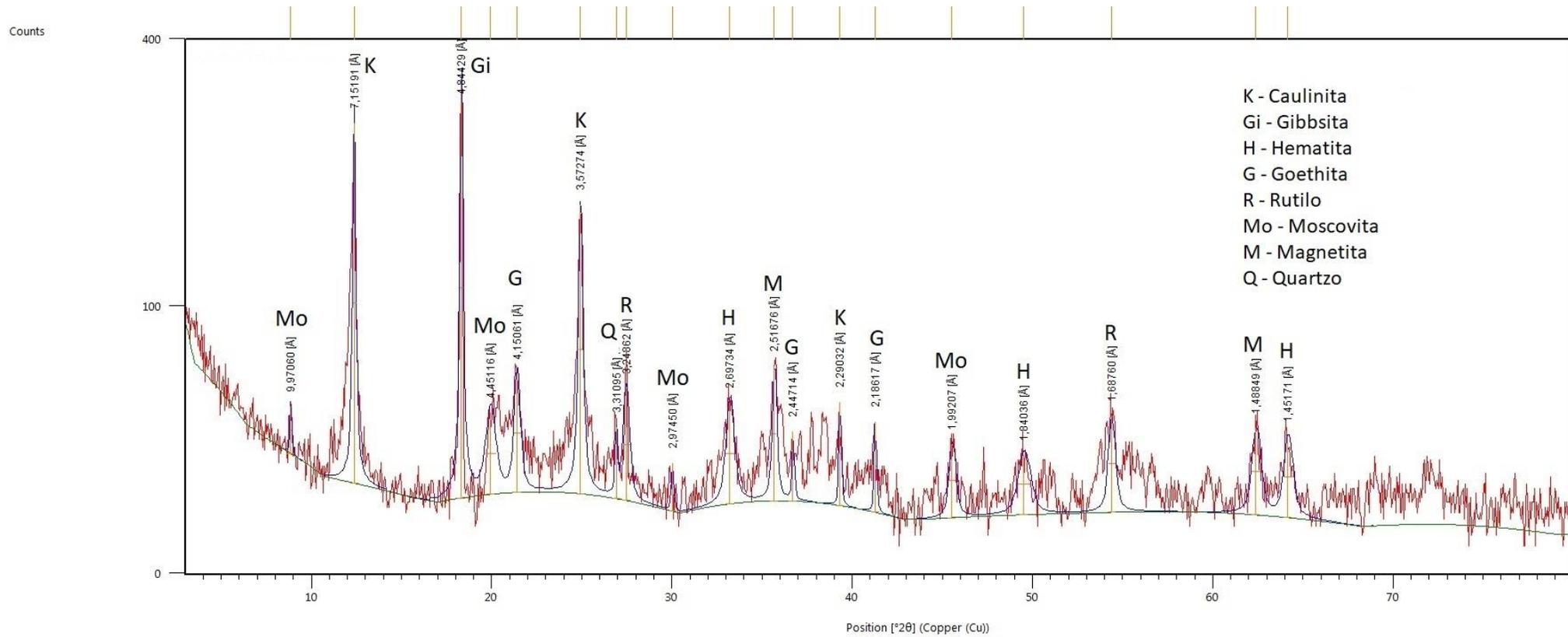
A identificação semiquantitativa das fases cristalinas para a amostra de metabásica flash resultou na determinação dos minerais caulinita e hematita em quantidade média, os minerais rutilo, moscovita e magnetita como baixa proporção e apenas traço de quartzo. É perceptível a presença de material amorfo na amostra devido presença de ruídos no difratograma, que representa em proporção alta a fase dos compostos amorfos.

Comparando os resultados dos difratogramas das amostras crua e calcinada, é perceptível que na amostra crua existem mais fases cristalinas do que na calcinada. as intensidades das fases, mostradas no eixo y do difratograma, da amostra de metabásica intemperizada crua são maiores que as intensidades no difratograma da amostra calcinada. A intensidade para minerais como a caulinita e a gibbsita na amostra crua são da ordem de 400pulsos/s e após a calcinação a intensidade para a caulinita passou a ser

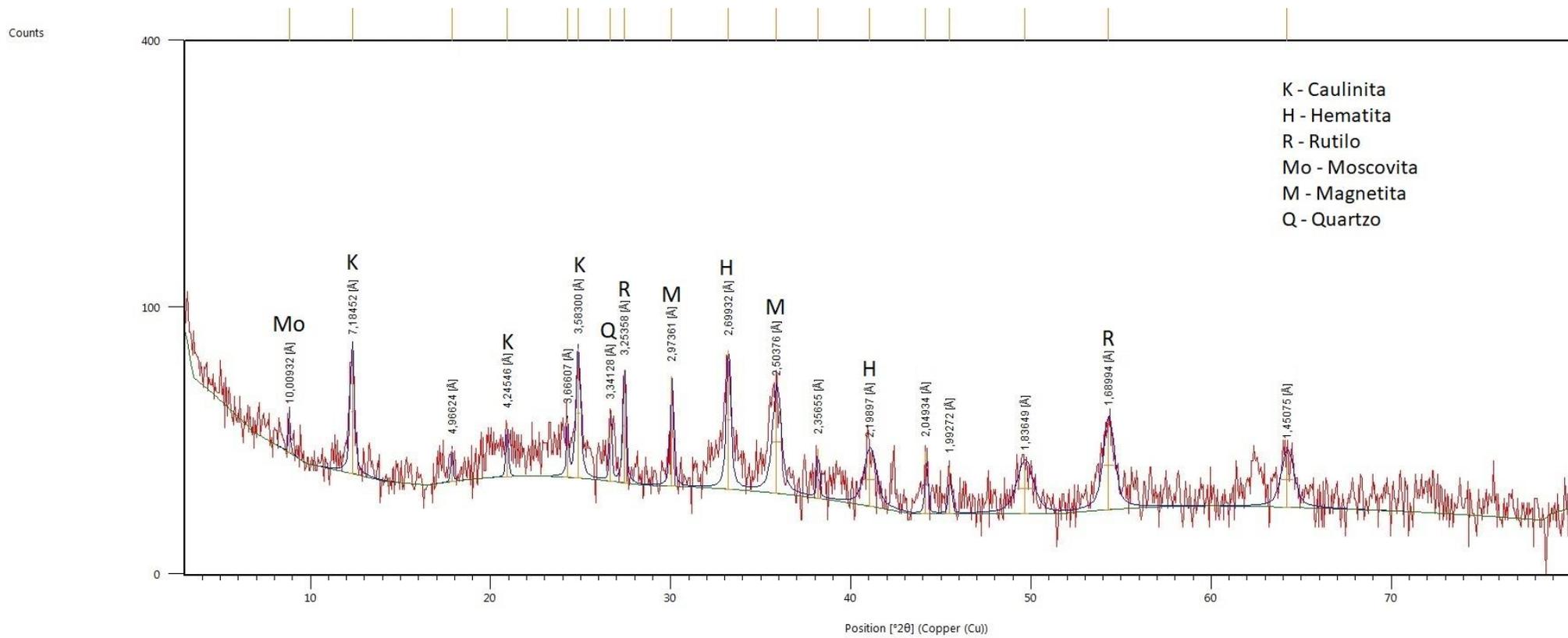
na ordem de 100 pulsos/s, e já a gibbsita não foi identificada, uma vez que após passar por processo térmico, esse mineral passa ao estado amorfo.

A comparação dos difratogramas das amostras crua e calcinada flash da rocha matabásica intemperizada leva à conclusão que ainda existe caulinita residual após a calcinação.

Transformações também podem ser observadas, como a da goethita, que foi identificada na amostra crua, e que após passar pelo processo de calcinação, perdeu suas hidroxilas, passando a hematita, um mineral de ferro não hidratado.



**Figura 5-3: Difratoograma de raios-X da amostra de metabásica intemperizada crua**



**Figura 5-4: Difratoograma de raios-X da amostra de metabásica flash**

#### 5.1.4 Análise Termogravimétrica

A figura 5-5 mostra as curvas de análise termogravimétrica TG até, 1000°C, e sua derivada DTG, para a amostra de metabásica intemperizada crua. Pela difração de raios-X a amostra é composta pelos seguintes minerais hidratados: caulinita, gibbsita, goethita e moscovita. É possível perceber três perdas de massas definidas, a primeira ocorre no início do ensaio, até a temperatura de 204,0°C, com uma variação de massa de aproximadamente de 0,89%; essa etapa caracteriza a perda de umidade, liberando a água não ligada às estruturas cristalinas dos minerais contidos na amostra.

Após a temperatura de 204,0°C até 343,0°C acontece outra variação de massa correspondente a 4,16%, com o pico em 280,9°C, indicando que nesta temperatura a taxa de perda de massa foi máxima. Neste intervalo, a perda de água é atribuída para a decomposição térmica do mineral gibbsita. O último intervalo de perda de massa acontece entre as temperaturas de 343,0°C até cerca de 630°C, com taxa de variação de massa de aproximadamente 6,5% e pico de perda máxima correspondente à temperatura de 510,1°C, valores estão associados à decomposição da goethita com formação de hematita, e principalmente à desidroxilação da caulinita.

É notável que o último intervalo tenda a linearidade da curva de TG a partir da temperatura de 630°C; isso mostra que a partir desse valor não foi registrado perda de massa significativa, indicando que esta temperatura seria suficiente para o processo de calcinação do material. Outro fato é que não se pode atribuir essas variações de massas à moscovita, mineral hidroxilado, que foi encontrado na difração de raios-X, pois este tem como característica a desidroxilação em temperatura elevada, um pouco acima de 1000°C.

É pertinente destacar que a análise termogravimétrica está coerente com os resultados encontrados na análise de difração de raios-X, que apontou a presença dos minerais hidratados citados nesta análise térmica. Também é importante mostrar que a determinação semiquantitativa da difração de raios-X está em concordância com as taxas de perda de massa determinadas na curva de TG. Como exemplo cita-se que a

presença do mineral caulinita na amostra está em quantidade abundante; isso é confirmado pela taxa de perda de massa elevada que ocorreu no intervalo de aproximadamente 343,0°C até 630°C.

A perda total de massa foi de 12,03% valor muito próximo ao determinado na PPC obtida pela análise química que foi de 12,67%.

O ensaio também foi realizado na amostra de metabásica flash e a curva TG/DTG correspondente está contida na figura 5-6. A difração de raios-X determinou a presença de caulinita e moscovita como os minerais hidratados na amostra. A curva apresenta duas perdas de massas, a primeira está definida no intervalo inicial do ensaio até a temperatura de 324,0°C, com pico de perda máxima em 108,4°C, e taxa de variação de massa de apenas 0,80%, este intervalo é indicio de perda de água adsorvida na amostra, pois mesmo sendo uma amostra de produto calcinado, é justificável o ganho de umidade do ambiente antes da análise térmica.

A segunda variação de massa está contida no intervalo de 324,0°C até 1000°C, com taxa de variação de massa de 2,16% e pico máximo em 511,1°C. Esta transformação está relacionada com a desidroxilação da caulinita residual, mostrando que após o processo de calcinação flash ainda há caulinita na amostra, resultado este coerente com a difração de raios-X da amostra calcinada, a qual também indicou a presença baixa do mineral caulinita. Porém é interessante perceber que a taxa de perda de massa na curva de TG da figura 5-6 a partir de aproximadamente 300°C é significativamente menor que a mostrada na figura 5-5 (anterior), levando a concluir que a quantidade de caulinita da amostra calcinada é bem menor que a quantidade da amostra crua.

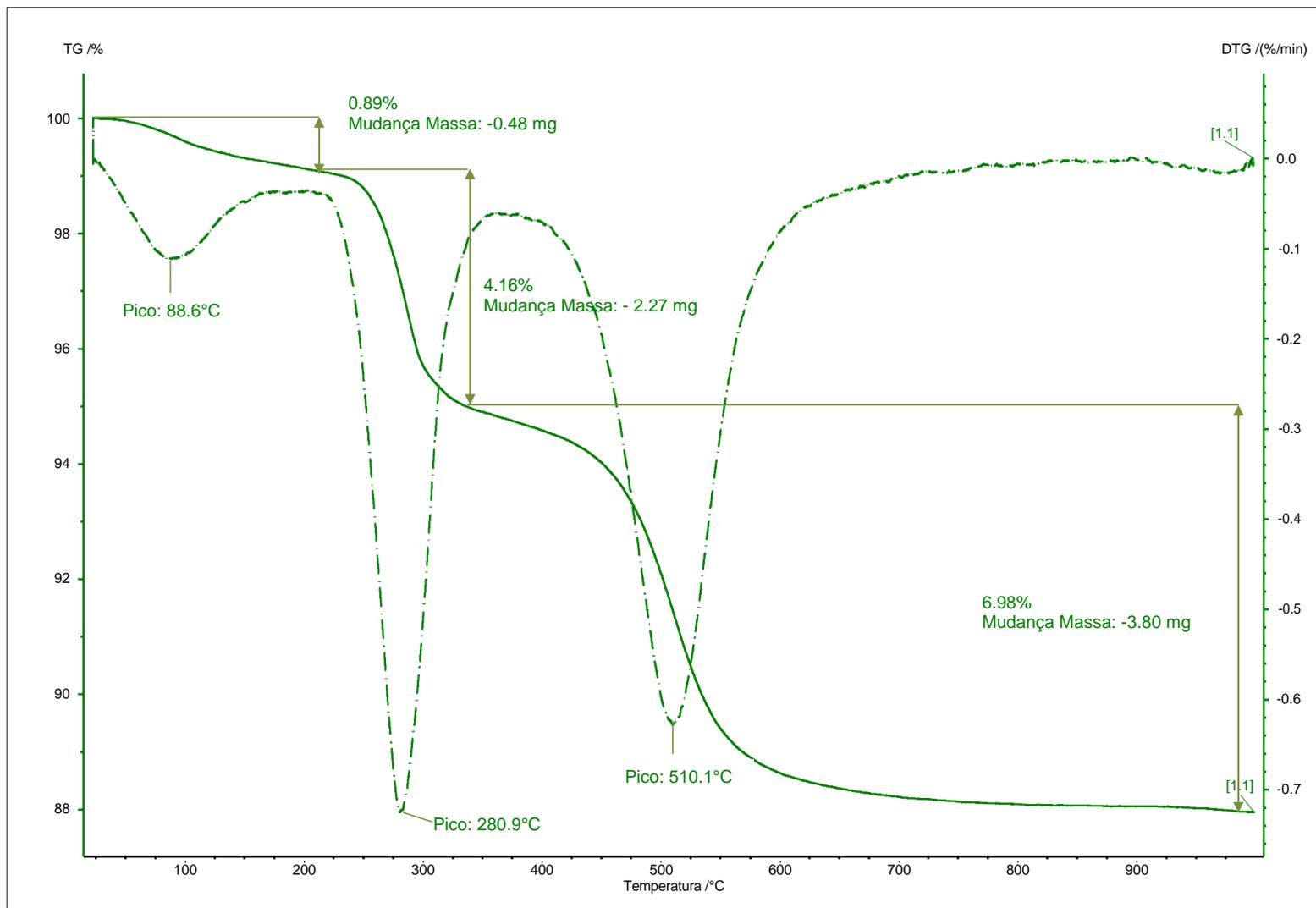
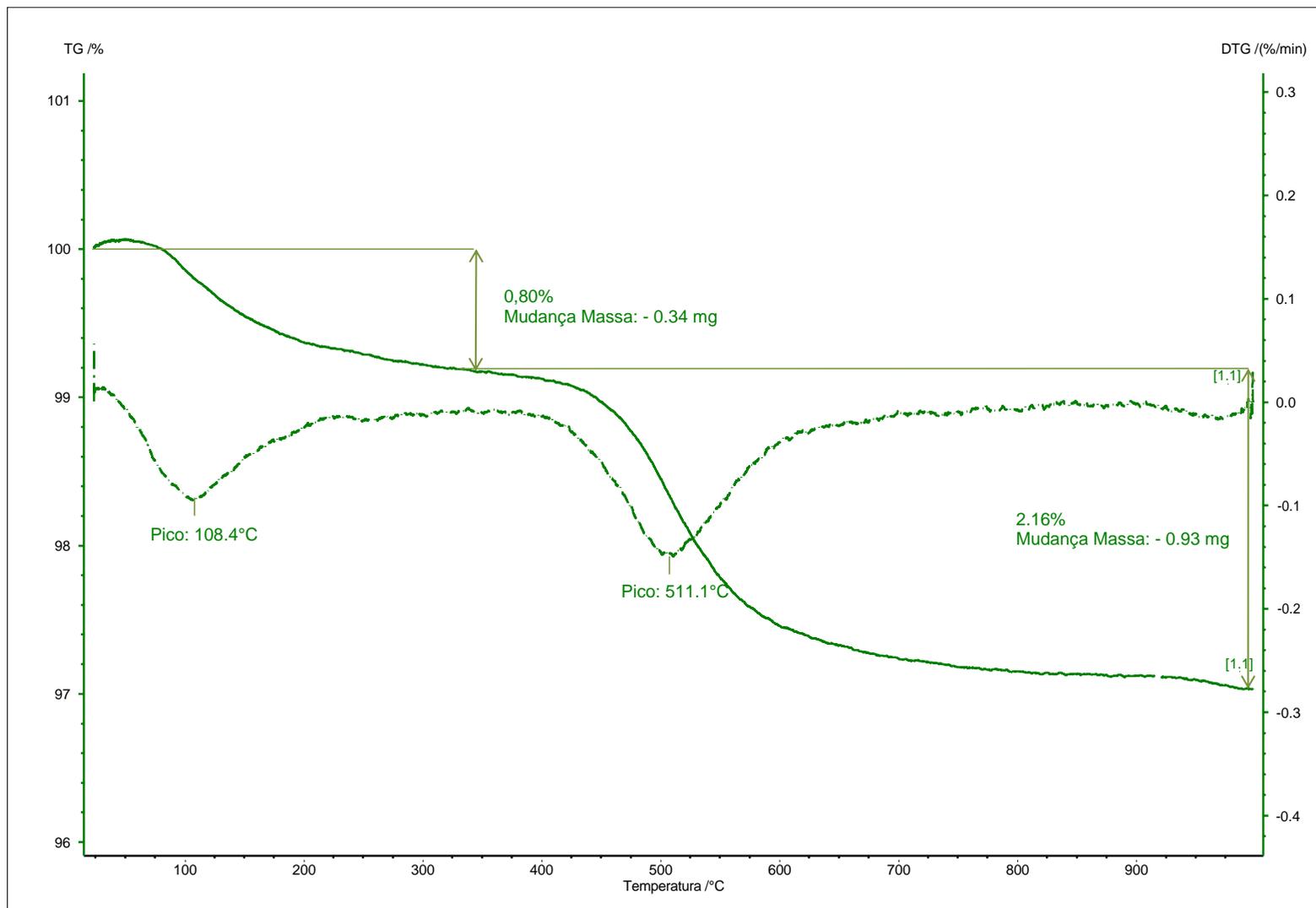


Figura 5-5: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de metabásica intemperizada crua



**Figura 5-6: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de metabásica flash**

### 5.1.5 Área Superficial Específica

As amostras de metabásica intemperizada crua e calcinada foram submetidas ao ensaio de determinação de área superficial específica pelo método BET (iniciais de Brunauer, Emmett e Teller), por adsorção gasosa (nitrogênio).

A tabela 5-5 indica os resultados da análise de área superficial específica (ASE), expressos em  $\text{m}^2/\text{g}$  de cada tipo de material. Os gráficos de multipontos para cada amostra analisada se encontram nos anexos. Analisando os resultados é perceptível que os valores da ASE diminuem após o processo de calcinação flash; este resultado já era esperado, pois, em temperaturas elevadas, o produto de calcinação tende a passar pelo fenômeno de sinterização, o que tem por consequência a diminuição do valor de ASE quando comparado à amostra crua.

A metabásica intemperizada flash teve uma redução de 30% do seu valor quando comparado ao material que lhe deu origem, a metabásica intemperizada crua.

**Tabela 5-5: Resultados do ensaio de BET para as amostras de metabásica crua e calcinada**

Material	Área Superficial Específica Multi-point BET ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
Metabásica intemperizada crua	58,926
Metabásica intemperizada flash	40,357

## 5.2 Caracterização das Amostras de Filito Cru e Calcinado

A seguir são expostos os resultados de caracterização das amostras de metabásica intemperizada crua e flash.

### 5.2.1 Análise Granulométrica

A figura 5-7 apresenta a distribuição granulométrica da amostra de filito cru, e na tabela 5-6 observa-se que o  $d_{50}$  corresponde a  $2,97\mu\text{m}$  e o diâmetro médio das partículas é igual a  $5,33\mu\text{m}$ . Este resultado está coerente com a especificação granulométrica do forno de calcinação tipo flash do LGG-UFMG.

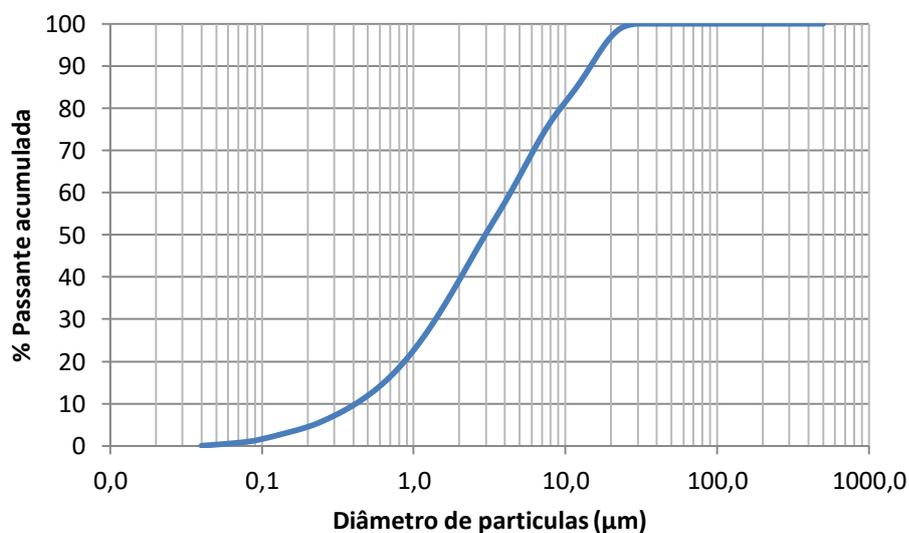


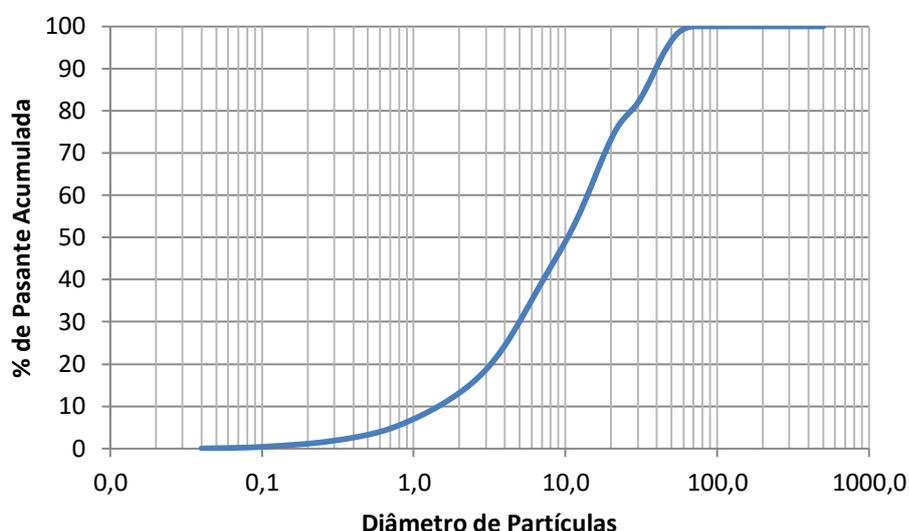
Figura 5-7: Distribuição granulométrica da amostra de filito cru

Tabela 5-6: Diâmetros de partículas para amostra de filito cru

Diâmetro a 10%	Diâmetro a 50%	Diâmetro a 90%	Diâmetro médio
$0,41\mu\text{m}$	$2,97\mu\text{m}$	$14,69\mu\text{m}$	$5,33\mu\text{m}$

A distribuição granulométrica da amostra de filito flash é mostrada na figura 5-8, onde comparada com a figura 5-7, é notável um deslocamento vertical da curva granulométrica para a direita, demonstrando que ocorreu um aumento dos diâmetros das partículas após o processo de calcinação flash.

A tabela 5-7 mostra que o  $d_{50}$  para o filito flash é de  $10,35\mu\text{m}$ , e o diâmetro médio é  $15,35\mu\text{m}$ , resultados que confirmam o deslocamento da curva de granulometria mencionado, visto que os diâmetros das partículas são maiores na amostra calcinada.



**Figura 5-8: Distribuição granulométrica da amostra de filito flash**

**Tabela 5-7: Diâmetros de partículas da amostra de filito flash**

Diâmetro a 10%	Diâmetro a 50%	Diâmetro a 90%	Diâmetro médio
1,46 $\mu\text{m}$	10,35 $\mu\text{m}$	39,48 $\mu\text{m}$	15,35 $\mu\text{m}$

### 5.2.2 Fluorescência de Raios-X

Para a determinação da composição química, foi realizada a análise quantitativa pela técnica de fluorescência de raios-X. A tabela 5-8 mostra o resultado em proporções de óxidos. O teor de sílica é o mais expressivo, seguido pelo teor de ferro. O teor de

alumínio na amostra é baixo, mostrando que existe uma pequena proporção do mineral caulinita, e que o elevado teor de silício está associado ao mineral quartzo. A soma dos teores de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  é igual a 84,75%, atendendo a um dos requisitos químicos para materiais pozolânicos da ABNT NBR 12653/2014.

**Tabela 5-8: Composição química da amostra filito cru determinada por fluorescência de raios-X**

<b>Elemento</b>	<b><math>\text{SiO}_2</math></b>	<b><math>\text{Fe}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{MnO}</math></b>	<b><math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{TiO}_2</math></b>	<b><math>\text{MgO}</math></b>	<b><math>\text{Na}_2\text{O}</math></b>
<b>Teor (%)</b>	58,41	20,06	6,91	6,28	0,32	0,21	<0,1
<b>Elemento</b>	<b><math>\text{P}_2\text{O}_5</math></b>	<b><math>\text{ZnO}</math></b>	<b><math>\text{CaO}</math></b>	<b><math>\text{Cr}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{K}_2\text{O}</math></b>	<b><math>\text{V}_2\text{O}_5</math></b>	<b>PPC</b>
<b>Teor (%)</b>	0,05	0,03	0,03	<0,01	<0,01	<0,01	7,49

O valor de PPC, perda por calcinação, a  $1000^\circ\text{C}$  é de 7,49%, o que caracteriza a composição mineralógica com poucos minerais hidratados.

### 5.2.3 Difratometria de Raios-X

O difratograma obtido na análise da amostra de filito cru está mostrado na figura 5-9. Para a identificação das fases cristalinas contidas na amostra foram usados seguintes padrões do banco de dados COD 2011:

- Quartzo: nº 96-101-1160;
- Goethita: nº 96-100-8769;
- Caulinita: nº 96-900-9235;
- Hematita: nº 96-900-0140;
- Magnetita: nº 96-900-5840;
- Gibbsita: nº 96-101-1082.

Pela interpretação da figura 5-9 foi determinada a presença dos minerais quartzo e goethita em proporção abundante, caulinita em quantidade média, e em baixa

quantidade a hematita. Foram identificados traços dos minerais magnetita e gibbsita. A tabela 5-9 mostra a fórmula química e composição dos minerais hidratados identificados na amostra de filito cru. Essas informações são essenciais para a interpretação das análises térmicas da próxima seção.

**Tabela 5-9: Fórmula química e composição de minerais hidratados da amostra de filito cru**

Mineral	Fórmula química	Composição
Caulinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	39,5% $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 46,5% $\text{SiO}_2$ ; 14% $\text{H}_2\text{O}$
Gibbsita	$\text{Al}(\text{OH})_3$	65,36% $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 34,64% $\text{H}_2\text{O}$
Goethita	$\text{FeO}(\text{OH})$	90,0% $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ; 10,0% $\text{H}_2\text{O}$

A figura 5-10 mostra o difratograma obtido para amostra de filito flash. Os padrões do banco de dados COD 2011 utilizados para a identificação das fases cristalinas para a amostra foram:

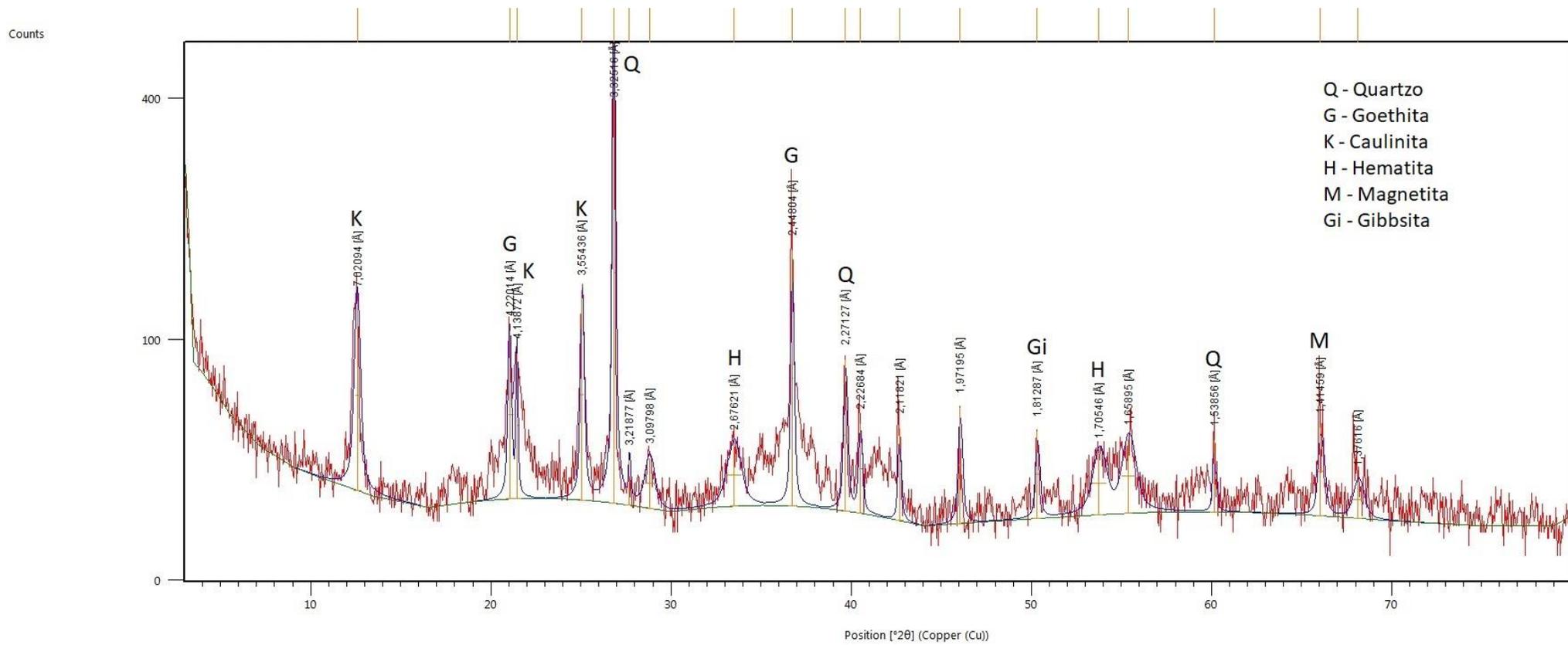
- Quartzo: nº 96-101-1160;
- Hematita: nº 96-900-0140;
- Caulinita: nº 96-900-9235;
- Magnetita: nº 96-900-5840.

A interpretação do difratograma mostra que existe uma quantidade média de material amorfo na amostra; o mineral quartzo se apresenta de forma abundante e com cristalinidade bem definida, a hematita se encontra em proporção média, com baixa proporção há a caulinita e apenas traço do mineral magnetita.

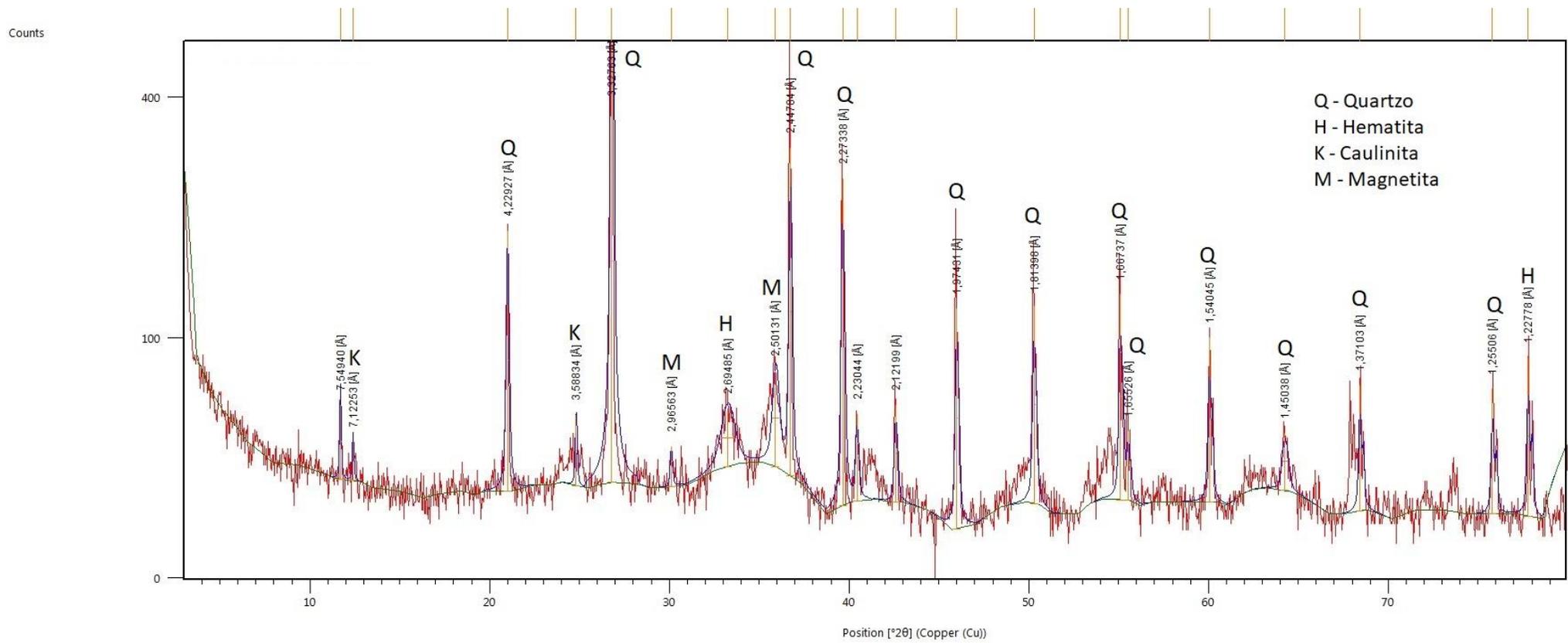
A comparação dos difratogramas gerados para as amostras crua e calcinada flash do filito leva a concluir que inicialmente a amostra era composta por uma fração média de caulinita e após a calcinação essa proporção foi reduzida, mostrando que ocorreu a transformação parcial desse mineral para sua fase amorfa denominada de metacaulinita. A proporção de quartzo se manteve abundante, sugerindo que após o processo térmico o mineral se manteve com sua forma cristalina inalterada, fato que se confirma ao

observar a intensidade das bandas principais deste mineral, que se mantém na mesma ordem.

A proporção da hematita passou de baixa para média, o que evidencia a desidroxilação da goethita da amostra crua, que passou a ser hematita. O mineral magnetita foi identificado nas duas amostras.



**Figura 5-9: Difratoograma de raios-X da amostra de filito cru**



**Figura 5-10: Difratoograma de raios-X da amostra de filito flash**

#### 5.2.4 Análise Termogravimétrica

A figura 5-11 mostra a curva de análise termogravimétrica TG e sua derivada DTG para a amostra de filito cru com o aquecimento até 1000°C. Como já identificado pela difração de raios-X, essa amostra possui três minerais hidroxilados que são a goethita, a caulinita e a gibbsita, então as variações de massa da amostra são relacionadas à pirólise desses minerais.

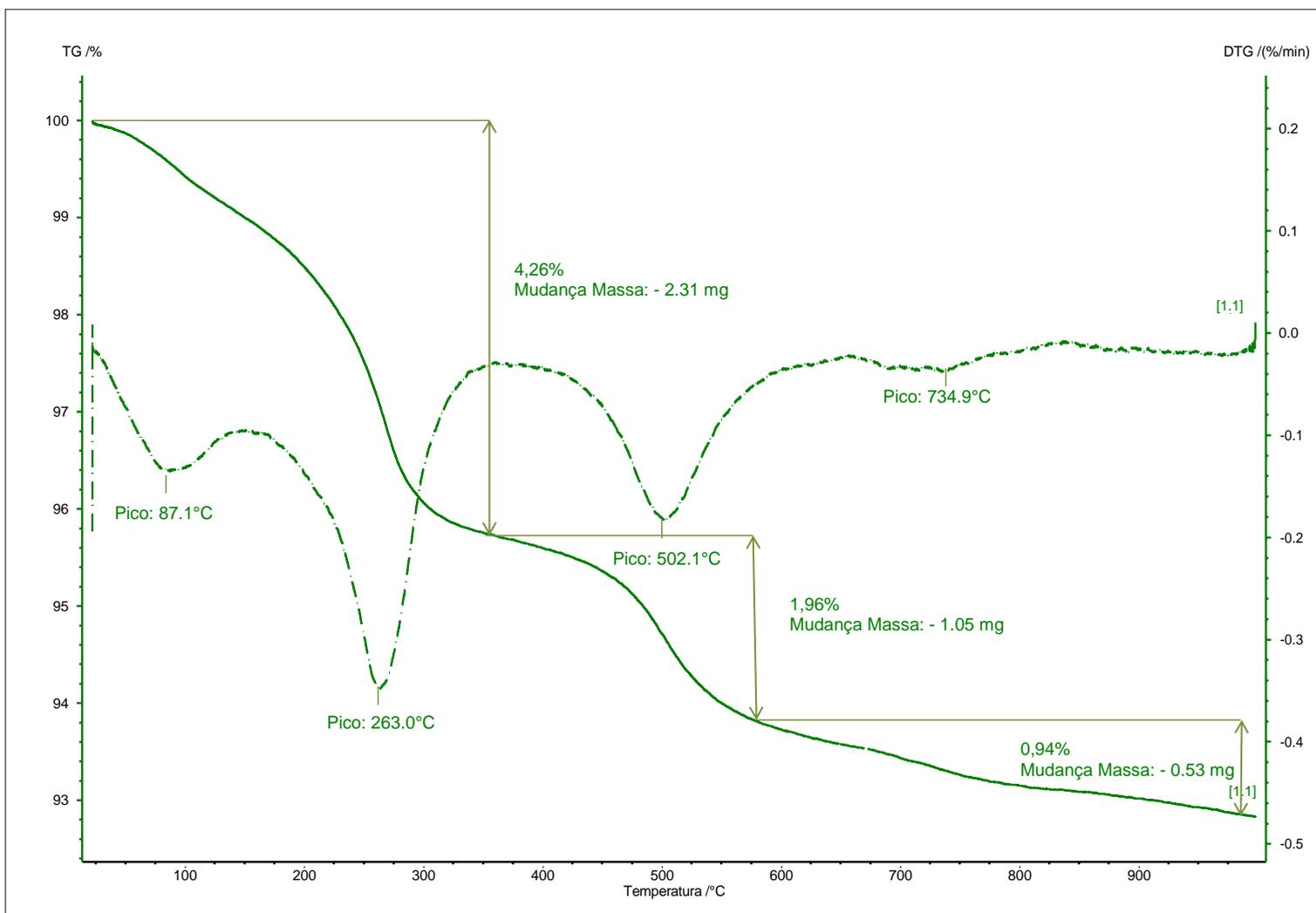
É possível perceber três faixas de perdas de massas definidas. A primeira ocorre no início do ensaio, até a temperatura de 357°C, com variação de massa de 4,26%, com pico em 87,1°C que está associado com a perda de umidade da amostra, isto é, a liberação de água não ligada aos minerais, e outro pico em 263°C que evidencia a desidroxilação do mineral gibbsita, com contribuição significativa da goethita.

A segunda variação de massa é de 1,96% e ocorre entre as temperaturas de 357°C e 582°C, com pico em 502,1°C, sendo relacionada à desidroxilação da caulinita. A última variação acontece entre as temperaturas de 582°C até 1000°C, com perda de massa de 0,94% e pico em 734,9°C que mostra a desidroxilação do restante da caulinita. A perda total de massa da amostra foi de 7,16%, valor próximo do determinado pela PPC, de 7,49%.

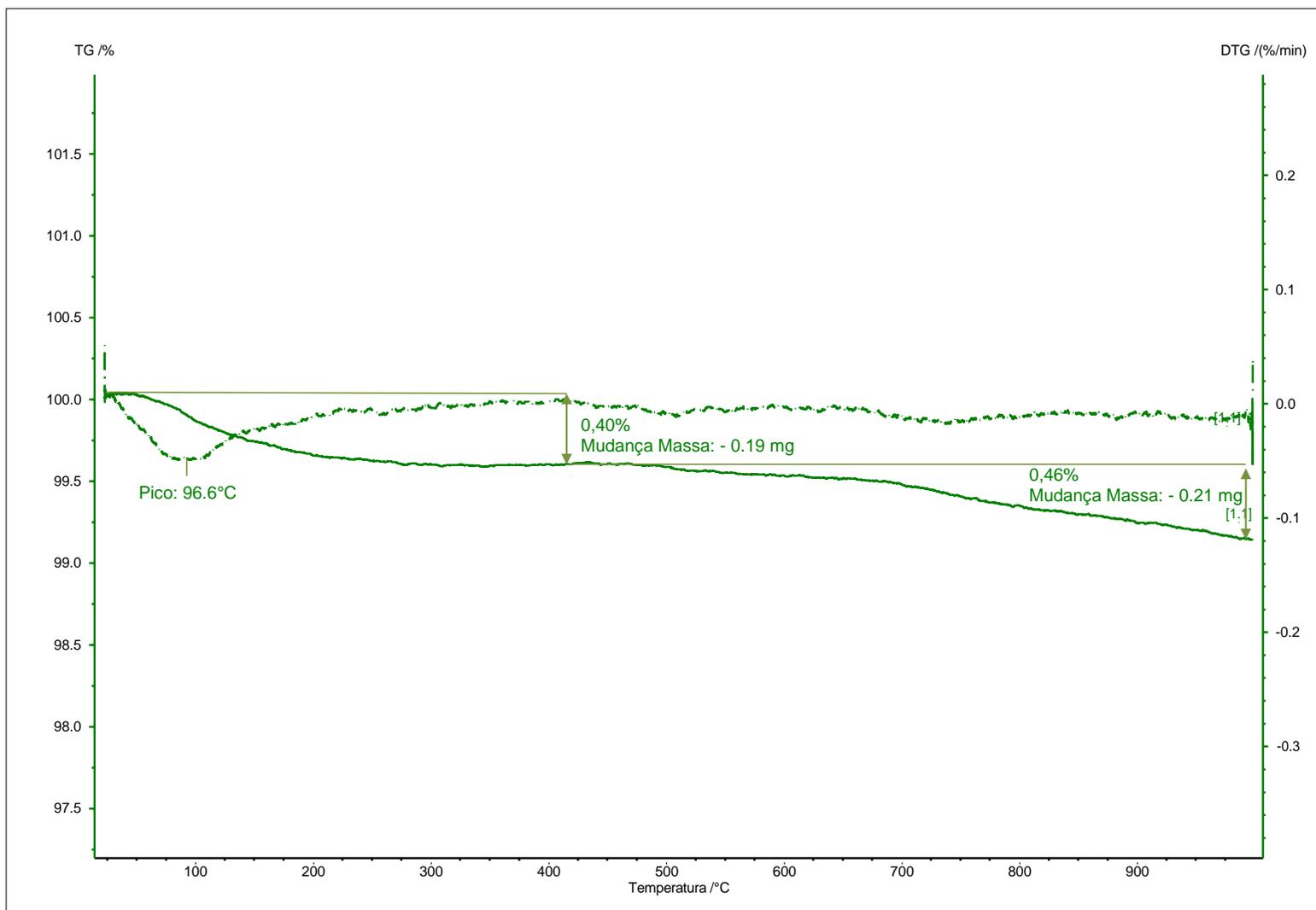
A curva de análise termogravimétrica TG e sua derivada DTG da amostra calcinada é representada na figura 5-12, onde se notam duas variações de massa definidas. A primeira perda de massa é de 0,40% e ocorre do início da análise até a temperatura de 417°C, com pico em 96,6°C, porém é perceptível que a partir da temperatura de 200°C a curva de TG tende a ser linear, mostrando que a variação de massa desse intervalo é devida a perda de umidade da amostra.

Pela difração de raios-X, o único mineral hidratado na amostra é a caulinita, a qual ocorre em baixa proporção, fato que é comprovado pela análise da segunda perda de massa de 0,46% na curva de TG, que está compreendida entre o intervalo de 417°C a 1000°C.

Com comparação das duas análises termogravimétrica, é possível concluir que a calcinação a 750°C da amostra de filito foi capaz realizar a desidroxilação dos minerais goethita, gibbsita e da maior parte da caulinita.



**Figura 5-11: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de flito cru**



**Figura 5-12: Curva de análise térmica (TG/DTG) da amostra de filito flash**

### 5.2.5 Área Superficial Específica

As amostras de filito cru e filito calcinado foram submetidas ao ensaio de determinação de área superficial específica. A tabela 5-10 indica os resultados, expressos em  $\text{m}^2/\text{g}$ , de cada tipo de material. Os gráficos de multipontos para cada amostra analisada se encontram nos anexos.

De modo similar aos resultados da amostra de metabásica, ocorreu queda do valor de ASE da amostra de filito flash quando comparada à sua amostra crua. Esta redução foi de 67% em relação ao material cru, uma variação significativa, mostrando que após o tratamento térmico as partículas da amostra tenderam a sinterizar de forma mais significativa.

**Tabela 5-10: Resultados obtidos pelo ensaio de BET para as amostras de filito cru e calcinado**

Material	Área Superficial Específica Multi-point BET ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
Filito cru	60,091
Filito flash	19,507

### 5.3 Ensaios de Resistência com Produto de Calcinação Flash

Neste tópico serão apresentados os resultados de ensaios de compressão uniaxial, para os corpos de prova contendo metabásica flash e filito flash e difratogramas realizados com os fragmentos dos corpos de prova 2x4 e 5x10 com adição do material metabásica flash.

### 5.3.1 Resistência à compressão uniaxial com cal hidratada

A figura 5-13 apresenta os corpos de prova 2x4 rompidos após 72 horas de cura produzidos com 60% de metabásica flash e 40% de cal hidratada. A ruptura foi homogênea com fissuras topo a base.



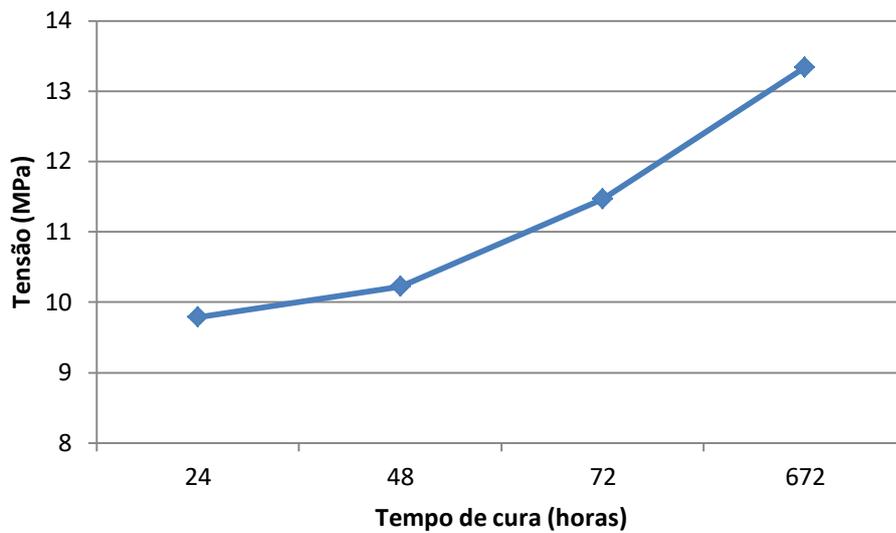
**Figura 5-13: Corpos de prova 2x4 rompidos de metabásica flash e cal hidratada**

A tabela 5-11 mostra os resultados de ruptura dos corpos de prova 2x4 compostos por metabásica flash 770°C, para o estudo dessas amostras foram rompidos corpos de prova com 672 horas de tempo de cura, com o intuito de determinar a evolução da atividade pozolânica em um intervalo maior. A figura 5-14 mostra essa evolução em forma de gráfico, é notória a evolução ascendente dos resultados, mostrando que quanto maior o tempo de cura, maiores são os resultados de resistência para esse material, o que sugere que a reação pozolânica está ocorrendo entre a metabásica flash e o hidróxido de cálcio.

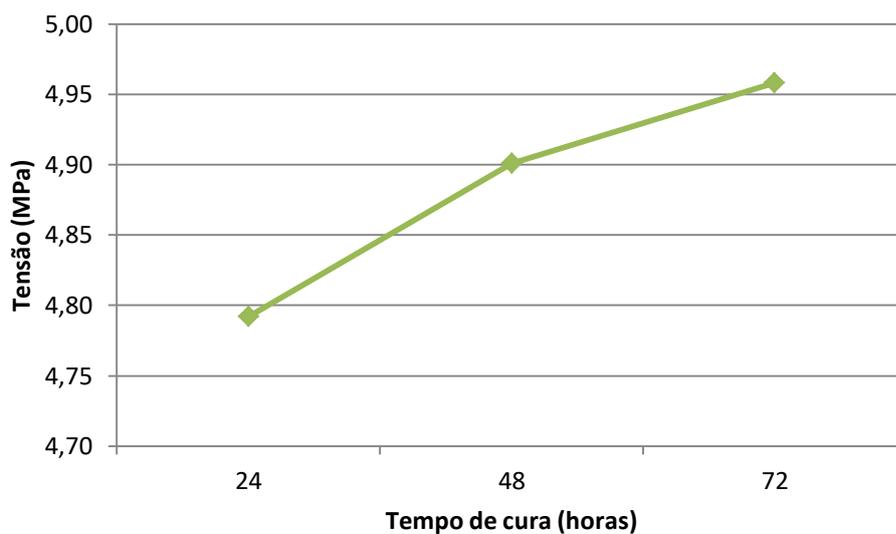
A tabela 5-11 também mostra os resultados de ruptura dos corpos de prova 2x4 compostos por filito flash 750°C, as rupturas foram realizadas somente até 72h de cura, pois o material não apresentou uma evolução expressiva nos primeiros tempos de cura, porém esses resultados não tiram a validade do material, já que podem ser incorporados em outros tipos de cimentos para diferentes finalidades. A figura 5-15 mostra o gráfico dessa evolução.

**Tabela 5-11: Resultados de teste de compressão uniaxial tensão (MPa)**

Tempo (h)	Metabásica Flash - Tensão (MPa)	Filito Flash - Tensão (MPa)
24	6,025	4,776
	11,987	4,651
	9,209	4,807
	10,114	4,870
	11,519	4,995
	9,864	4,651
Média	9,786	4,792
48	9,708	5,026
	9,677	4,339
	13,423	5,369
	7,710	4,651
	9,240	5,338
	11,581	4,682
Média	10,223	4,901
72	13,673	5,088
	12,393	4,308
	11,019	5,681
	10,645	5,806
	10,426	4,308
	10,645	4,558
Média	11,467	4,958
672	12,518	
	15,265	
	13,329	
	13,048	
	13,641	
	12,205	
Média	13,334	

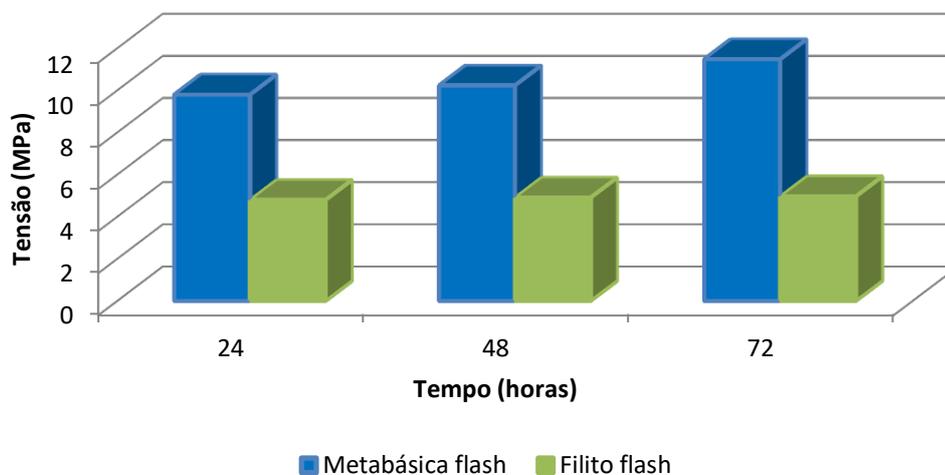


**Figura 5-14: Gráfico de tensão por tempo de cura da metabásica flash 770°C**



**Figura 5-15: Gráfico de tensão por tempo de cura do filito flash 750°C**

A figura 5-16 mostra um gráfico que compara os resultados dos ensaios de compressão uniaxial para a metabásica flash 770°C e o filito flash 750°C. É nítido que a metabásica flash apresenta um melhor desempenho em relação ao filito, além de ter um índice de aumento de resistência mais expressivo que o filito.



**Figura 5-16:** Gráfico comparativo dos resultados de ensaios de compressão uniaxial em corpos de prova 2x4 da metabásica flash e filito

### 5.3.2 Resistência à compressão uniaxial segundo norma

A figura 5-17 mostra os corpos de prova 5x10, rompidos após 28 dias, que foram moldados com o material pozolânico de metabásica flash 770°C. A ruptura do corpo de prova identificado como (a) ocorreu por cisalhamento, e o corpo de prova (b) teve uma ruptura com formações de cones.



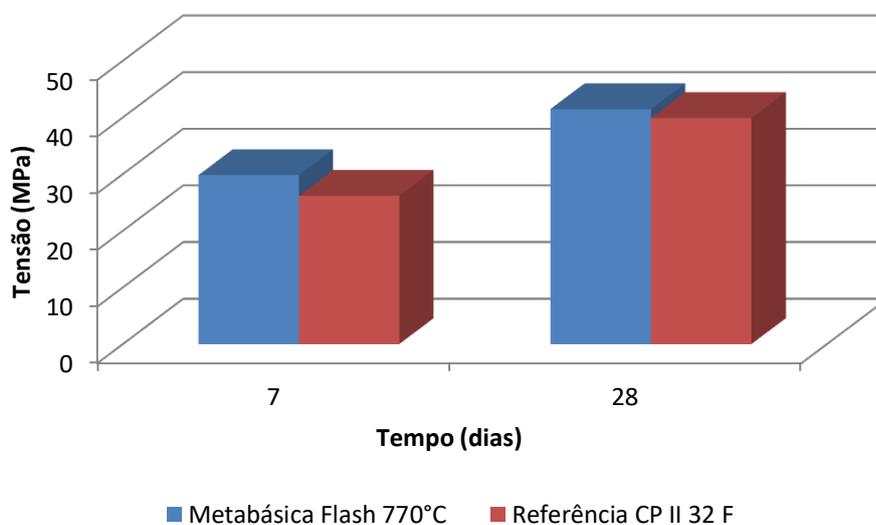
**Figura 5-17:** Corpos de prova 5x10 rompidos de metabásica flash

A tabela 5-12 mostra os resultados dos ensaios de índice de desempenho com cimento Portland para a metabásica flash, o cálculo do índice de desempenho do cimento (Icimento) corresponde à equação 4.1. É perceptível que o material apresentou um índice de desempenho favorável, se mostrando 113,94% em relação a referência, porém o resultado de tensão a sete dias da amostra referência não atingiu o valor mínimo exigido pela norma ABNT NBR 5752/2014, que era de 33MPa. Os ensaios tiveram continuidade pelo fato de o índice da metabásica flash ter sido muito além do que a norma ABNT NBR 12653/2014, a qual determina requisitos para materiais pozolânicos, exige um índice de desempenho maior que 90% em relação ao cimento Portland aos 28 dias.

**Tabela 5-12 Resultados dos ensaios de índice de desempenho com cimento Portland para metabásica flash**

Tempo (dias)	Metabásica Flash 770°C - Tensão (MPa)	Referência CP II 32 F - Tensão (MPa)	Icimento (%)
7	29,793	26,148	113,94
28	41,431	39,880	103,89

A figura 5-18 mostra um gráfico comparativo entre a mistura com metabásica flash e a referência, onde a mistura com metabásica flash se mostra com melhores resultados de resistência nos diferentes tempos de ruptura.

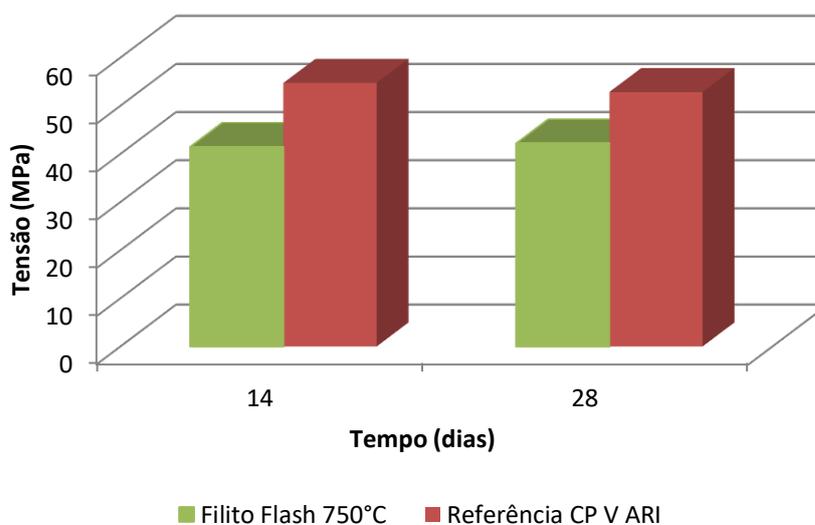


**Figura 5-18: Gráfico dos resultados de compressão uniaxial metabásica flash**

A tabela 5-13 mostra os resultados dos ensaios de índice de desempenho com cimento Portland para o filito flash 750°C; para esse ensaio foi utilizado como referência e mistura para compor os corpos de prova o cimento CP V- ARI, um cimento de alta resistência inicial e sem adições. A figura 5-19 apresenta um gráfico comparativo entre a mistura contendo filito flash 750°C e a referência. É perceptível que o filito flash não atingiu valores de resistência maiores que a referência. (Ver item 4.2.2)

**Tabela 5-13: Resultados dos ensaios de índice de desempenho com cimento Portland para filito flash**

Tempo (dias)	Filito Flash 750°C - Tensão (MPa)	Referência CP V ARI - Tensão (MPa)	Índice de Desempenho (%)
14	41,448	54,752	75,70
28	42,179	52,866	79,79



**Figura 5-19: Gráfico dos resultados de compressão uniaxial filito flash**

### 5.3.3 Difratometria de Raios-X

A difratometria de raios-X foi realizada nos fragmentos dos corpos de provas compostos com a metabásica flash 770°C.

O difratograma obtido na análise de fragmento do corpo de prova 2x4 está mostrado na figura 5-20. Para a identificação das fases cristalinas contidas na amostra foram usados seguintes padrões do banco de dados COD 2011:

- Calcita: nº 96-900-0967;
- Hematita: nº 96-900-0140;
- Caulinita: nº 96-900-9235;
- Rutilo: nº 96-900-1682;
- Quartzo: nº 96-101-1160;

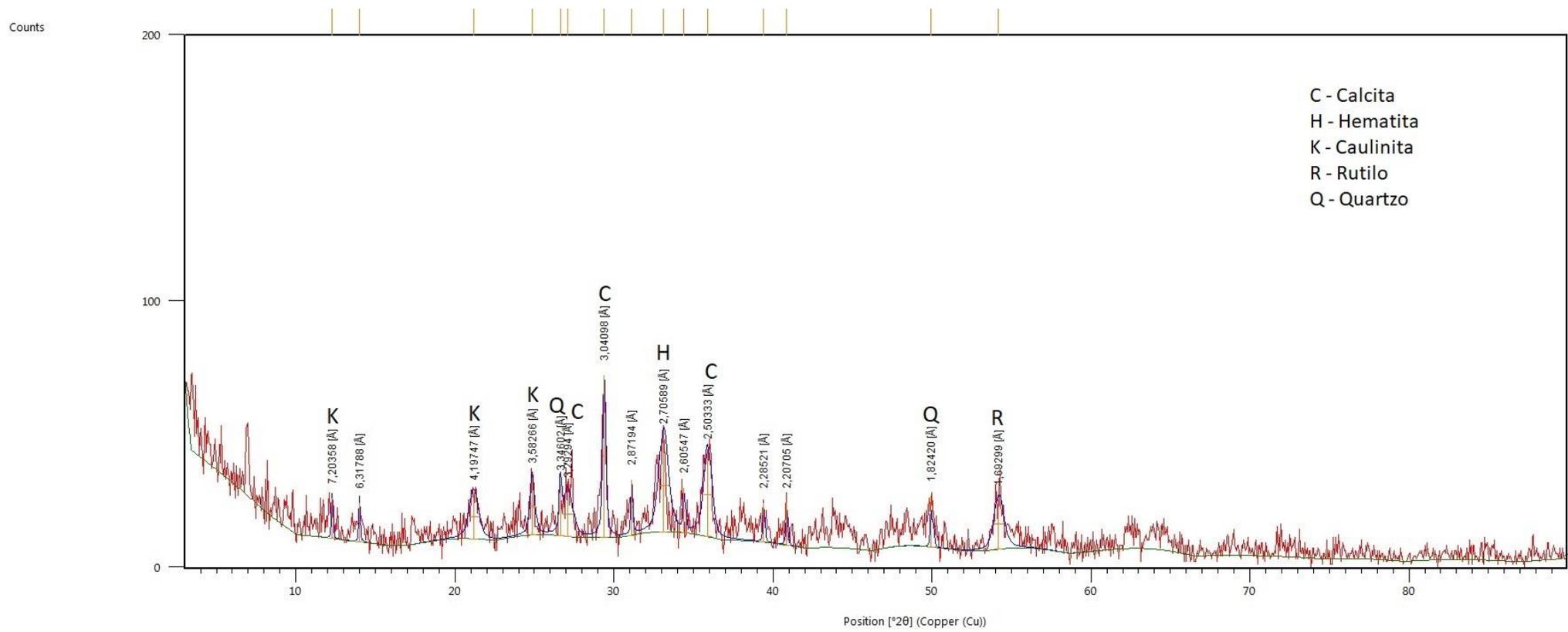
Pela interpretação do difratograma, percebe-se que o material em análise apresenta cristalinidade muito baixa, sendo a intensidade máxima da fase cristalina identificada na ordem de 100 pulsos/s; além disso, ocorre nível de ruído elevado, evidenciando que o componente amorfo está presente em quantidade de média-alta proporção. As fases cristalinas mais representativas são as dos minerais calcita e hematita, as quais possuem proporção média, a fase da caulinita foi identificada em baixa ocorrência e como apenas traços foram identificados o rutilo e o quartzo.

A figura 5-21 mostra o difratograma obtido pela análise do fragmento do corpo de prova 5x10. Para a identificação das fases cristalinas contidas na amostra foram usados seguintes padrões do banco de dados COD 2011:

- Quartzo: nº 96-101-1160;
- Calcita: nº 96-900-0967;
- Hematita: nº 96-900-0140;
- Microclina: nº 96-900-4192;
- Caulinita: nº 96-900-9235;

A interpretação do difratograma mostra que a cristalinidade desse fragmento é maior quando comparada à cristalinidade do fragmento do corpo de prova 2x4, porém tem

intensidade máxima na ordem de 400 pulsos/s. O composto amorfo aparece em proporção menor no fragmento, pois o nível de ruído no difratograma é baixo. A fase cristalina mais abundante é o quartzo, em seguida, em proporções médias, há ocorrência de calcita e hematita. A microclina ocorre em baixa proporção e a caulinita apenas como traço.



**Figura 5-20: Difratoograma de raios-X do fragmento do corpo de prova 2x4**

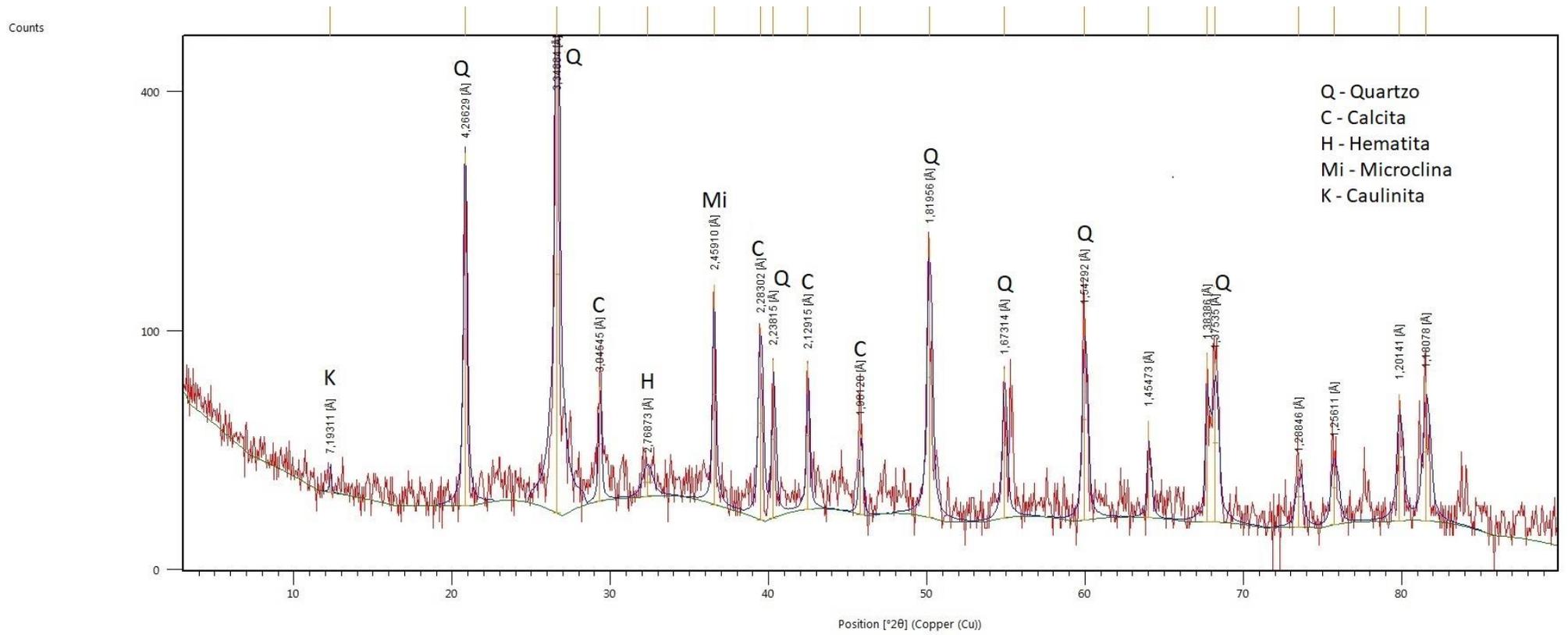
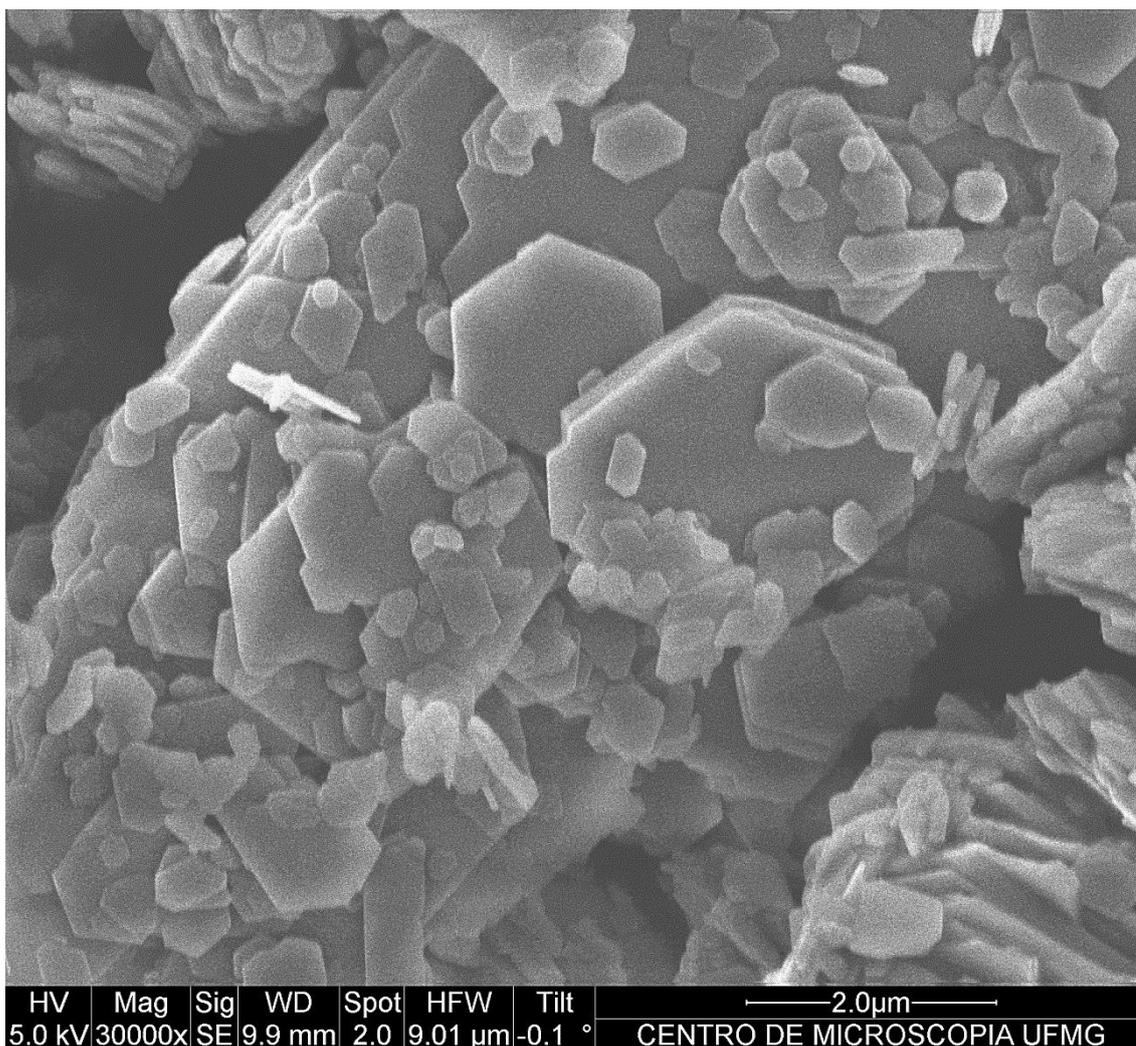


Figura 5-21: Difratoograma de raios-X do fragmento do corpo de prova 5x10

#### **5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura/ Espectroscopia de Dispersão de Energia de Raios-X - MEV/EDS**

O estudo das amostras das rochas metabásica intemperizada e filito, por microscopia eletrônica de varredura, teve como objetivo analisar modificações morfológicas entre as amostras cruas e calcinadas de cada tipo de rocha. Também foram realizadas análises para identificar o comportamento do produto calcinado (metabásica flash) com o hidróxido de cal, através da análise de fragmentos dos corpos de prova classificados como 2x4, e com o cimento, mediante ao estudo dos fragmentos dos corpos de provas denominados de 5x10. A seguir são apresentadas as imagens das amostras cruas e calcinadas, divididas por cada tipo de rocha, e as imagens dos fragmentos dos corpos de provas rompidos.

Com o objetivo de conhecer a morfologia do mineral caulinita, foi realizada análise de amostra de caulim puro como referência. Na imagem mostrada na figura 5-22, é possível identificar o empilhamento das partículas de caulinitas em forma de placas hexagonais com diferentes tamanhos.



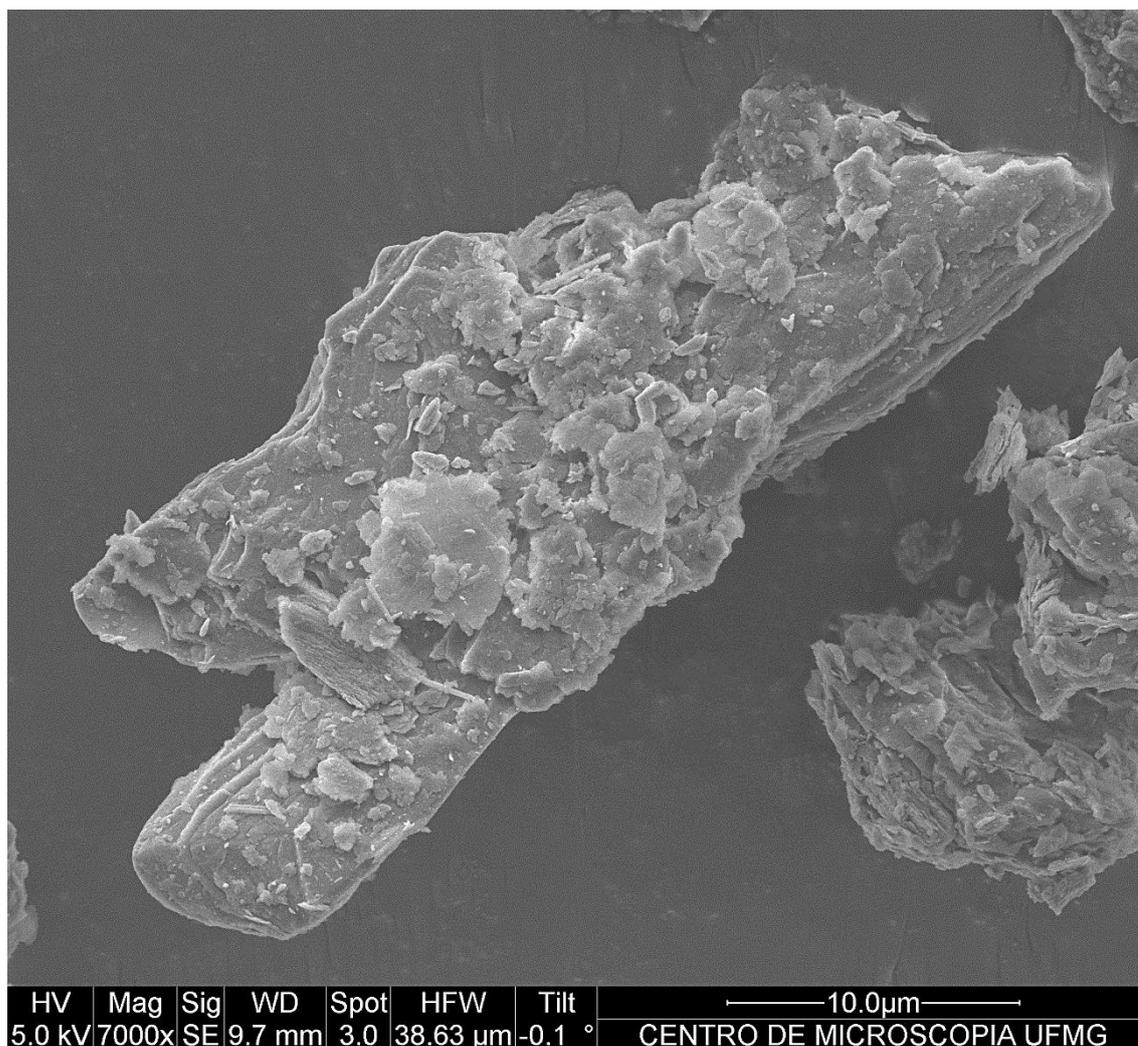
**Figura 5-22: Imagem de elétrons secundários da amostra de caulim**

#### **5.4.1 Metabásica intemperizada**

As imagens da amostra de metabásica intemperizada crua correspondentes às figuras 5-23 a 5-25, foram realizadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV-FEG), Quanta 200.

A figura 5-23 mostra uma partícula maior lamelar com várias outras partículas menores sobre a mesma. Foi realizada microanálise nesta partícula e o resultado é apresentado na tabela 5-14. Percebem-se os elevados teores de alumínio, silício e oxigênio, confirmando que as partículas lamelares são realmente do mineral caulinita. Os teores

menores dos outros elementos são considerados como presença de outros minerais, a exemplo do teor de potássio que é um indício da presença de moscovita no material. É possível confirmar essa afirmação, pois, na análise de difração de raios-X, o mineral moscovita foi encontrado nesta amostra.

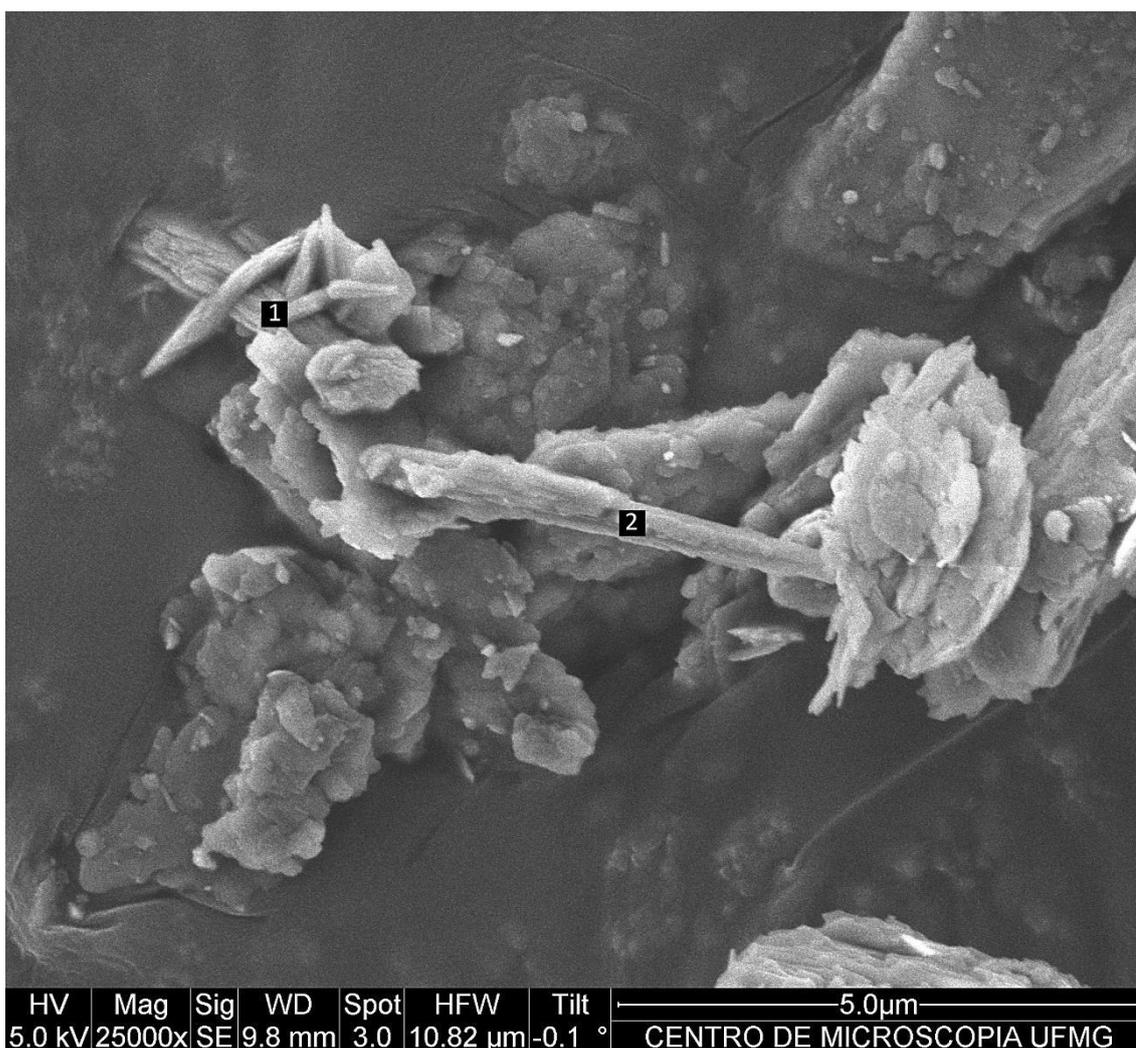


**Figura 5-23:** Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica intemperizada crua

**Tabela 5-14:** Microanálise EDS

Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Potássio	Sódio	Magnésio	Mineral
56,45	18,33	19,63	1,99	3,12	0,11	0,37	Caulinita

Na figura 5-24 observam-se na matriz partículas lamelares, características do mineral caulinita. Foram realizadas microanálises em duas áreas da imagem, apresentadas na tabela 5-15. Na área 1 são notáveis os elevados teores dos elementos ferro e oxigênio, caracterizando os minerais hematita e/ou goethita; os teores de Al e Si são justificados pelo volume de interação do feixe de elétrons que captou emissões de raios-X do mineral caulinita vizinho. Na área 2 observa-se que, além dos elementos citados, ocorre a presença do elemento titânio, indicando a ocorrência do mineral rutilo já que a morfologia deste grão é prismática e alongada, sendo característica desse mineral, além da análise de difração de raios-X desta amostra que registrou a presença deste mineral.

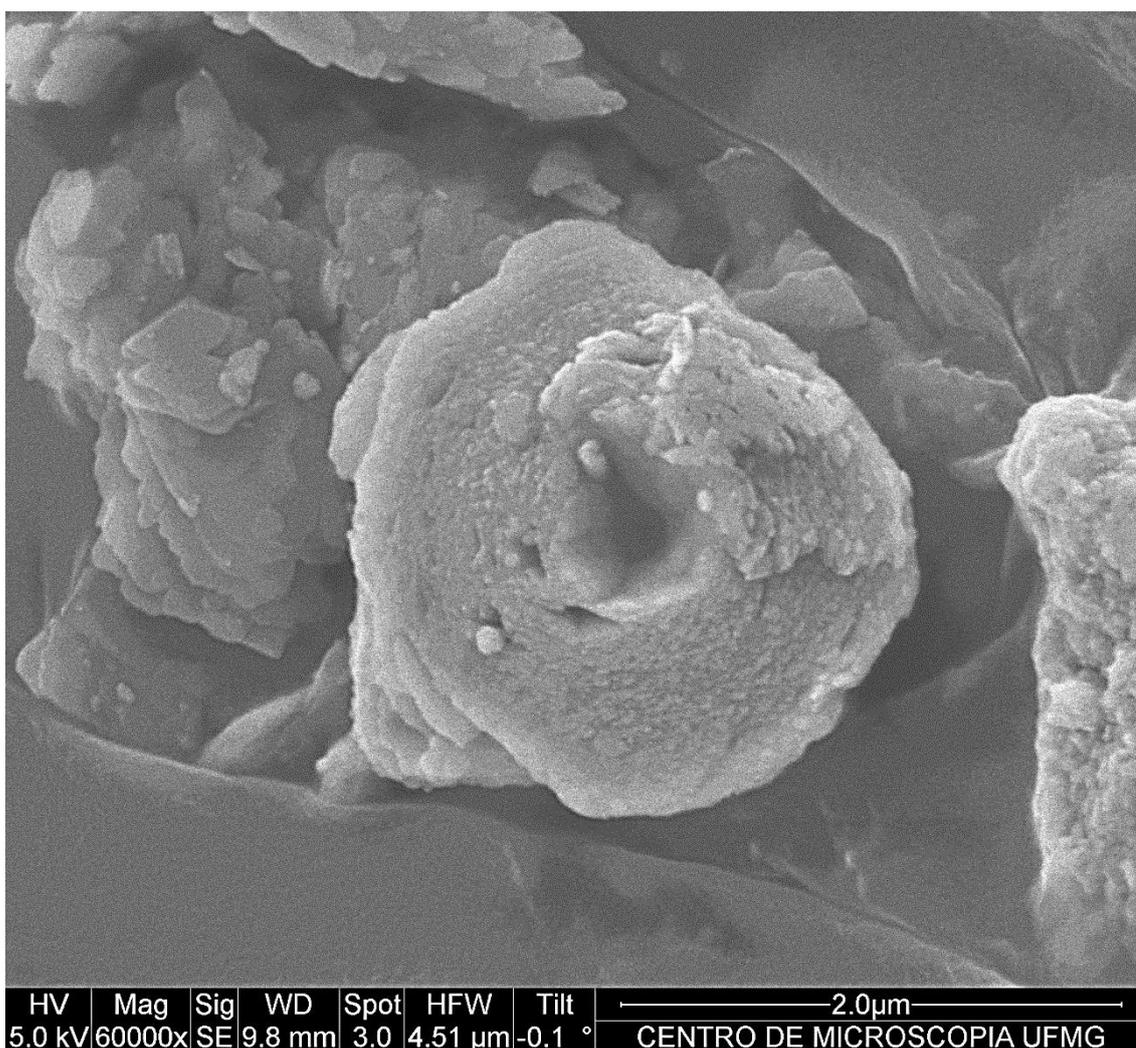


**Figura 5-24: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica intemperizada crua**

**Tabela 5-15: Microanálise EDS**

Área	Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Titânio	Mineral
1	40,96	5,14	2,23	51,66	-	Hematita/Goethita
2	44,57	16,86	13,69	12,79	12,10	Rutilo

A figura 5-25 mostra uma partícula do mineral goethita, o que fica demonstrado pela microanálise apresentada na tabela 5-16 que apresenta altos teores de ferro e oxigênio; além disto, a morfologia do mineral também é característica da goethita, botrioidal, que aqui se assemelha a uma rosquinha.



**Figura 5-25: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica intemperizada crua**

**Tabela 5-16: Microanálise EDS**

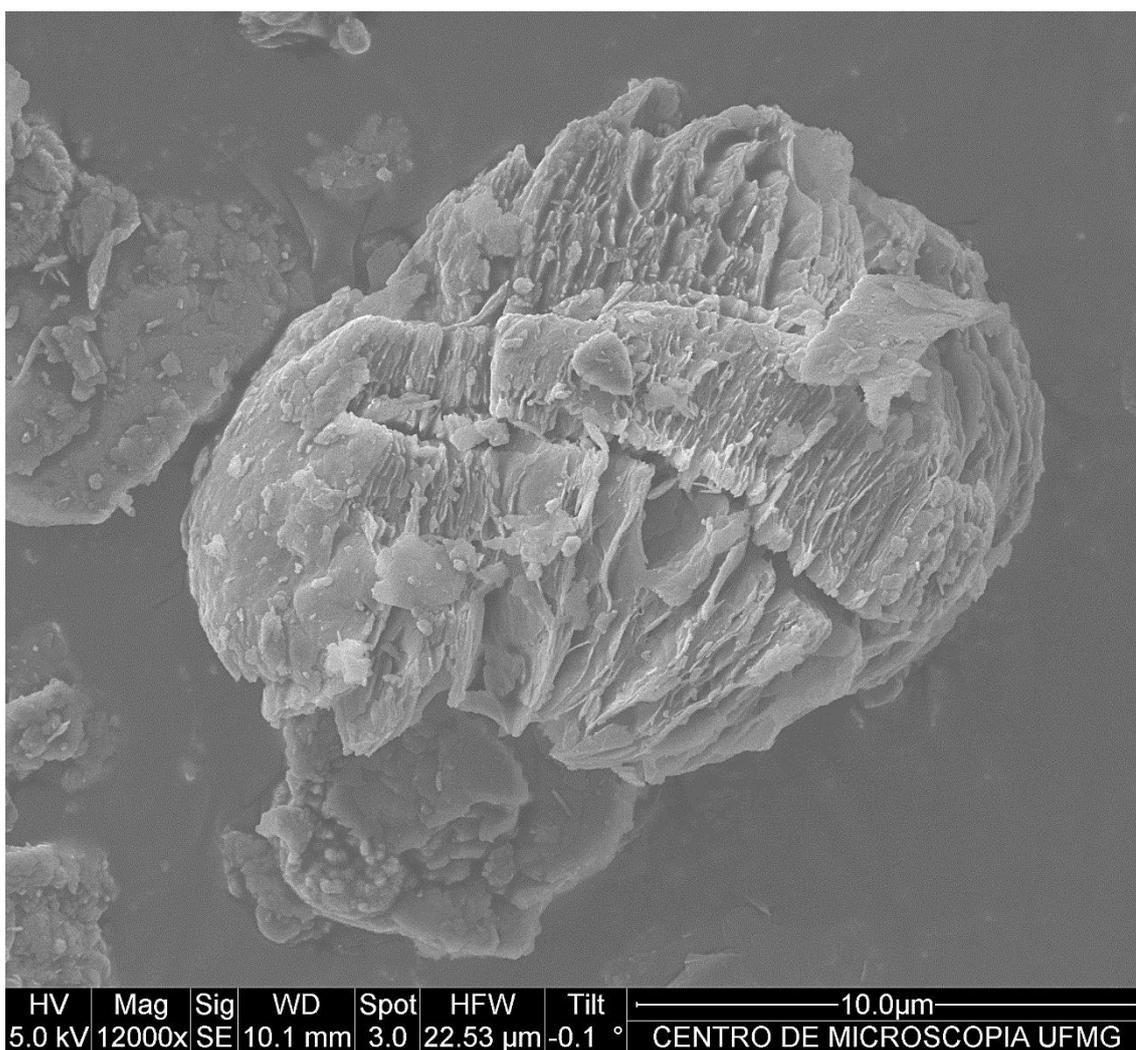
<b>Oxigênio</b>	<b>Alumínio</b>	<b>Silício</b>	<b>Ferro</b>	<b>Mineral</b>
30,64	4,25	3,47	61,64	Goethita

As análises das imagens no microscópio eletrônico de varredura comprovam os minerais encontrados na técnica de difração de raios-X da amostra de metabásica intemperizada crua, onde foram encontrados os minerais caulinita, goethita e rutilo.

As imagens da amostra de metabásica intemperizada calcinada em forno tipo flash à temperatura de 770°C correspondem às figuras 5-26 a 5-27.

É demonstrada pela figura 5-26 a presença de metacaulinita na amostra; isto é confirmado pela morfologia da partícula, que apresenta as lamelas distanciadas (esfoliação) e com as bordas danificadas, o que é característico da metacaulinita. Pela microanálise mostrada na tabela 5-17, percebem-se teores mais elevados de alumínio, silício e oxigênio, confirmando que a partícula em questão é a metacaulinita, produto originado da caulinita presente na amostra crua.

O teor do elemento potássio apresentado na microanálise é justificado pela presença de moscovita no material, o qual já tinha sido identificado na amostra de metabásica intemperizada crua. Isso indica que a mica permanece inalterada quando submetida à temperatura de calcinação de 770°C.



**Figura 5-26:** Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica flash

**Tabela 5-17:** Microanálise EDS

Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Potássio	Mineral
49,89	22,91	23,60	2,86	0,74	Metacaulinita

A figura 5-27 mostra várias partículas com morfologias características de metacaulinita em pacotes, com diversas orientações (horizontal e vertical), evidenciando mais uma vez o afastamento das lamelas e suas bordas deformadas. Foram efetuadas duas microanálises pontuais, que são expostas na tabela 5-18.

Na área 1 foi determinada a presença significativa do elemento ferro, em partícula com morfologia semelhante à apresentada na amostra crua de origem (figura 5-25), na qual

foi identificado o mineral goethita. Porém, levando em consideração que a amostra em análise foi submetida a calcinação em temperatura de 770°C, e nessa temperatura o mineral goethita já perdeu sua hidroxila, se tornando um mineral desidratado, então é coerente afirmar que, após o tratamento térmico, o mineral passa a ser a hematita.

A área 2 apresenta teor elevado do elemento titânio e, em concordância com a morfologia da partícula, pode-se afirmar que o mineral em questão é o rutilo, mostrando que após o processo de calcinação ainda restou o mineral em questão.

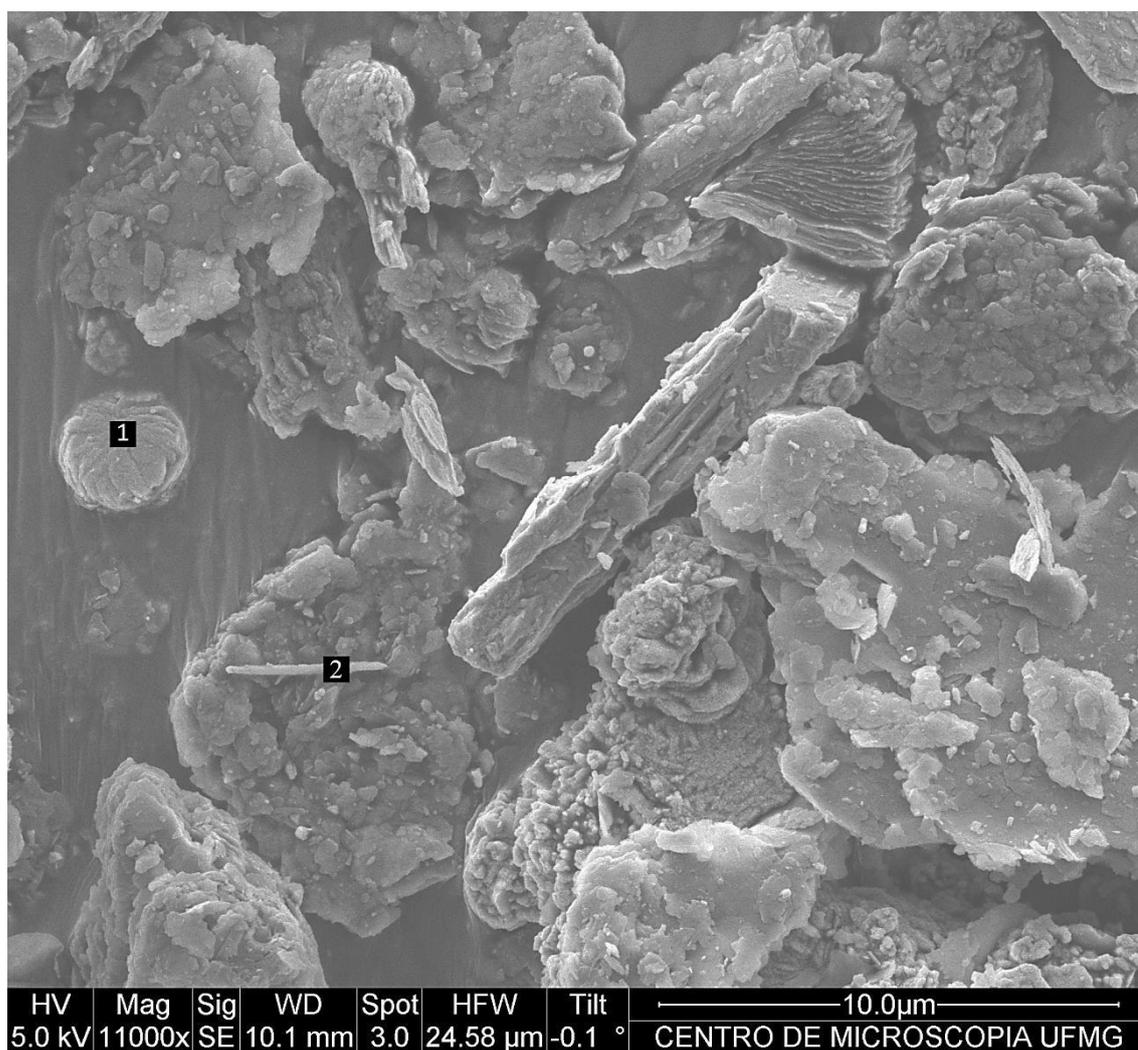


Figura 5-27: Imagem de elétrons secundários da amostra de metabásica flash

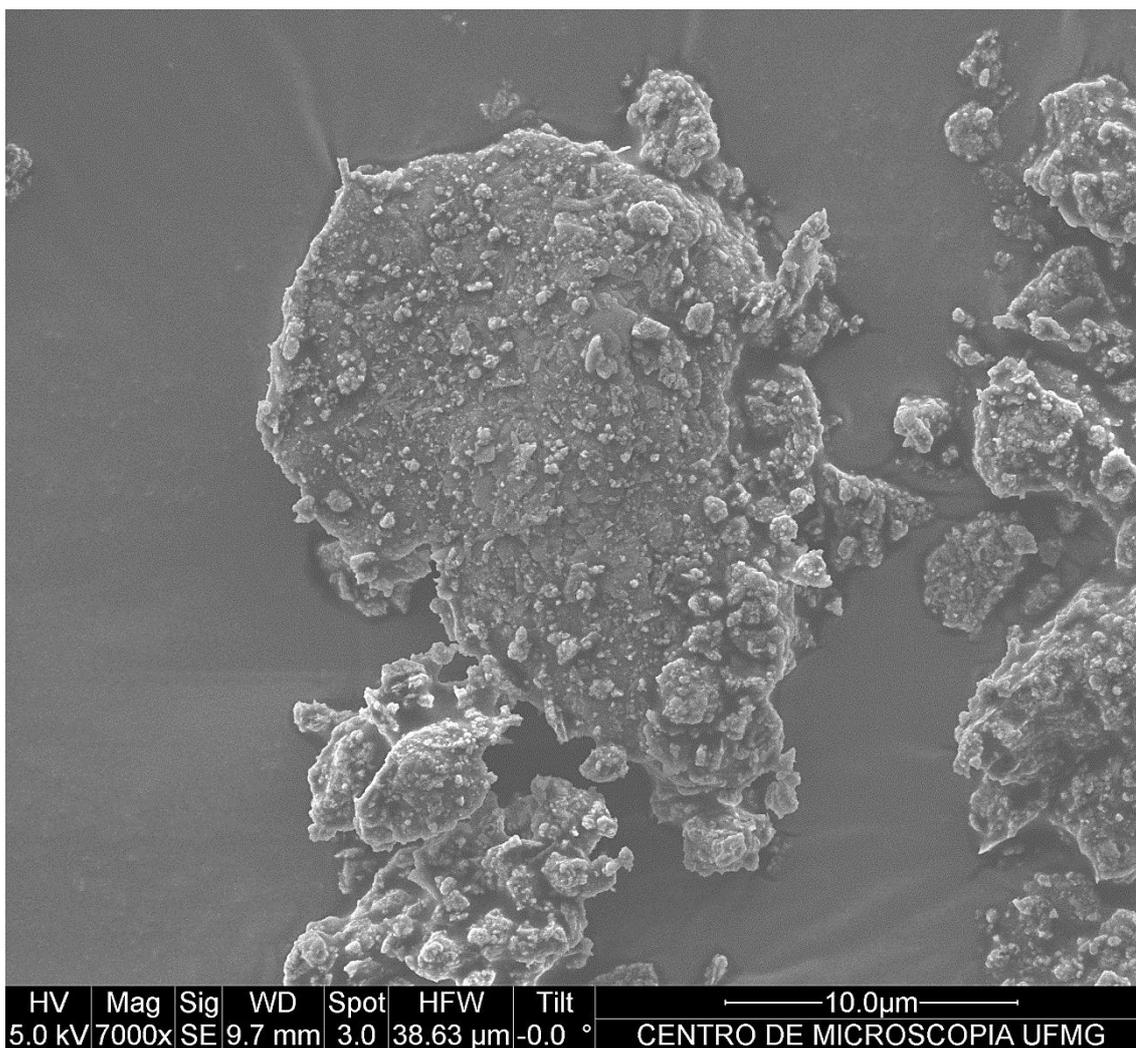
Tabela 5-18: Microanálise EDS

Área	Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Titânio	Mineral
1	33,67	2,20	0,77	63,36	-	Hematita
2	45,10	9,42	6,04	3,80	35,64	Rutilo

#### 5.4.2 Filito

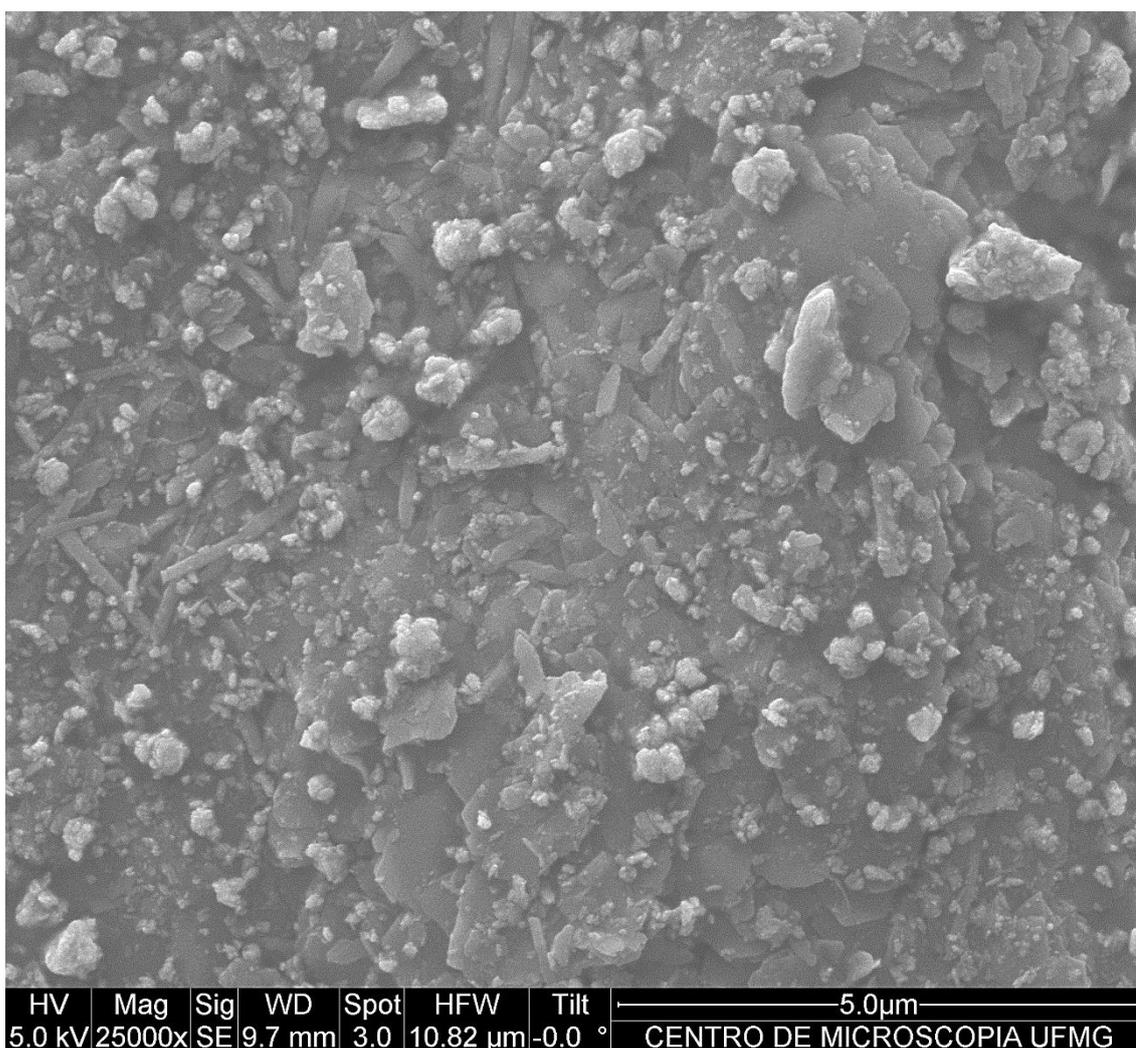
As figuras 5-28 a 5-31 correspondem às imagens da amostra de filito cru.

Na figura 5-28, com um aumento de 7000 vezes, observam-se partículas com morfologia de placas, o que indica o mineral caulinita.



**Figura 5-28: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito cru**

A figura 5-29, com ampliação sobre a placa maior da figura anterior 5-28; nesta mesma área foi realizada microanálise cujos resultados se encontram na tabela 5-19. Conclui-se que a área em questão apresenta o mineral caulinita e um mineral de ferro minoritário, possivelmente hematita.

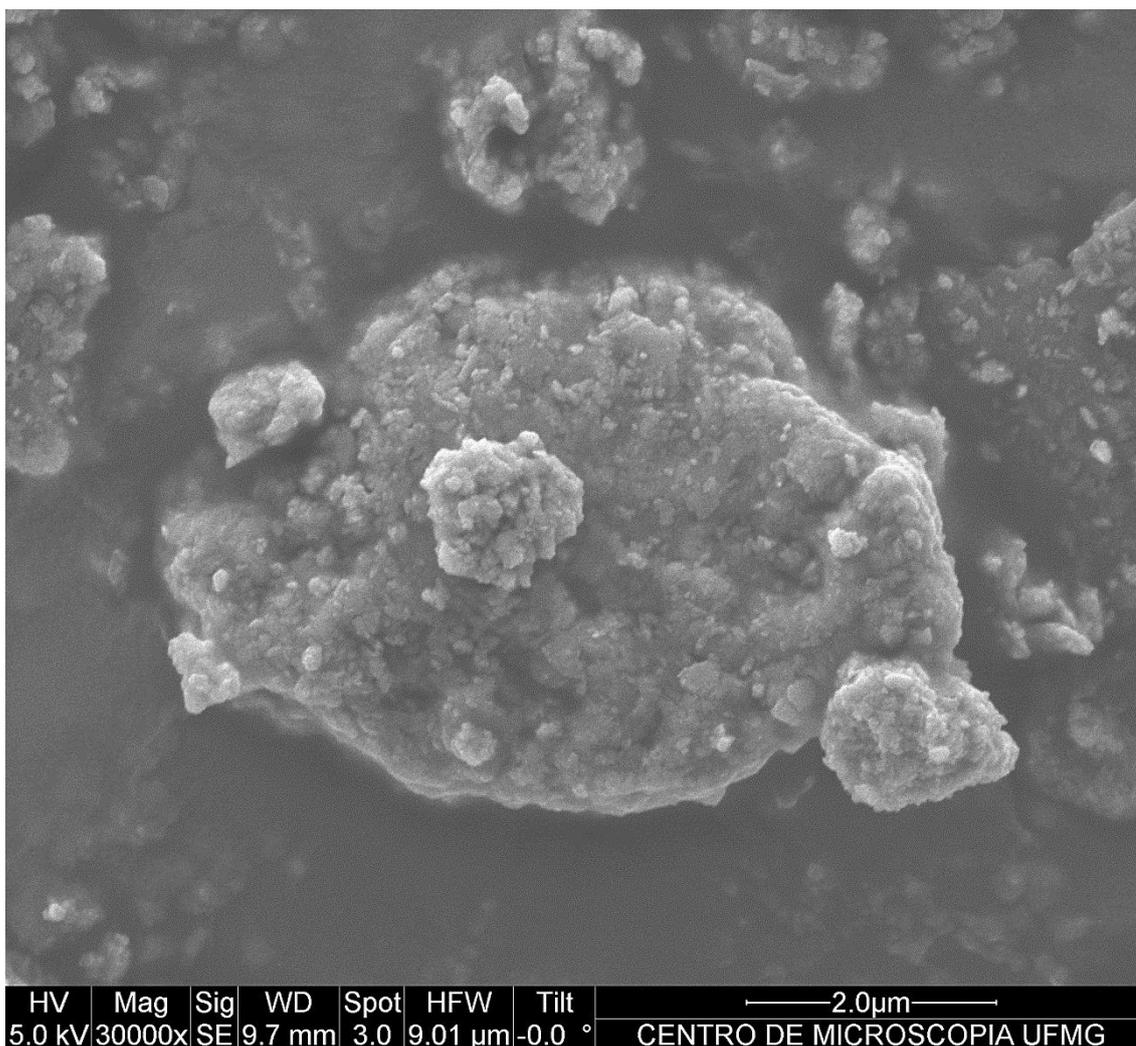


**Figura 5-29: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito cru**

**Tabela 5-19: Microanálise EDS**

<b>Oxigênio</b>	<b>Alumínio</b>	<b>Silício</b>	<b>Ferro</b>	<b>Manganês</b>
50,77	22,54	23,29	2,49	0,92

Na figura 5-30, é possível observar uma partícula maior no centro da imagem; pela microanálise EDS na tabela 5-20, conclui-se pela presença de um mineral de ferro associado ao elemento manganês, já que os teores destes elementos são os mais expressivos nesta área.



**Figura 5-30: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito cru**

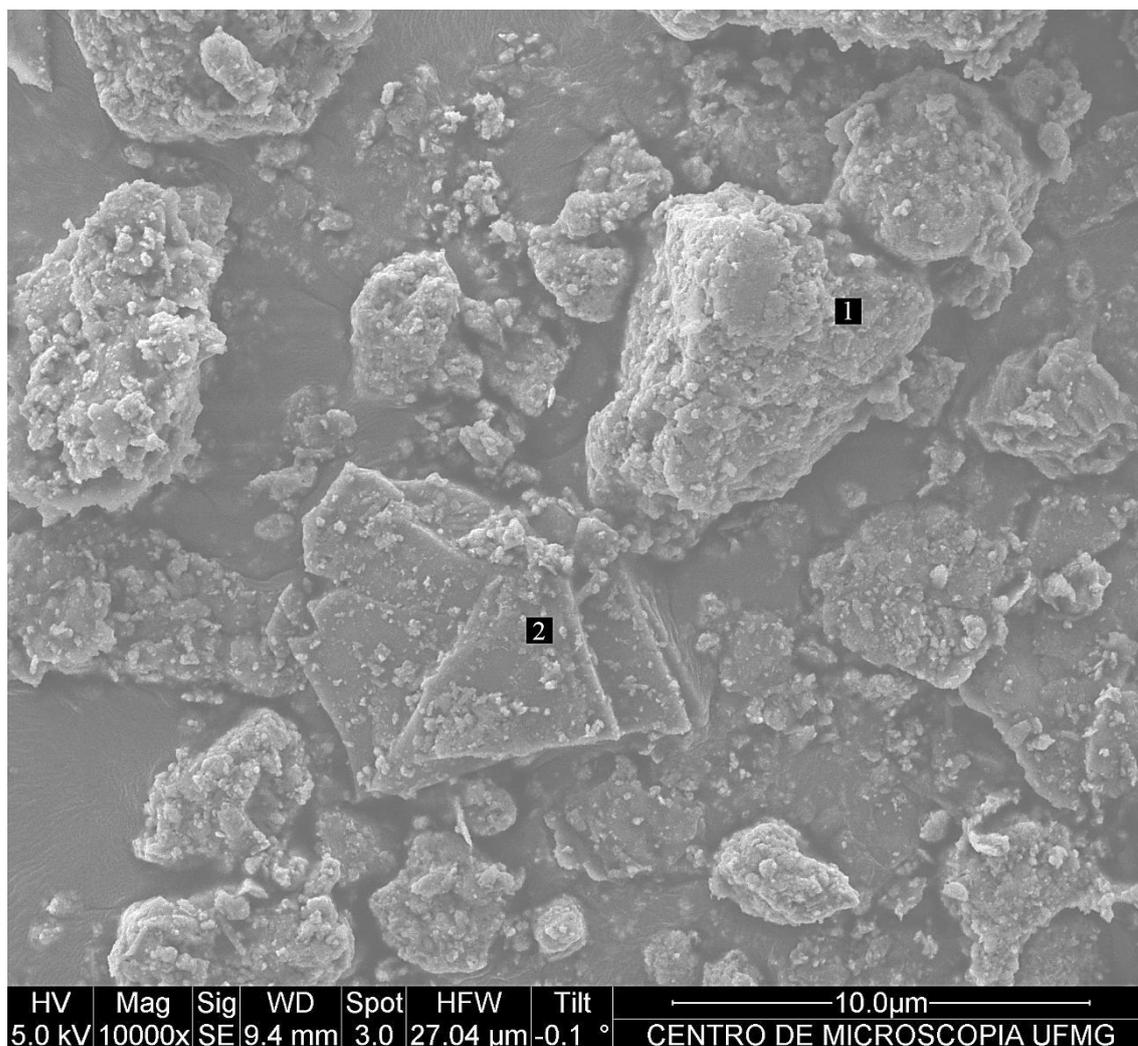
**Tabela 5-20: Microanálise EDS**

<b>Oxigênio</b>	<b>Alumínio</b>	<b>Silício</b>	<b>Ferro</b>	<b>Manganês</b>
37,77	7,01	1,73	27,77	25,72

As figuras 5-31 e 5-32 correspondem à amostra de filito calcinada em forno tipo flash à temperatura de 750°C.

Na figura 5-31 observam-se duas partículas em destaque identificadas como ponto 1 e ponto 2. Com a microanálise EDS da tabela 5-21, é pertinente afirmar que a partícula 1 é composta por hematita associada a um mineral de manganês, visto que os elementos ferro e manganês têm os teores maiores.

A partícula 2 indica a ocorrência de pseudomorfismo do mineral quartzo segundo a caulinita, fato justificado pelo teor alto do elemento silício na partícula e pela morfologia característica do mineral caulinita.



**Figura 5-31: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito flash**

**Tabela 5-21: Microanálise EDS**

Ponto	Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Manganês	Mineral
1	33,11	8,50	5,24	31,46	21,69	Hematita
2	49,22	1,36	45,25	2,97	1,20	Pseudomorfismo de quartzo

A figura 5-32 mostra uma partícula com morfologia subédrica, característica ao do mineral quartzo. Isto é confirmado pela microanálise EDS da tabela 5-22, onde o elemento silício possui teor alto na partícula.

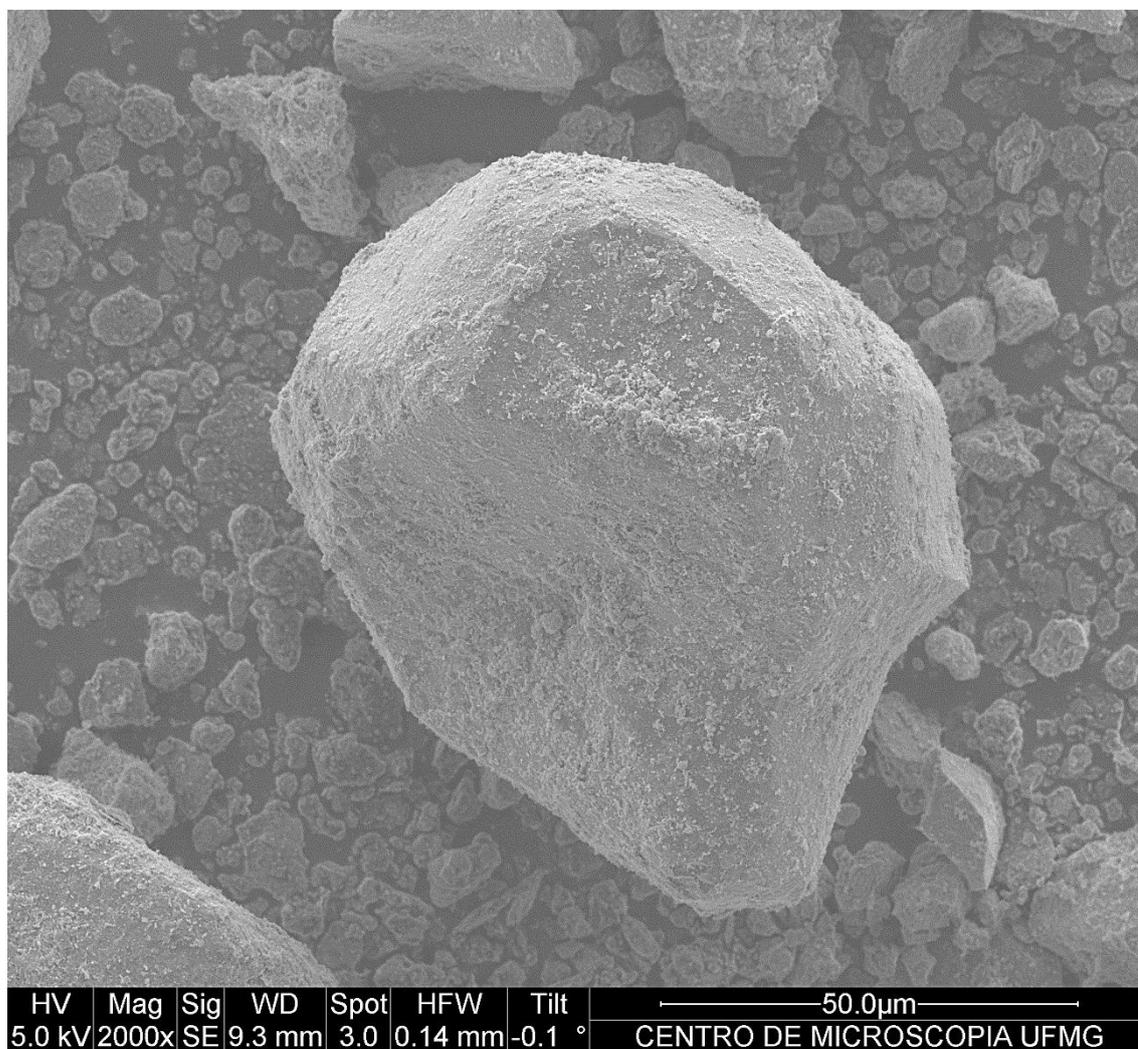


Figura 5-32: Imagem de elétrons secundários da amostra de filito flash

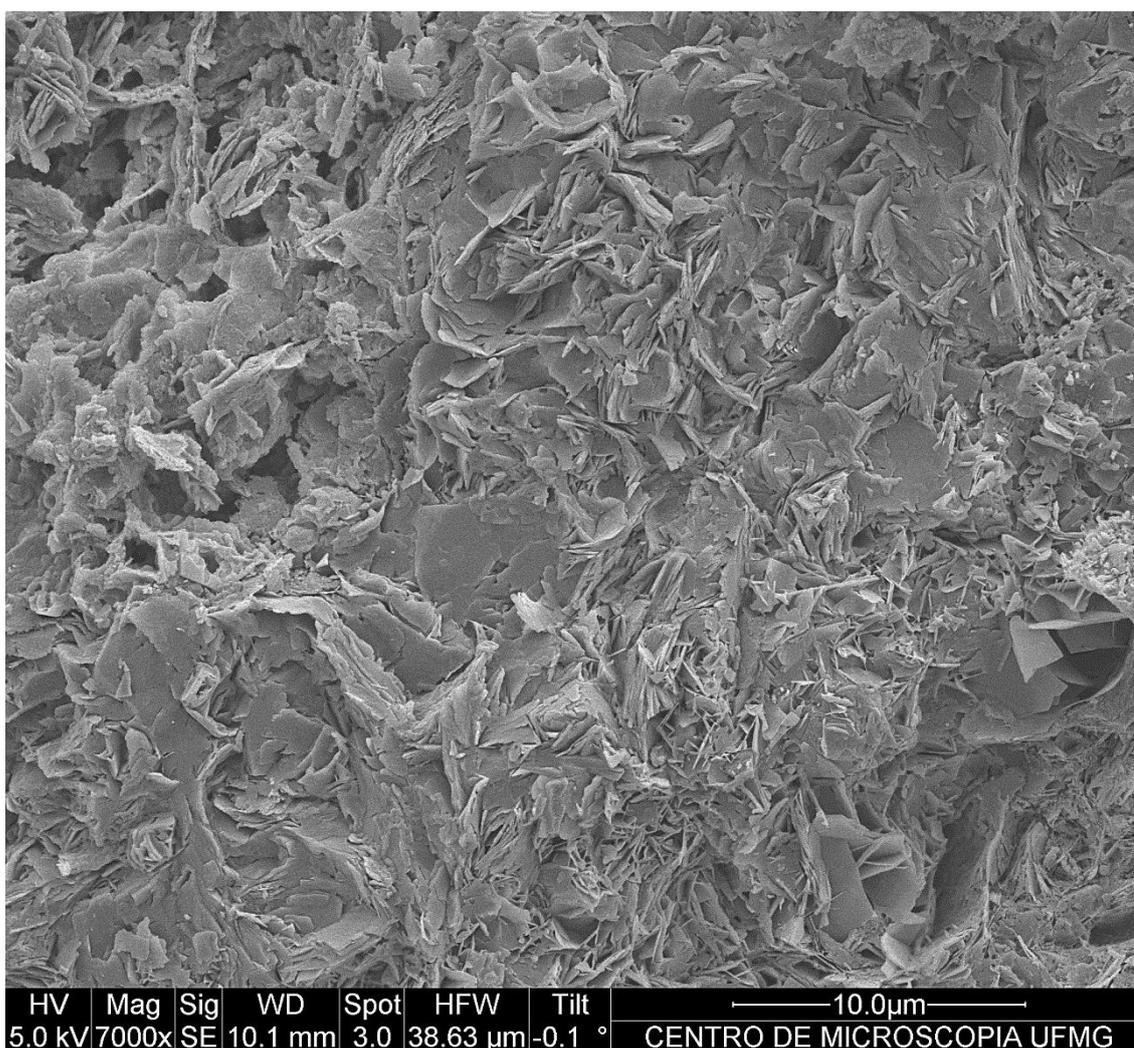
Tabela 5-22: Microanálise EDS

Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Manganês	Mineral
45,17	1,87	41,75	7,87	3,35	Quartzo

### **5.4.3 Corpos de Prova para Resistência**

As figuras 5-33 e 5-34 correspondem às imagens dos fragmentos dos corpos de provas 2x4 rompidos compostos por metabásica flash e cal hidratada.

A figura 5-33 mostra uma visão geral do fragmento, com a presença de morfologias em forma de placas que não seguem uma orientação preferencial. A tabela 5-23 mostra o resultado da microanálise EDS referente à área da imagem, onde é perceptível a presença elevada de cálcio devido à adição de hidróxido de cálcio na mistura que compõe o corpo de prova rompido. Em proporção média ocorre o elemento alumínio, o que evidencia a existência da metacaulinita.

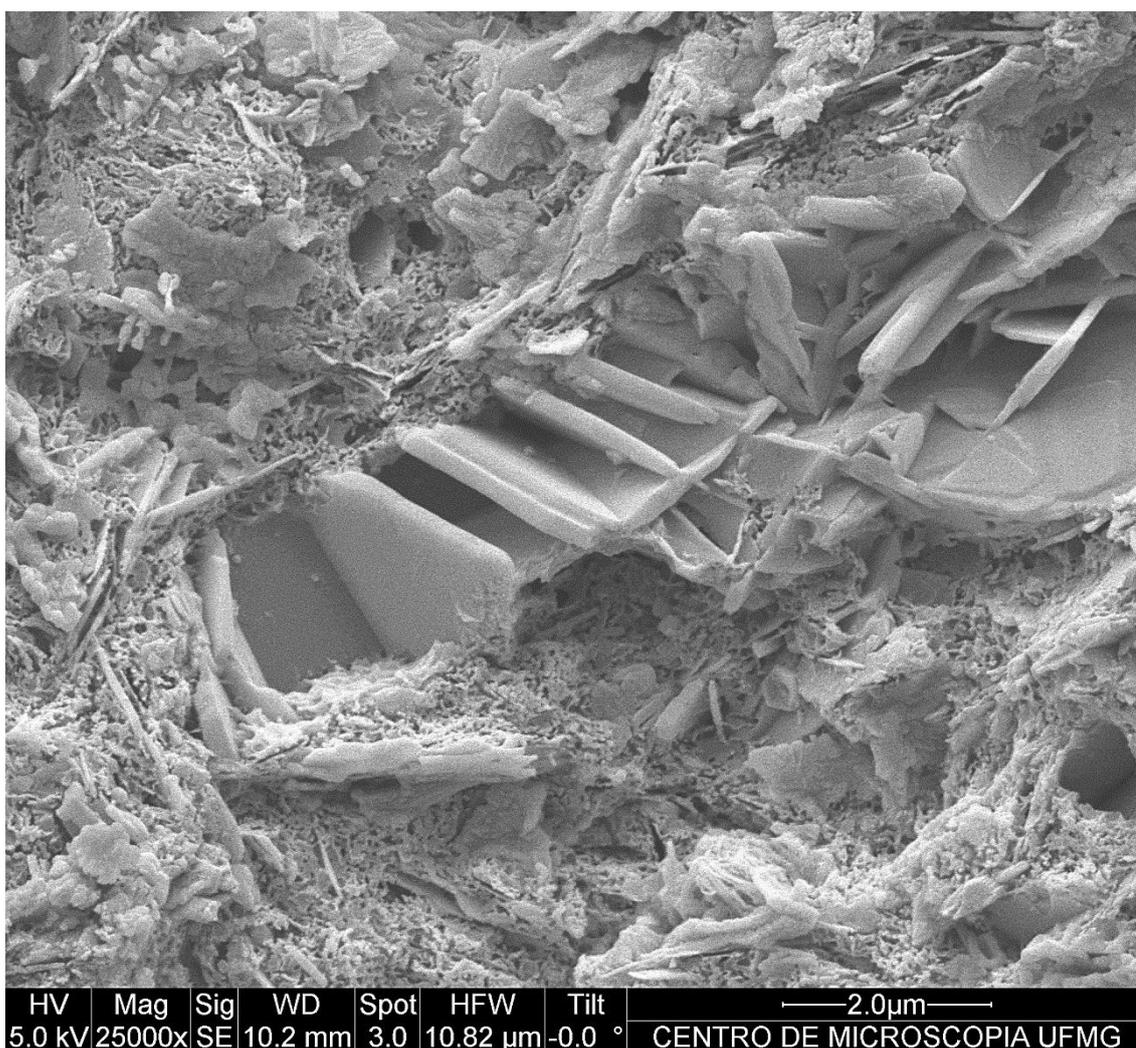


**Figura 5-33: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 2x4**

**Tabela 5-23: Microanálise EDS**

Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Cálcio	Carbono
43,45	14,28	7,18	2,93	26,70	5,47

A figura 5-34 mostra a imagem com aumento maior, onde é perceptível a morfologia de lamelas hexagonais no centro da imagem, característica da portlandita, o que é confirmado pela microanálise EDS da tabela 5-24, onde é notável o teor elevado de cálcio. Os grãos fibrilares são compatíveis com uma das morfologias dos silicatos de cálcio hidratados, CSH.



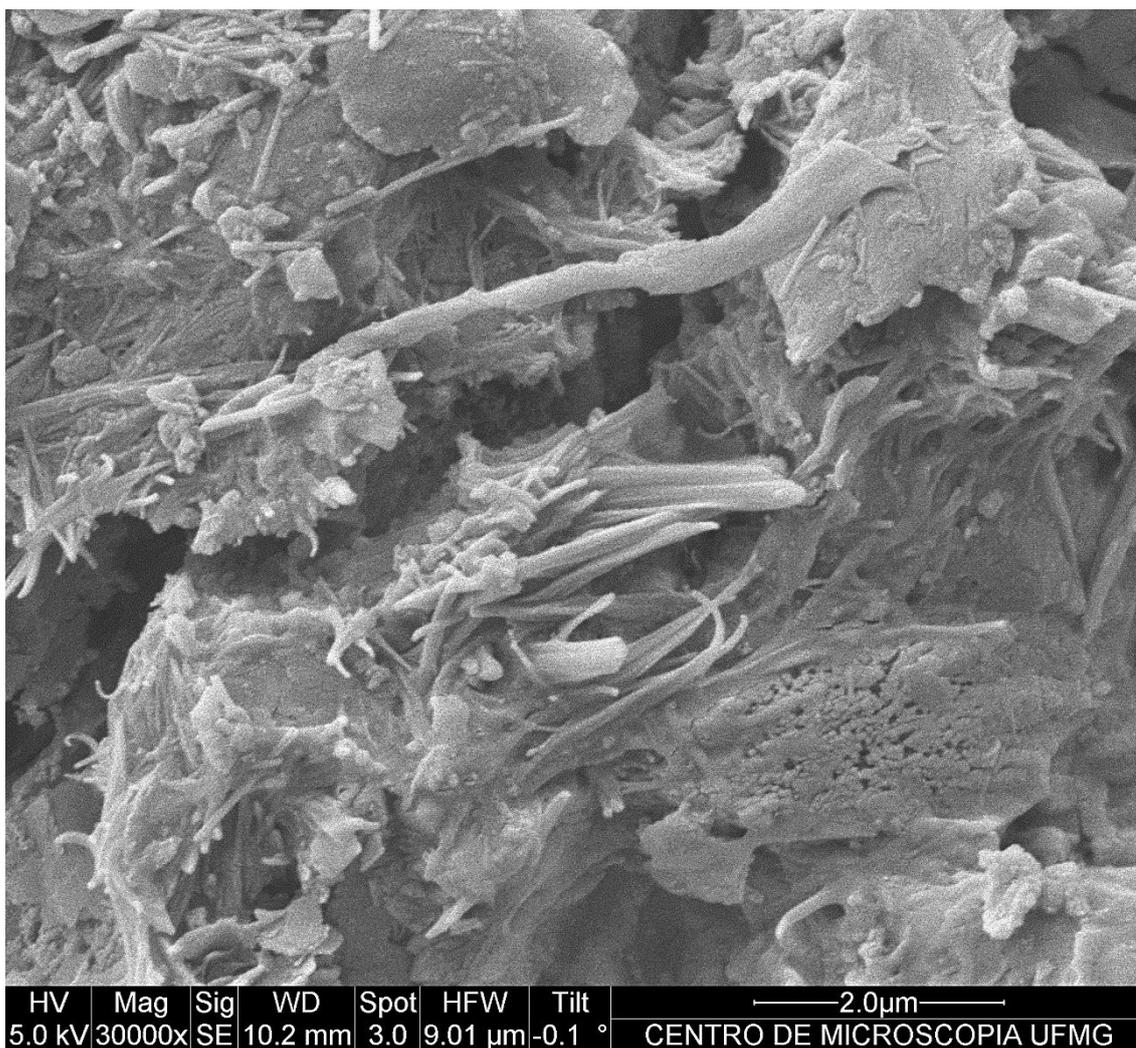
**Figura 5-34: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 2x4**

**Tabela 5-24: Microanálise EDS**

Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Cálcio	Carbono
45,77	10,09	6,79	3,68	29,32	4,35

As figuras 5-35 e 5-36 correspondem às imagens dos fragmentos dos corpos de provas 5x10 rompidos, contendo misturas com a metabásica flash 770°C.

São notáveis na figura 5-35 diferentes morfologias e composições químicas (tabela 5-25), com estruturas em forma de agulhas, fibras retorcidas e placas, expondo a heterogeneidade de materiais que compõem o corpo de prova.

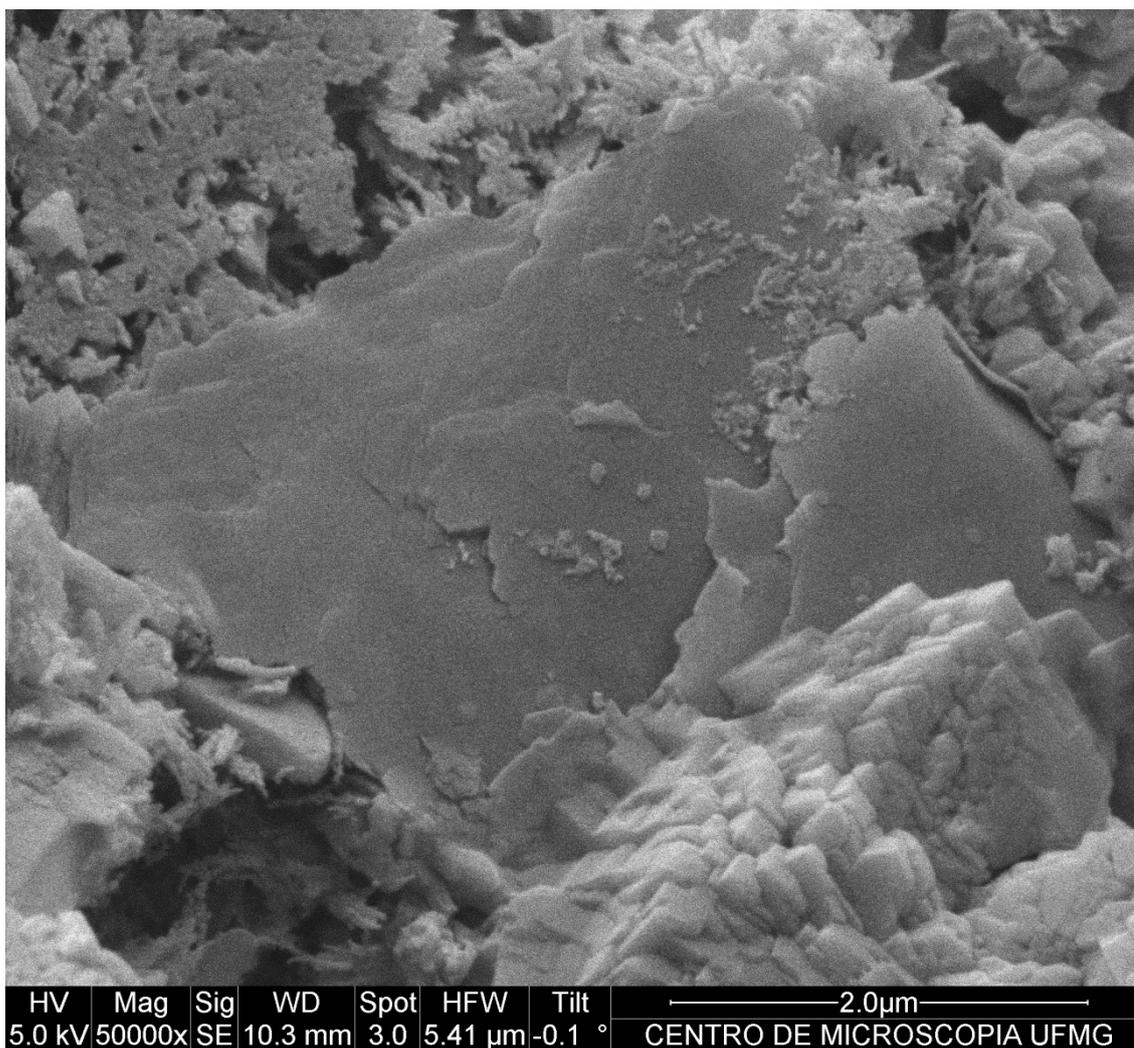


**Figura 5-35: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 5x10**

**Tabela 5-25: Microanálise EDS**

Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Cálcio	Carbono	Sódio	Potássio	Magnésio
46,93	11,34	13,53	1,92	6,87	16,80	0,64	0,92	1,05

Com um aumento elevado da imagem da figura 5-36, é possível identificar uma partícula lamelar, sugerindo que é uma palheta de mica, pela microanálise da mesma, na tabela 5-26. No canto inferior direito, há um agrupamento de cristais de calcita.



**Figura 5-36: Imagem de elétrons secundários do fragmento de corpo de prova 5x10**

**Tabela 5-26: Microanálise EDS**

Oxigênio	Alumínio	Silício	Ferro	Cálcio	Carbono	Sódio	Magnésio	Potássio
57,60	5,73	6,95	4,93	13,96	8,03	0,74	0,94	1,12

## 6 CONCLUSÕES

A calcinação flash de materiais considerados estéreis pela mineração de ferro gera produtos com reatividade, os quais podem ser considerados pozolanas artificiais. Isto foi comprovado por ensaios de resistência mecânica de compressão uniaxial.

As amostras da rocha metabásica intemperizada calcinada obtiveram melhores resultados, nestes ensaios, do que as amostras da rocha filito calcinada nas mesmas condições.

O valor de 10MPa estipulado para os ensaios de resistência à compressão uniaxial caracteriza materiais com alta reatividade, o que não inviabiliza os resultados encontrados para as amostras confeccionadas com o filito calcinado flash, já que esse material pode ser incorporado em outros tipos de cimento, como o de alvenaria para uso em rebocos.

A norma NBR ABNT 12653/2014 é uma atualização da norma NBR ABNT 12653/2012. A modificação da norma consistiu em modificar o valor do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias, em relação ao controle, onde na norma de 2012 era de 75% e com a alteração passou a ser de 90%. Este valor se torna curioso já que a maioria das adições pozolânicas dificilmente atingem o valor de 90% do IAP. Materiais pozolânicos com IAP de 75% são aceitos na maioria dos países que utilizam cimento com adição de pozolana.

Pelas análises de granulometria, foi possível perceber que após o processo de calcinação flash, as partículas tendem a se aglomerar (sinterizar), fato justificado pelo aumento do  $d_{50}$  de ambas as amostras de estéreis calcinadas.

Os valores de área superficial específica (ASE) das amostras após passarem pela calcinação flash mostraram redução dos mesmos, o que também pode ser atribuído ao processo de aglomeração (sinterização) pelo qual as partículas passam no forno flash.

As análises de difratometria de raios X mostraram que a rocha metabásica é caracterizada por maior abundância do mineral caulinita, e mesmo de gibbsita, quando comparada à rocha filito. Tal fato contribuiu para o melhor desempenho da amostra de metabásica flash quando submetida aos testes de resistência. Em conjunto à difratometria de raios-X, os resultados dos ensaios termogravimétricos foram determinantes para identificar as transformações térmicas pelas quais os minerais que compunham as amostras passaram.

As imagens obtidas pelo MEV mostraram o efeito da calcinação flash na morfologia dos minerais, e com a microanálise EDS foi possível identificar quimicamente os minerais. Nas amostras cruas foram encontradas partículas com morfologias semelhantes às presentes na amostra de caulim puro, e após passarem pela calcinação flash, essas tiveram deformações nas lamelas que compõem as partículas, evidenciando que, após esse processo térmico, ocorreu a transformação da caulinita para a metacaulinita.

Dessa forma, conclui-se que as rochas metabásicas que compõem os estéreis de minas de minério de ferro do Quadrilátero Ferrífero adquirem atividade pozolânica quando passam pelo processo de calcinação flash, apresentando bons resultados de índice de atividade pozolânica quando reagidas com o hidróxido de cálcio. Um dos receios de se introduzir material pozolânico ao cimento é o de mudar a cor do mesmo, porém é oportuno frisar que não existe uma norma que determine que o cimento deva possuir a cor cinza. Assim, mostram-se como uma boa opção para serem empregadas na substituição do cimento Portland, contribuindo para a redução da emissão de gases de efeito estufa e ainda dando um destino nobre às massas de material que compõem as pilhas de estéreis nos empreendimentos mineiros, as quais deixam de ser passivos ambientais e se tornam produtos.

## **7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Para a continuação deste trabalho, sugere-se que se realizem ensaios de compressão uniaxial seguindo a ABNT NBR 5752, utilizando o cimento CP II F 32 como referência, para determinação do IAP para a amostra de filito calcinado flash.

Também se sugere o desenvolvimento de gel polímeros com os produtos calcinados via forno flash dos materiais de metabásica intemperizada e filito.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAGÃO, G. A. S. *Classificação de pilhas de estéril na mineração de ferro*. Ouro Preto: Escola de Minas da UFOP, 2008. 117p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Mineral).

ARAÚJO, J. C. ASSIS J. T. MONINE V. I., BERTOLINO L.C. Caracterização da Microestrutura de Caulinitas pela Difração de Raios-X. *Revista Matéria*, Rio de Janeiro, v 11, n° 3, Julho/Setembro 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TECNICAS, Rio de Janeiro. *NBR-12653/2014*; Materiais pozolânicos - requisitos. Rio de Janeiro, 2014. 6p.

ASSOCIACAO BRASILEIRA DE NORMAS TECNICAS; Rio de Janeiro. *NBR-5752/2014*; Materiais pozolânicos - Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro, 2014. 4p.

BICH, C. *Contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin; évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique*. Lyon: Institut Nacional Des Sciences Appliquees, 2005. 263p. (Tese, Doutorado em Engenharia Civil).

BICH, C., AMBROISE, J., PÉRA, J. Influence of degree of dehydroxylation on the pozzolanic activity of metakaolin. *Applied Clay Science*, v.44, p194s-200s, 2009.

BRINDLEY, G., NAKAHIRA, M., A new concept of the transformation sequence of kaolinite to mullite. *Nature*, v.181, p1333s-133s, may 1958.

BRANDÃO, P.R.G. Notas de aula da disciplina “Métodos de instrumentação e análise”. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2016.

CARNEIRO, B. S., ANGÉLICA, R. S., SCHELLER, T., DE CASTRO, E. A. S., NEVES, R. F. Caracterização mineralógica e geoquímica e estudo das transformações de fase do caulim duro da região do Rio Capim, Pará. *Cerâmica*. v. 49, p-237s-244s, 2003.

CPRM. Disponível em <http://www.cprm.gov.br/> Acesso em: 17 de novembro de 2018.

DAVIES, T. W. Flash dehydroxilation of kaolinite: effect of heating rate on the properties of the calcine, *Journal of Materials Science Letters*, v.5, p186s-187s, jun. 1986.

DNPM. *Anuário Mineral Brasileiro: Principais Substâncias Metálicas: Ano Base: 2016*. Brasília: DNPM (Departamento Nacional de Produção Mineral), 2018. 33p.

DNPM. *Sumário Mineral 2016*. Brasília: DNPM (Departamento Nacional de Produção Mineral), 2018. 131p.

FARIA, P. *Argamassas de revestimento para alvenarias antigas. Contribuição para o estudo da influência dos ligantes*. Lisboa, FCT/UNL, 2004, 495p. (Tese de Doutorado em Engenharia Civil).

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2010*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2011. 47p.

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2011*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2012. 47p.

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2012*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2013. 46p.

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2013*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2014. 48p.

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2014*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2015. 46p.

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2015*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2016. 48p.

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2016*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2017. 48p.

FEAM. *Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração: Ano Base 2017*. Belo Horizonte: Feam (Fundação Estadual do Meio Ambiente), 2018. 47p.

FERREIRA, M. M., VARAJÃO, A. F. D. C., MORALES-CARRERA, A. M, PERALTA-SANCHÉZ, M. G., COSTA, G. M. Transformações mineralógicas e cristal químicas decorrentes dos ensaios termais em argilas caulínicas ferruginosas. *Cerâmica*. v.58, p105s-110s, 2012.

FLORES, J. C. C., LIMA, H. M. *Fechamento de mina: aspectos técnicos, jurídicos e socioambientais*.Ouro Preto: Editora UFOP, 2012. 315p.

FRÍAS, M., VIGIL DE LA VILLA, R., GARCÍA, R., DE SOTO, I., MEDINA, C., SÁNCHEZ DE ROJAS, M. I. Scientific and technical aspects of blended cement matrices containing activated slate wastes. *Cement & Concrete Composites*, v.48, p19s-25s, 2014.

GAMA, E. M, CORDEIRO, R. A. C., SEERIG, T. Metakflex - o cimento de argilas: Novo produto e nova receita para a eliminação de barragens de estéreis na mineração. *Arquivos do museu de historia natural*, Belo Horizonte, v. 24, p183s-208s, 2015.

GAMA, E.M. et al. *Os coprodutos da mineração de ferro para uma economia sustentável*. Universidade Federal de Minas Gerais - DNPM - Livro no Prelo.

HAINES, P.J. *Principles of thermal analysis and calorimetry*. London: Royal Society of Chemistry, 2002. 220p.

HE, C., OSABAECK, B., MAKOVICKY, E. Pozzolanic reactions of six principal clay minerals: activation, reactivity assessments and technological effects. *Cement and Concrete Research*, v.25, n.8, p1691s-1702s, jul. 1995.

IONASHIRO, M. *Giolito: Fundamentos da Termogravimetria Análise Térmica Diferencial/ Calorimetria Exploratória Diferencial*. Araraquara. Giz Editorial, 2004. 98p.

MASSAZZA, F. Pozzolanic cements. *Cement & Concrete Composites*, v.15, p185s-214s, 1993.

MALKI, A., MEKHALIF, Z., DETRICHE, S., FONDER, G., BOUMAZA, A., DJELLOUL, A. Calcination products of gibbsite studied by X-ray diffraction, XPS and solid-state NMR. *Journal of Solid State Chemistry*, v.215, n.215, p8s-15s, 2014.

MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M. *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*. 1ª edição. São Paulo: Pini, 1994. 573p.

MIŚTA, W., WRZYSZCZ, J. Rehydration of transition aluminas obtained by flash calcination of gibbsite. *Thermochimica Acta*, v.331(1), p67s-72s, 1999.

NORMA FRANCESA - Assises de chaussées - Essai de réactivité des pouzzolanes à la chaux - *NF P 98-104*. França, 1991.

NORMA FRANCESA - Reconnaissance et essais : mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - *NF P 94-068*; sols . França, Outubro 1998.

RAFIEIZONOOZ, M., MIRZA, J., SALIM, M. R., HUSSIN, M. W., KHANKHAJE, E. Investigation of coal bottom ash and fly ash in concrete as replacement for sand and cement. *Construction and Building Materials*, v.116, p15s-p24s, 2016.

ROCHA, G. G. N. *Caracterização microestrutural do metacaulim de alta reatividade*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2005. 84p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

RODRIGUES, O. M. S. *Estudos de Flotação de Caulinita*. Belo Horizonte: PPGEM-UFMG, 2009. 95p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

SABIR B., WILD, S., BAI, J. Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review. *Cement and Concrete Composites*, v.23, n.6, p441s-453s, dez. 2001.

SALVADOR, S. Pozzolanic properties of flash-calcined kaolinite: A comparative study with soak-calcined products. *Cement and Concrete Research*, v.25, n.1, p102s-112s, jan. 1994.

SALVADOR, S. *Production de pouzzolanes de synthèse par calcination flash de sols argileux; étude des produits et conception d'une installation*. Toulouse: Institut National des Sciences Appliquees, 1992. 177p. (Tese, Doutorado em Engenharia Civil).

SAN NICOLAS, R. *Approche performantielle des bétons avec métakaolins obtenus par calcination flash*. Toulouse: Université de Toulouse, 2011. 335p. (Tese, Doutorado em Engenharia Civil).

SAN NICOLAS, R., CYR, M. ESCANDEILLAS, G. Characteristics and applications of flash metakaolins. *Applied Clay Science*, v.83-84, p253s-262s, out. 2013.

SANCHEZ, L.E. *Desengenharia: O Passivo Ambiental na Desativação de Empreendimentos Industriais*. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 2001. 254p.

SARKAR, S. L., AIMIN, X., JANA, D. Scanning Electron Microscopy, X-Ray Microanalysis of Concretes. In: RAMACHANDRAN, V. S., JAMES, J. B. *Handbook of analytical techniques in concrete science and technology*; Principles, Techniques, and Applications. Nova Iorque, E.U.A.: William Andrew Publishing LLC, 2001. p231s-274s.

SHVARZMAN, A., Kovler, K., Grader, G.S., Shter, G.E. The effect of dehydroxylation/amorphization degree on pozzolanic activity of kaolinite. *Cement and Concrete Research*. v.33, n.3, p405s-416s, mar. 2003.

TEKLAY, A., YIN, C., ROSENDAHL, L., LINDEQUIST, KØHLER L. Experimental and modeling study of flash calcination of kaolinite rich clay particles in a gas suspension calciner. *Applied Clay Science*, v.103, p10s-19s, 2015.

TCHAKOUTE, H. K., RÜSCHER, C. H., DJOBO, J. N. Y., KENNE, B. B. D., NJOPWOUO, D. Influence of gibbsite and quartz in kaolin on the properties of metakaolin-based geopolymer cements. *Applied Clay Science*, v.10, p188s-194s, 2015.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS, Belo Horizonte – MG, Evandro Moraes da Gama. Processo de preparação de metakflex aglomerante de alta resistência de produtos e processos que venham a utilizar metakflex. BR nº PI 0604142-6. 31 agosto 2006.

VALDUGA, L. Reação álcali-agregado - mapeamento de agregados reativos do Estado de São Paulo. Campinas: UNICAMP, 2002. 213p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Civil).

WILD, S., KHATIB. J. M., JONES, A. Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete. *Cement and Concrete Research*, v. 26, n.10, p1537s-1544s, 1996.

YUNUSA, I. A. M., EAMUS, D., DE SILVA, D. L., MURRAY., B. R., BUERCHETT., M. D., SKILBECK., G. C., HEIDRICH., C. Fly-ash: an exploitable resource for management of Australian agricultural soils. *Fuel*, v.85, p2337s-2344s, 2006.

## 9 ANEXOS

### **Anexo 1: Gráficos de multipontos**

- A - Metabásica intemperizada crua
- B - Metabásica intemperizada flash
- C - Filito cru
- D - Filito Flash

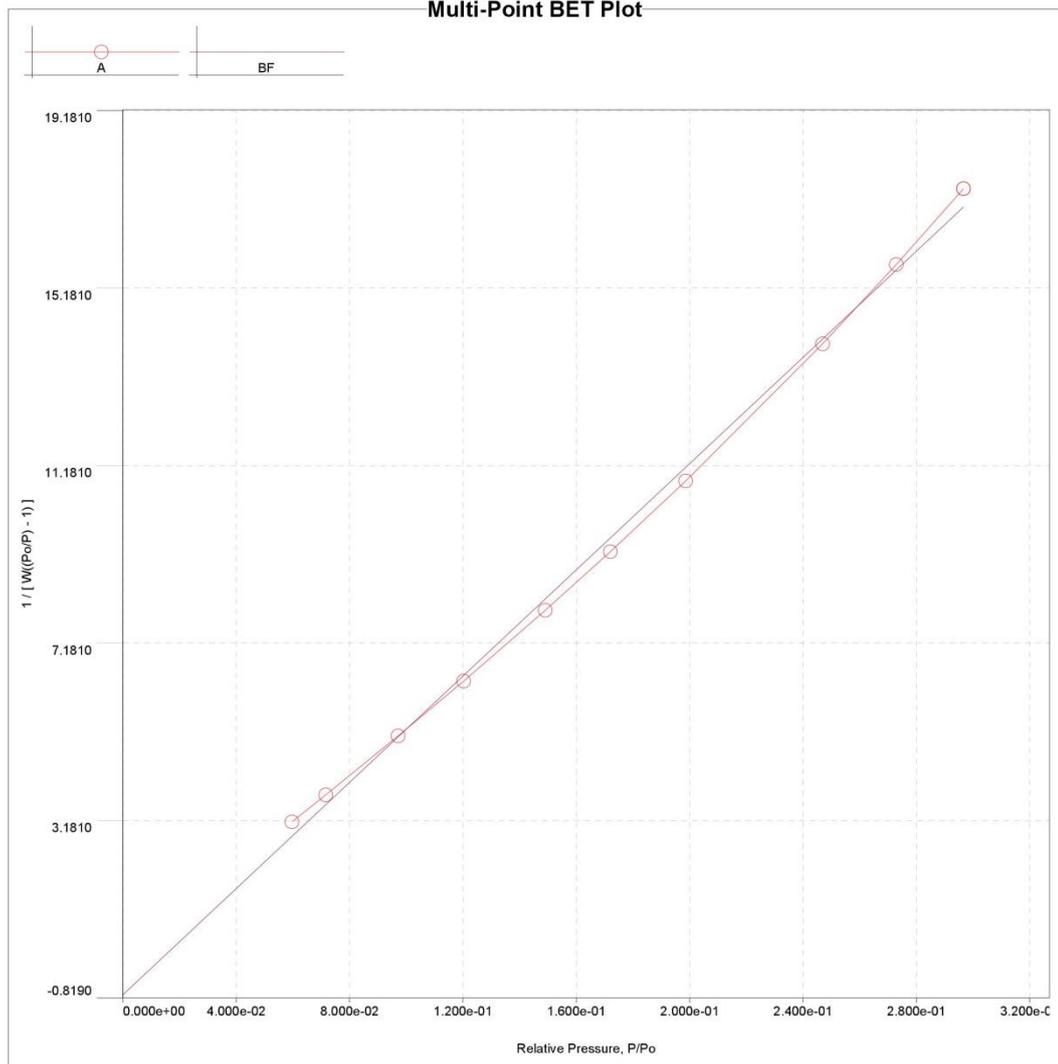
### MBET summary

Slope = 59.843  
 Intercept = -7.438e-01  
 Correlation coefficient, r = 0.998625  
 C constant = -79.454  
 Surface Area = 58.926 m<sup>2</sup>/g

### Multi-Point BET

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
5.96990e-02	16.1027	3.1546e+00	1.72057e-01	17.9872	9.2440e+00
7.16070e-02	16.4002	3.7629e+00	1.98648e-01	18.3057	1.0835e+01
9.71340e-02	16.9144	5.0891e+00	2.46933e-01	18.8382	1.3927e+01
1.20239e-01	17.2890	6.3250e+00	2.72931e-01	19.1144	1.5713e+01
1.49067e-01	17.6938	7.9216e+00	2.96638e-01	19.3683	1.7422e+01

### Multi-Point BET Plot



Dados correspondentes à tabela 5.1 para a amostra de metabásica intemperizada crua.

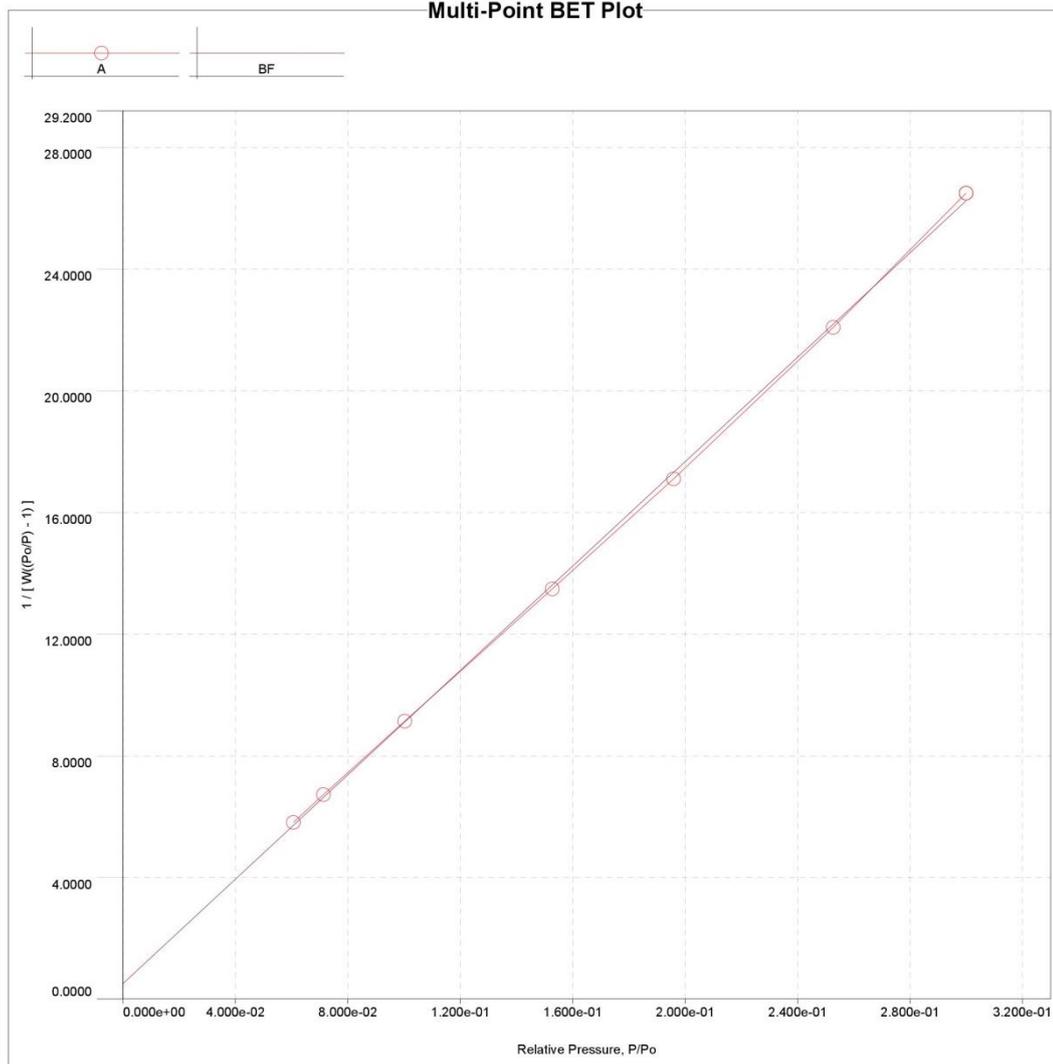
### MBET summary

Slope = 85.781  
 Intercept = 5.127e-01  
 Correlation coefficient, r = 0.999796  
 C constant = 168.310  
 Surface Area = 40.357 m<sup>2</sup>/g

### Multi-Point BET

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
6.06310e-02	8.8956	5.8054e+00	1.95902e-01	11.3981	1.7102e+01
7.13670e-02	9.1504	6.7199e+00	2.52706e-01	12.2519	2.2084e+01
1.00231e-01	9.7559	9.1360e+00	2.99968e-01	12.9411	2.6493e+01
1.52745e-01	10.6961	1.3486e+01			

### Multi-Point BET Plot



Dados correspondentes à tabela 5.1 para a amostra de metabásica intemperizada flash.

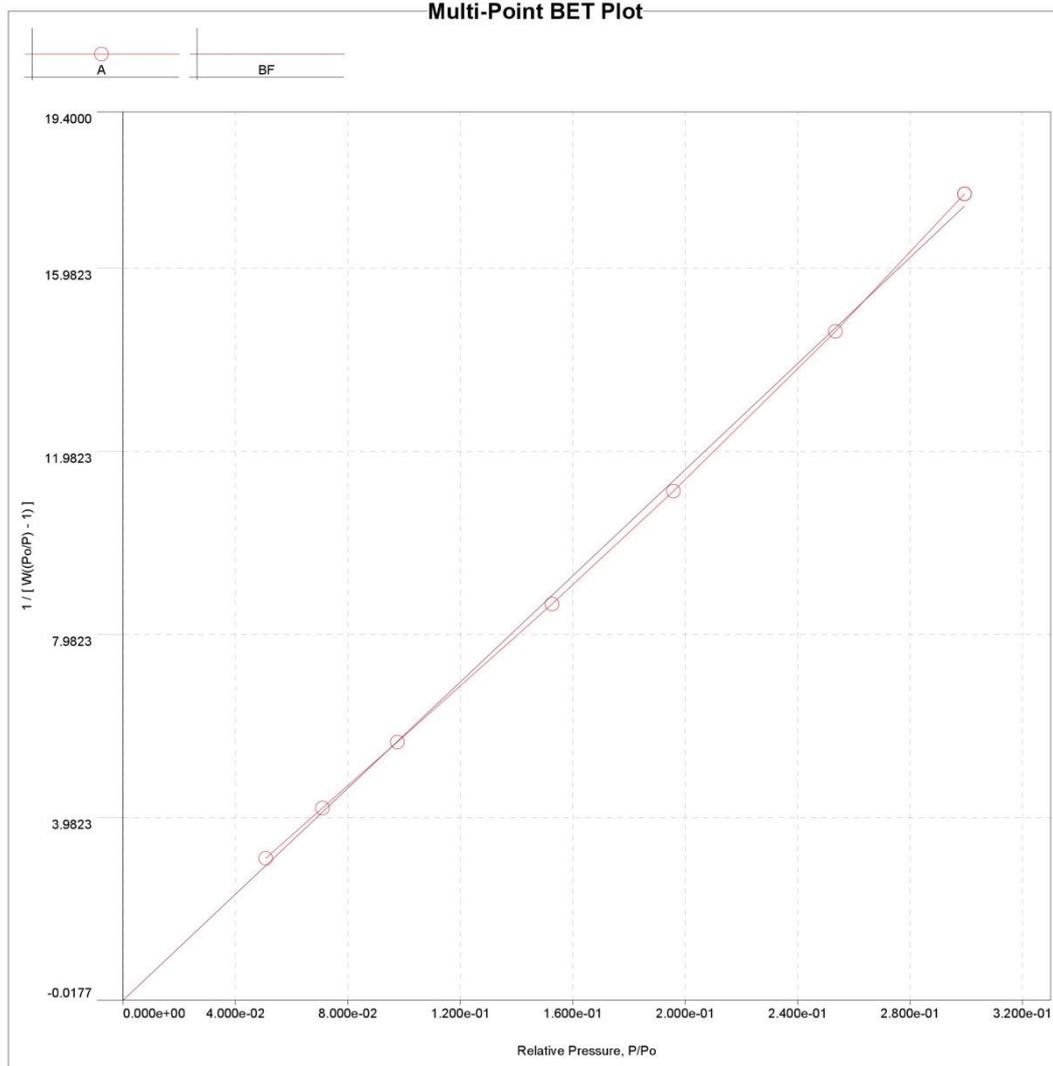
### MBET summary

Slope = 57.971  
 Intercept = -1.606e-02  
 Correlation coefficient, r = 0.999454  
 C constant = -3608.769  
 Surface Area = 60.091 m<sup>2</sup>/g

### Multi-Point BET

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
5.08170e-02	13.8907	3.0838e+00	1.95845e-01	17.5381	1.1111e+01
7.10100e-02	14.6096	4.1862e+00	2.53501e-01	18.6067	1.4603e+01
9.76100e-02	15.3827	5.6262e+00	2.99400e-01	19.4184	1.7608e+01
1.52637e-01	16.6729	8.6443e+00			

### Multi-Point BET Plot



Dados correspondentes à tabela 5.1 para a amostra filito cru.

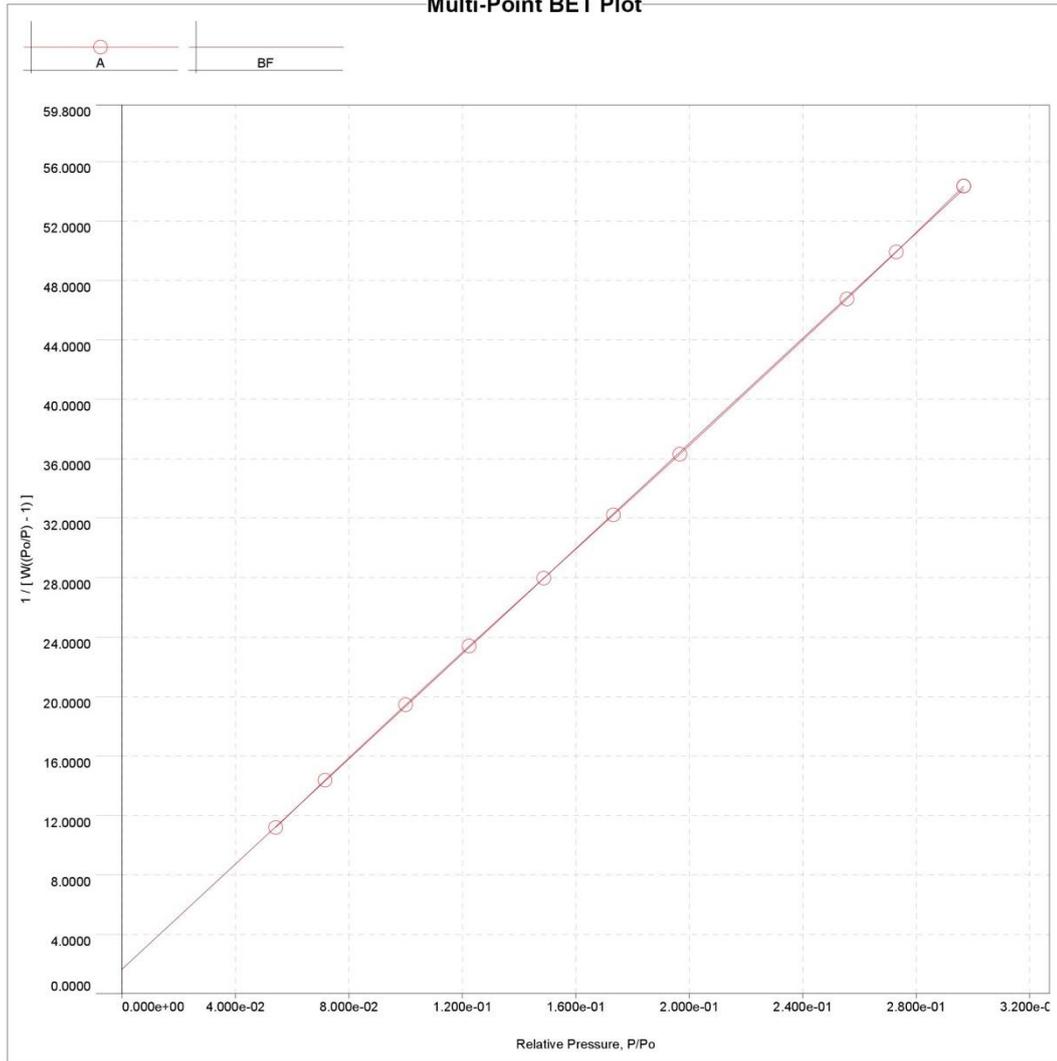
### MBET summary

Slope = 176.874  
 Intercept = 1.655e+00  
 Correlation coefficient, r = 0.999975  
 C constant = 107.855  
 Surface Area = 19.507 m<sup>2</sup>/g

### Multi-Point BET

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [ W((Po/P) - 1) ]
5.42300e-02	4.1013	1.1186e+01	1.73245e-01	5.2037	3.2220e+01
7.16040e-02	4.2960	1.4365e+01	1.96723e-01	5.3978	3.6301e+01
1.00017e-01	4.5723	1.9447e+01	2.55603e-01	5.8767	4.6749e+01
1.22425e-01	4.7723	2.3389e+01	2.72954e-01	6.0186	4.9909e+01
1.48712e-01	4.9982	2.7965e+01	2.96763e-01	6.2133	5.4342e+01

### Multi-Point BET Plot



Dados correspondentes à tabela 5.1 para a amostra filito flash.

## **Anexo 2: Curvas de distribuição granulométrica por difração a laser: Cilas**

A - Metabásica intemperizada crua

B - Metabásica intemperizada flash

C - Filito cru

D - Filito Flash



# DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

## CILAS 1064 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

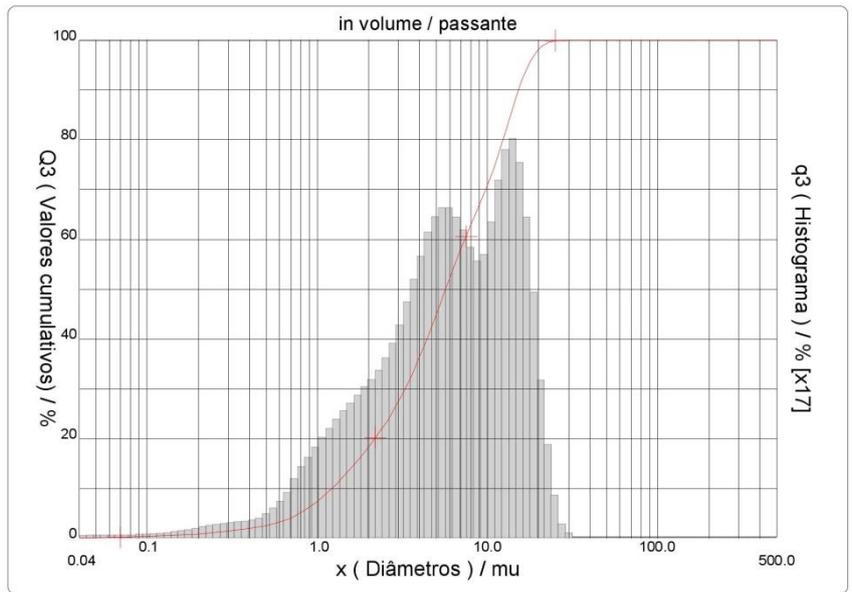
Ref da amostra : HM3260720182	Ultrasom : 80 s (+durante)
Type of product : Metabásica Crua	Concentração : 125
Client : Tamiris	Diâmetro a 10% : 1.22 mu
Comentários : Amostra Sólida	Diâmetro a 50% : 5.69 mu
Líquido : Water (eau)	Diâmetro a 90% : 15.29 mu
Agente dispersante : HEXAMETA 0,05	Diâmetro médio : 7.21 mu
Operador : Ilda	Fraunhofer
Empresa :	Densidade/Fator -----
Localização :	Superfície específica -----
Data : 24/07/2018 Hora : 16:25:58	Diluição automática : Não / Não
Índice med. : 2792	Medida./Limp. : 60/60/3
	SOP : Incremento

Valores cumulativos particulares					in volume / passante					
x	1.00	5.00	10.00	15.00	20.00	30.00	38.00	45.00	56.00	75.00
Q3	7.44	44.80	70.61	89.20	98.06	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

x : diâmetro / mu    Q3 : valor cumulativo / %    q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	30.00



Núm. de série : 897    Ref : 1.141.m0.45A1818/3.30/2792/m26.12.5.10.1Fh.20.5.10.1BhQ-0.0.0.0/300.0.15.g60.2.9.10.1.10.P6500.1.10.N.0/V.5.12/635

	Valores cumulos caracteristicos					in volume / passante				
x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.06	0.21	0.32	0.80	1.42	1.97	2.51	3.20	4.06	5.13
q3	0.02	0.02	0.02	0.05	0.12	0.14	0.18	0.29	0.42	0.60
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	6.27	7.44	8.62	9.79	10.94	12.07	14.25	16.32	18.30	20.18
q3	0.73	0.84	0.93	1.01	1.08	1.15	1.23	1.32	1.42	1.49
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	22.01	23.81	25.59	27.36	29.15	30.94	32.73	34.51	36.28	38.92
q3	1.58	1.69	1.81	1.93	2.09	2.22	2.36	2.48	2.60	2.75
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	41.50	44.80	47.15	49.38	52.15	55.28	58.09	60.59	62.84	64.88
q3	2.88	2.98	3.04	3.05	3.03	2.95	2.86	2.73	2.63	2.54
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	66.82	70.61	74.57	78.54	82.42	86.02	89.20	91.89	94.10	95.85
q3	2.56	2.71	3.13	3.44	3.65	3.66	3.47	3.14	2.75	2.31
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	97.12	98.06	98.74	99.22	99.55	99.85	99.98	100.00	100.00	100.00
q3	1.77	1.38	1.05	0.78	0.56	0.27	0.09	0.02	0.00	0.00
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Dados correspondentes ao gráfico (Metabásica intemperizada crua)



# DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

## CILAS 1064 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

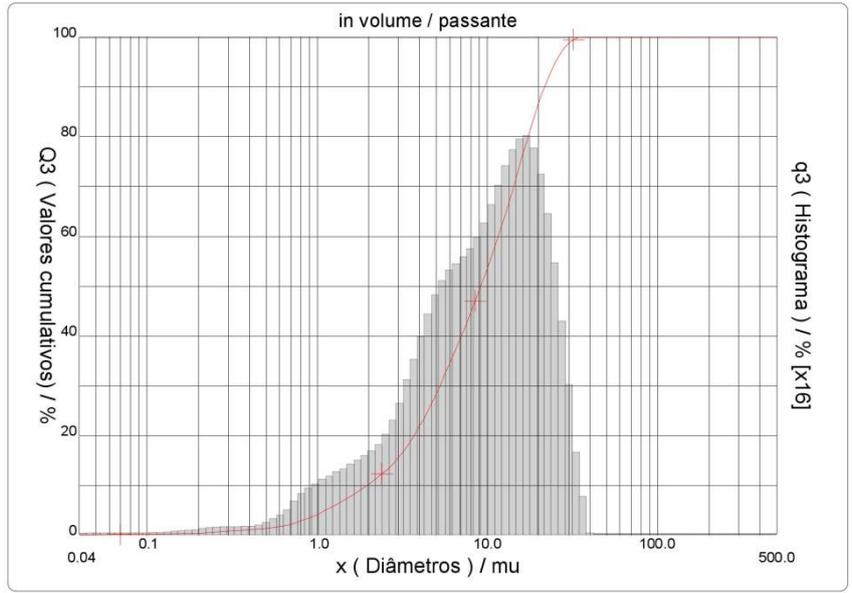
Ref da amostra : HM3240720182	Ultrasom : 80 s (+durante)
Type of product : Metabásica 770.C	Concentração : 116
Client : Tamiris	Diâmetro a 10% : 1.97 mu
Comentários : Amostra Sólida	Diâmetro a 50% : 9.20 mu
Líquido : Water (eau)	Diâmetro a 90% : 21.72 mu
Agente dispersante : HEXAMETA 0,05	Diâmetro médio : 10.71 mu
Operador : Ilda	Fraunhofer
Empresa :	Densidade/Fator -----
Localização :	Superfície específica -----
Data : 24/07/2018 Hora : 15:56:38	Diluição automática : Não / Não
Índice med. : 2788	Medida./Limp. : 60/60/3
	SOP : Incremento

Valores cumulativos particulares					in volume / passante					
x	1.00	5.00	10.00	15.00	20.00	30.00	38.00	45.00	56.00	75.00
Q3	4.21	28.34	53.41	72.48	86.56	98.77	100.00	100.00	100.00	100.00

x : diâmetro / mu    Q3 : valor cumulativo / %    q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	36.00



Núm. de série : 897      Ref : 1.r141.m0.45A1818/3.30/2788/m26.12.5.10.1Fh.20.5.10.1BhQ-.0.0.0./300.0.15.g60.2.9.10.1.10.P6500.1.10.N.0/V.5.12/635

	Valores cumulados característicos					in volume / passante				
x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.03	0.11	0.17	0.42	0.77	1.06	1.34	1.72	2.21	2.85
q3	0.01	0.01	0.01	0.03	0.06	0.07	0.09	0.15	0.23	0.34
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	3.53	4.21	4.88	5.53	6.17	6.78	7.96	9.09	10.17	11.21
q3	0.41	0.46	0.50	0.53	0.57	0.59	0.63	0.68	0.73	0.78
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	12.25	13.31	14.41	15.54	16.74	17.98	19.24	20.52	21.82	23.79
q3	0.85	0.94	1.06	1.17	1.33	1.46	1.57	1.69	1.81	1.94
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	25.76	28.34	30.22	32.05	34.39	37.15	39.76	42.24	44.61	46.90
q3	2.08	2.21	2.30	2.37	2.42	2.46	2.51	2.56	2.62	2.69
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	49.12	53.41	57.54	61.52	65.35	69.01	72.48	75.77	78.83	81.65
q3	2.77	2.90	3.09	3.26	3.41	3.52	3.58	3.63	3.60	3.52
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	84.23	86.56	88.66	90.52	92.17	94.87	97.64	98.77	99.43	99.81
q3	3.40	3.24	3.07	2.85	2.65	2.31	1.74	1.17	0.73	0.45
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.24	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Dados correspondentes ao gráfico (Metabásica flash)



## DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

CILAS 1064 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

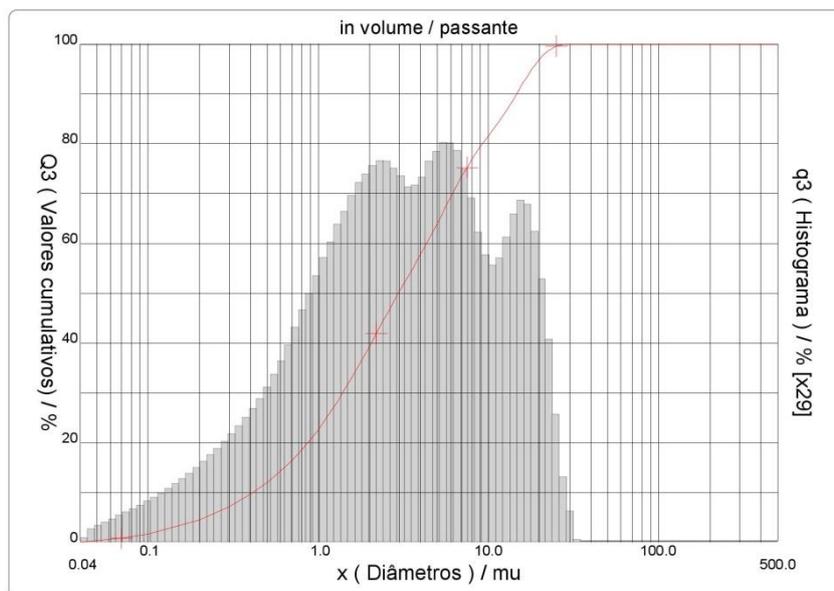
Ref da amostra : HM3220720182	Ultrasom : 80 s (+durante)
Type of product : Filito Dolomítico Cru	Concentração : 154
Client : Tamiris	Diâmetro a 10% : 0.41 mu
Comentários : Amostra Sólida	Diâmetro a 50% : 2.97 mu
Líquido : Water (eau)	Diâmetro a 90% : 14.69 mu
Agente dispersante : HEXAMETA 0,05	Diâmetro médio : 5.33 mu
Operador : Ilda	Fraunhofer
Empresa :	Densidade/Fator -----
Localização :	Superfície específica -----
Data : 23/07/2018 Hora : 16:37:48	Diluição automática : Não / Não
Índice med. : 2776	Medida./Limp. : 60/60/3
	SOP : Incremento

Valores cumulativos particulares					in volume / passante					
x	1.00	5.00	10.00	15.00	20.00	30.00	38.00	45.00	56.00	75.00
Q3	22.65	63.94	81.47	90.51	96.91	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

x : diâmetro / mu    Q3 : valor cumulativo / %    q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	30.00



Núm. de série : 897    Ref : 1.r141.m0.45A1818/3.30/2776/m26.12.5.10.1Fh.20.5.10.1BhQ-.0.0.0./300.0.15.g60.2.9.10.1.10.P6500.1.10.N.0/V.5.12/635

	Valores cumulados característicos					in volume / passante				
x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.04	0.74	1.61	4.49	7.16	9.62	11.94	14.18	16.37	18.53
q3	0.01	0.11	0.21	0.36	0.57	0.74	0.90	1.06	1.22	1.39
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	20.62	22.65	24.62	26.51	28.34	30.09	33.41	36.48	39.30	41.91
q3	1.53	1.66	1.78	1.87	1.97	2.04	2.14	2.25	2.31	2.36
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	44.30	46.49	48.48	50.31	51.97	53.52	54.99	56.39	57.74	59.70
q3	2.37	2.36	2.31	2.29	2.22	2.20	2.22	2.23	2.27	2.34
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	61.58	63.94	65.62	67.21	69.19	71.45	73.46	75.23	76.78	78.13
q3	2.40	2.44	2.49	2.49	2.47	2.43	2.34	2.21	2.07	1.92
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	79.35	81.47	83.39	85.22	87.04	88.81	90.51	92.10	93.55	94.84
q3	1.84	1.73	1.74	1.81	1.96	2.06	2.12	2.12	2.06	1.95
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	95.96	96.91	97.70	98.35	98.86	99.48	99.90	100.00	100.00	100.00
q3	1.79	1.60	1.40	1.20	0.99	0.64	0.32	0.12	0.00	0.00
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Dados correspondentes ao gráfico (Filito Cru)



## DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA

### CILAS 1064 Líquido

Faixa : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

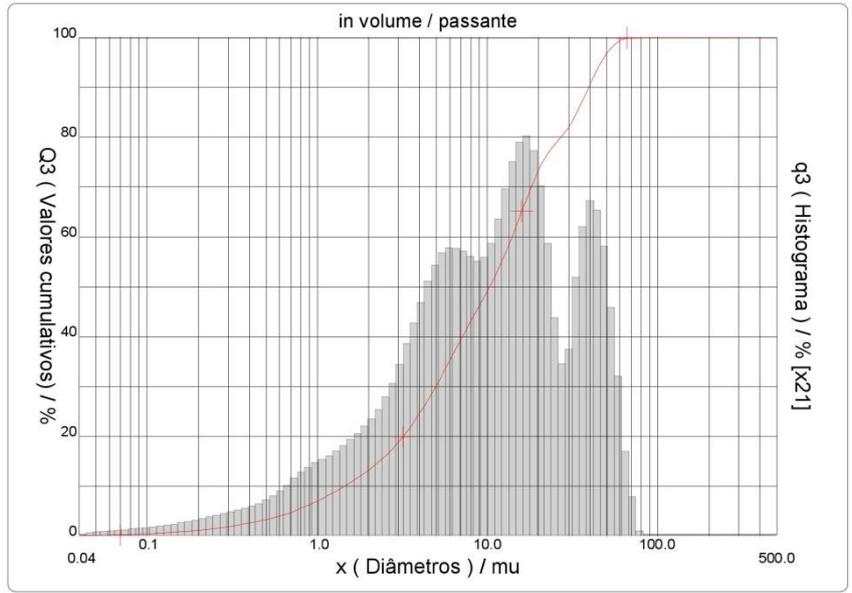
Ref da amostra : HM3200720182 Type of product : Filito 750.C Client : Tamiris Comentários : Amostra Sólida Líquido : Water (eau) Agente dispersante : HEXAMETA 0,05 Operador : Ilda Empresa : Localização : Data : 23/07/2018 Hora : 14:50:10 Índice med. : 2768	Ultrassom : 80 s (+durante) Concentração : 100 Diâmetro a 10% : 1.46 mu Diâmetro a 50% : 10.35 mu Diâmetro a 90% : 39.48 mu Diâmetro médio : 15.35 mu Fraunhofer : Densidade/Fator : ----- Superfície específica : ----- Diluição automática : Não / Não Medida./Limp. : 60/60/3 SOP : Incremento
--	--

Valores cumulativos particulares					in volume / passante					
x	1.00	5.00	10.00	15.00	20.00	30.00	38.00	45.00	56.00	75.00
Q3	6.99	30.11	49.00	62.68	73.27	81.88	88.76	94.01	98.62	100.00

x : diâmetro / mu    Q3 : valor cumulativo / %    q3 : Histograma / %

Porcentagem do usuário

%	100.0
Q3	71.00



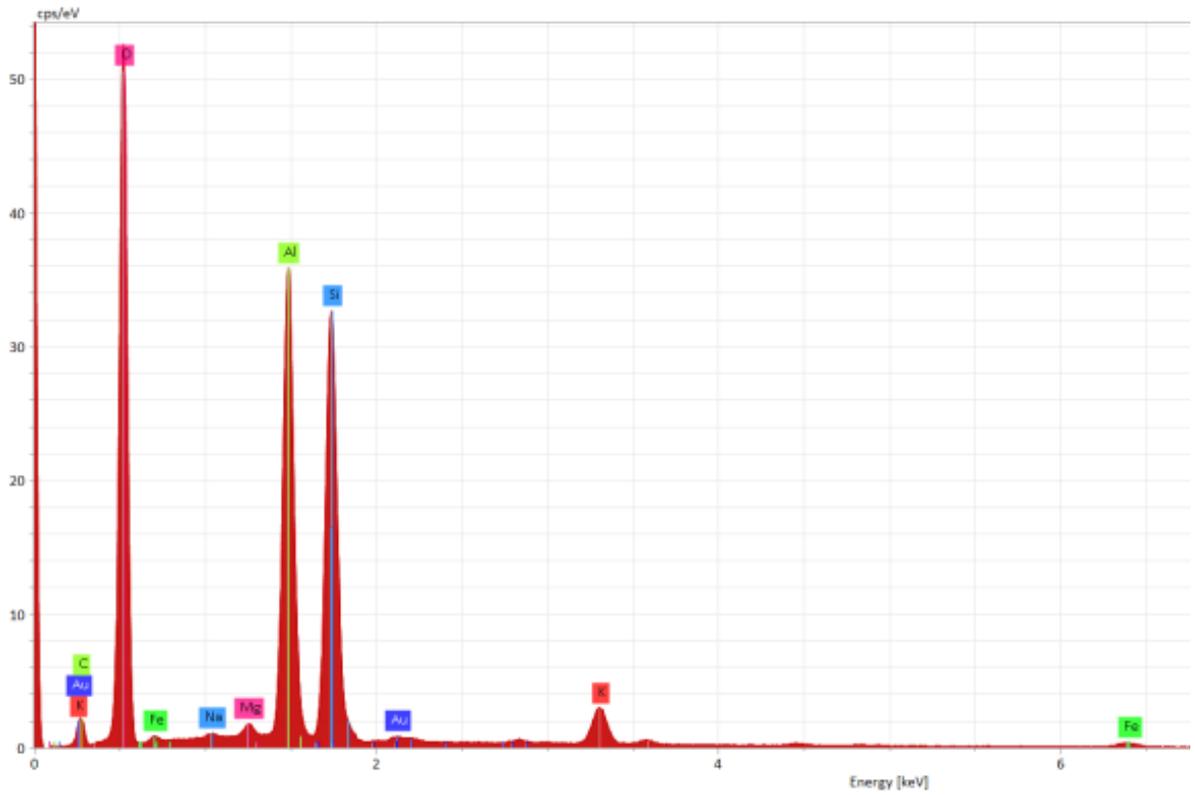
Núm. de série : 897      Ref : 1.141.m0.45A1818/3.30/2768/m26.12.5.10.1Ph.20.5.10.1BhQ-.0.0.0./300.0.15.g60.2.9.10.1.10.P6500.1.10.N.0/V.5.12/635

Valores cumulados característicos						in volume / passante				
x	0.04	0.07	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80
Q3	0.00	0.17	0.38	1.12	1.87	2.58	3.26	3.97	4.71	5.49
q3	0.00	0.02	0.04	0.08	0.13	0.18	0.22	0.28	0.34	0.42
x	0.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40	1.60	1.80	2.00	2.20
Q3	6.25	6.99	7.69	8.36	9.01	9.64	10.86	12.03	13.17	14.27
q3	0.46	0.50	0.52	0.55	0.58	0.61	0.65	0.71	0.77	0.82
x	2.40	2.60	2.80	3.00	3.20	3.40	3.60	3.80	4.00	4.30
Q3	15.37	16.47	17.57	18.69	19.84	20.99	22.15	23.31	24.47	26.20
q3	0.90	0.98	1.06	1.16	1.27	1.35	1.45	1.53	1.61	1.71
x	4.60	5.00	5.30	5.60	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
Q3	27.91	30.11	31.70	33.22	35.14	37.36	39.40	41.27	43.00	44.60
q3	1.81	1.88	1.95	1.97	1.99	1.98	1.97	1.94	1.91	1.88
x	9.00	10.00	11.00	12.00	13.00	14.00	15.00	16.00	17.00	18.00
Q3	46.12	49.00	51.80	54.58	57.35	60.06	62.68	65.17	67.50	69.63
q3	1.90	1.95	2.10	2.28	2.47	2.61	2.71	2.76	2.74	2.66
x	19.00	20.00	21.00	22.00	23.00	25.00	28.00	30.00	32.00	34.00
Q3	71.56	73.27	74.75	76.02	77.10	78.66	80.54	81.88	83.51	85.25
q3	2.55	2.38	2.17	1.95	1.73	1.34	1.18	1.39	1.80	2.05
x	36.00	38.00	40.00	43.00	45.00	50.00	53.00	56.00	60.00	63.00
Q3	87.01	88.76	90.42	92.68	94.01	96.64	97.77	98.62	99.32	99.64
q3	2.20	2.31	2.31	2.23	2.09	1.78	1.38	1.10	0.72	0.47
x	66.00	71.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.0	112.0	125.0
Q3	99.85	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.32	0.15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	130.0	140.0	150.0	160.0	170.0	180.0	190.0	200.0	212.0	224.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
x	240.0	250.0	280.0	300.0	315.0	355.0	400.0	425.0	450.0	500.0
Q3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
q3	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

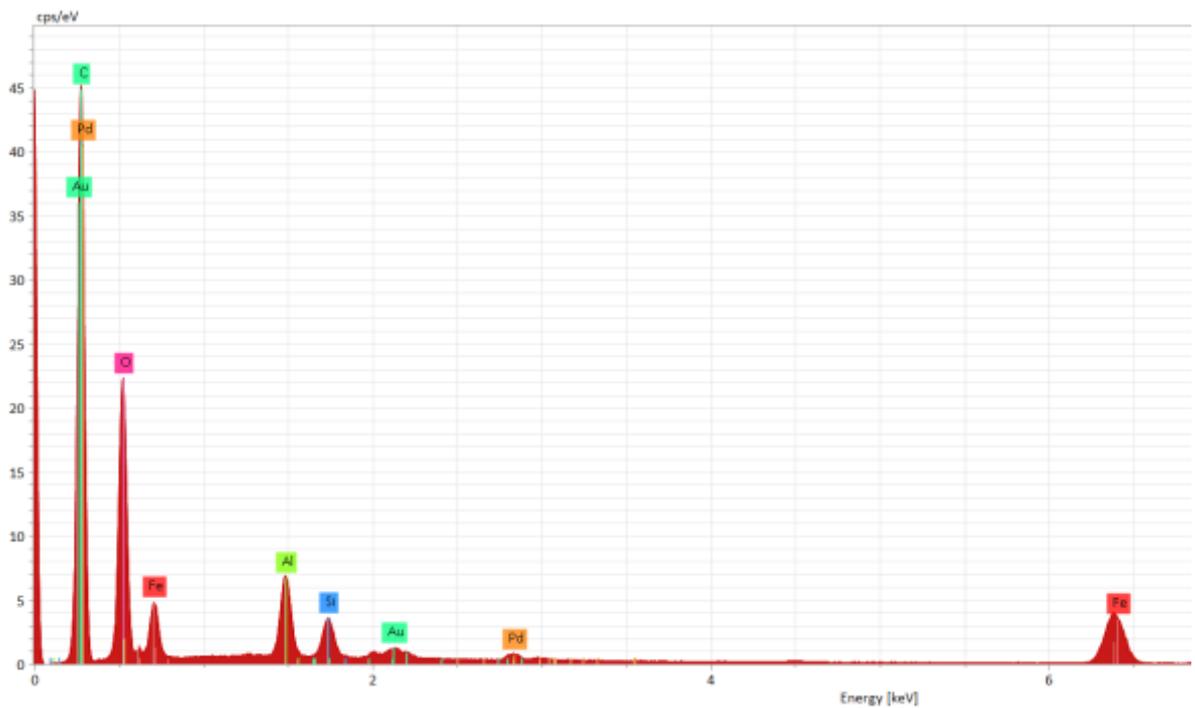
x : diâmetro / mu Q3 : valor cumulativo / % q3 : Histograma / %

Dados correspondentes ao gráfico (Filito Flash)

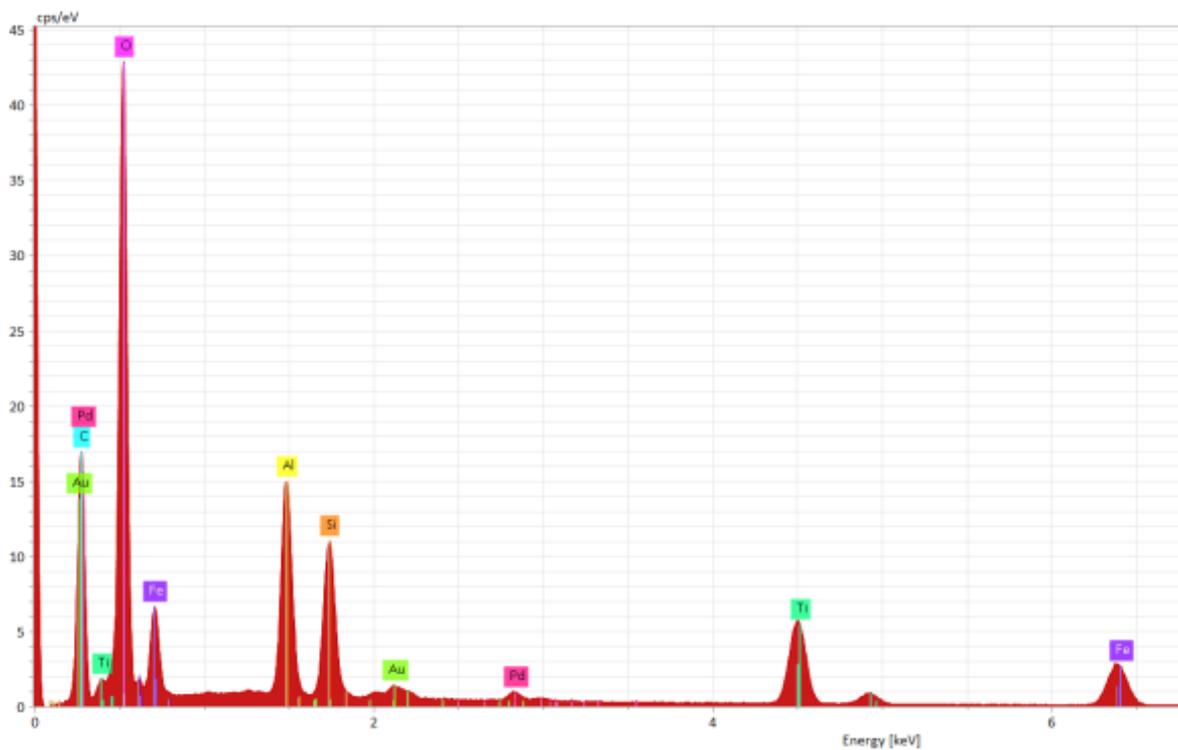
### Anexo 3: Espectros de EDS



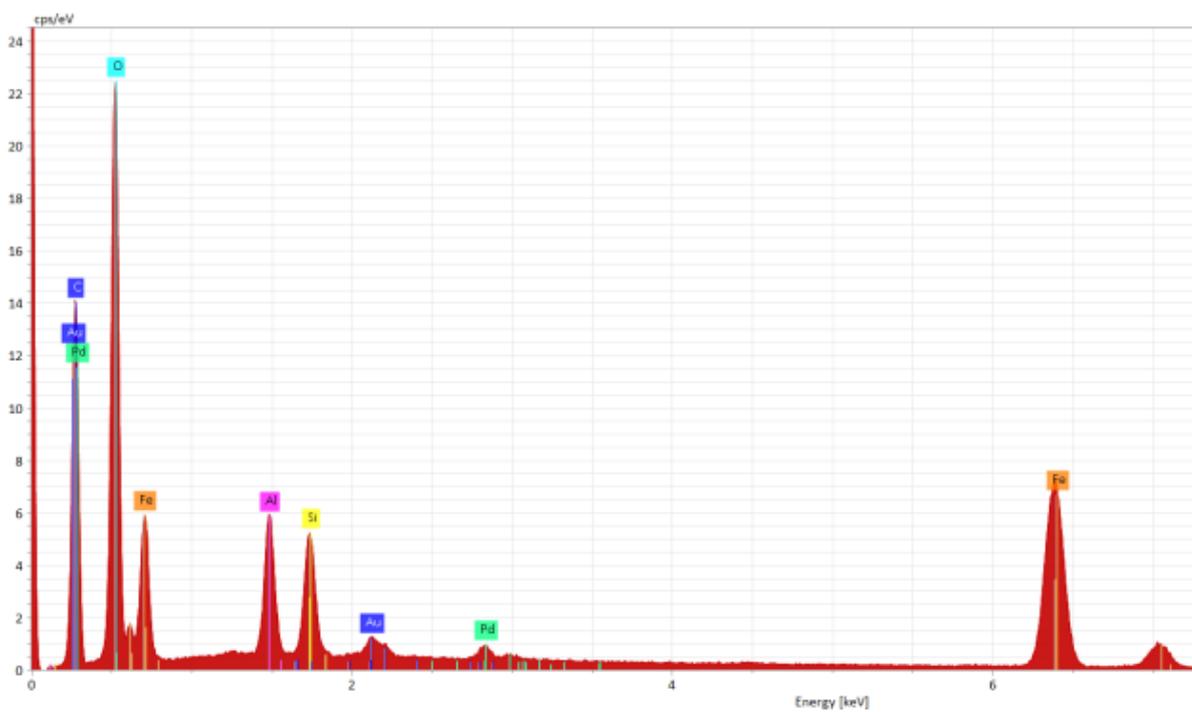
Espectro correspondente à figura 5-23



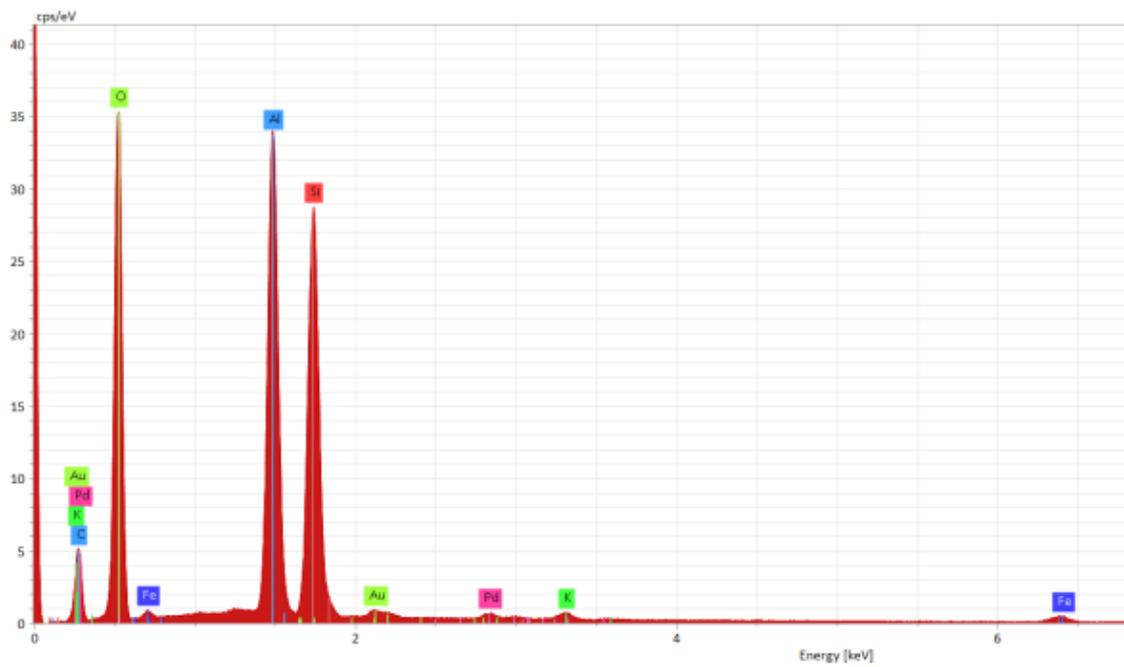
Espectro correspondente à figura 5-24, área 1



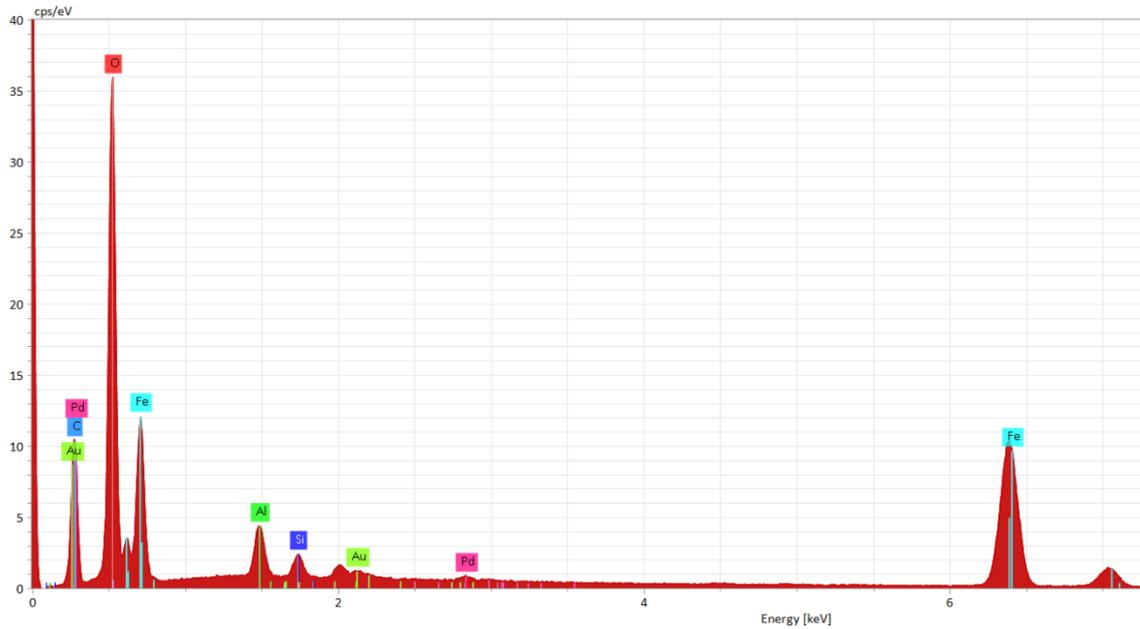
Espectro correspondente à figura 5-24, área 2



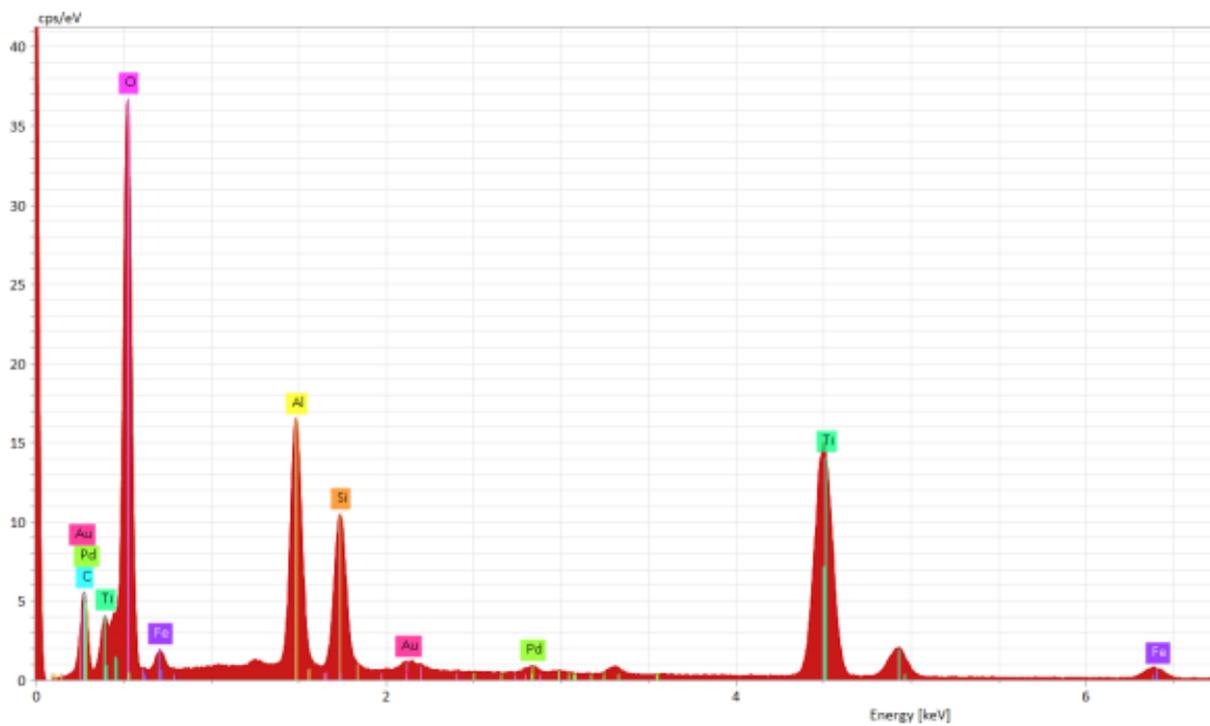
Espectro correspondente à figura 5-25



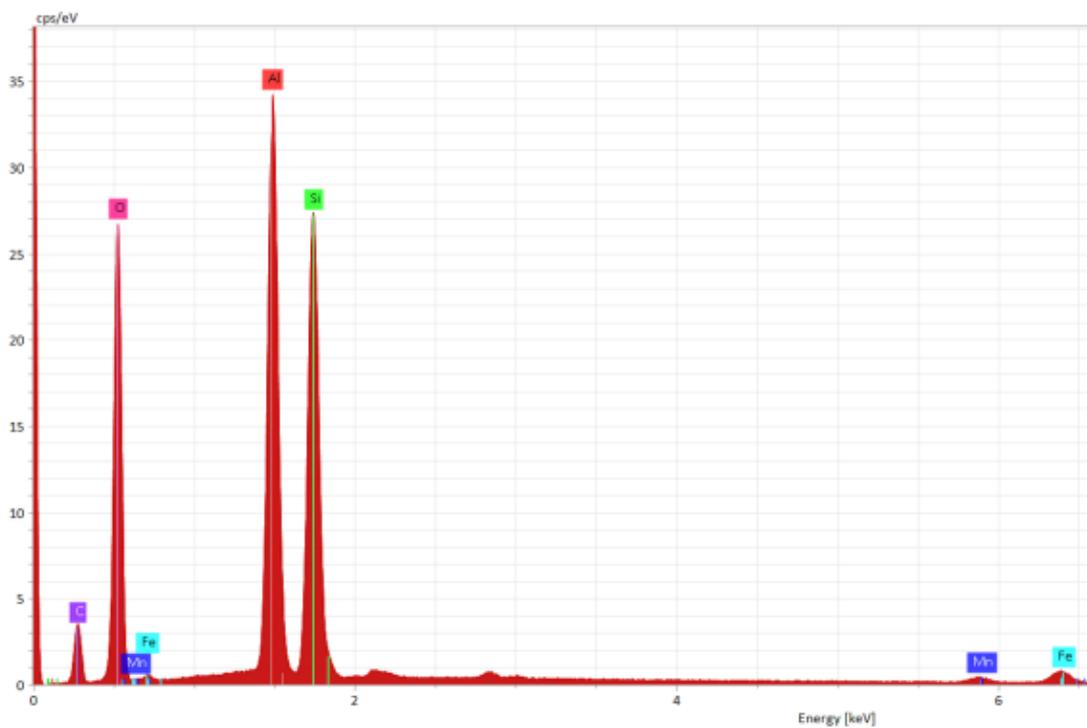
Espectro correspondente à figura 5-26



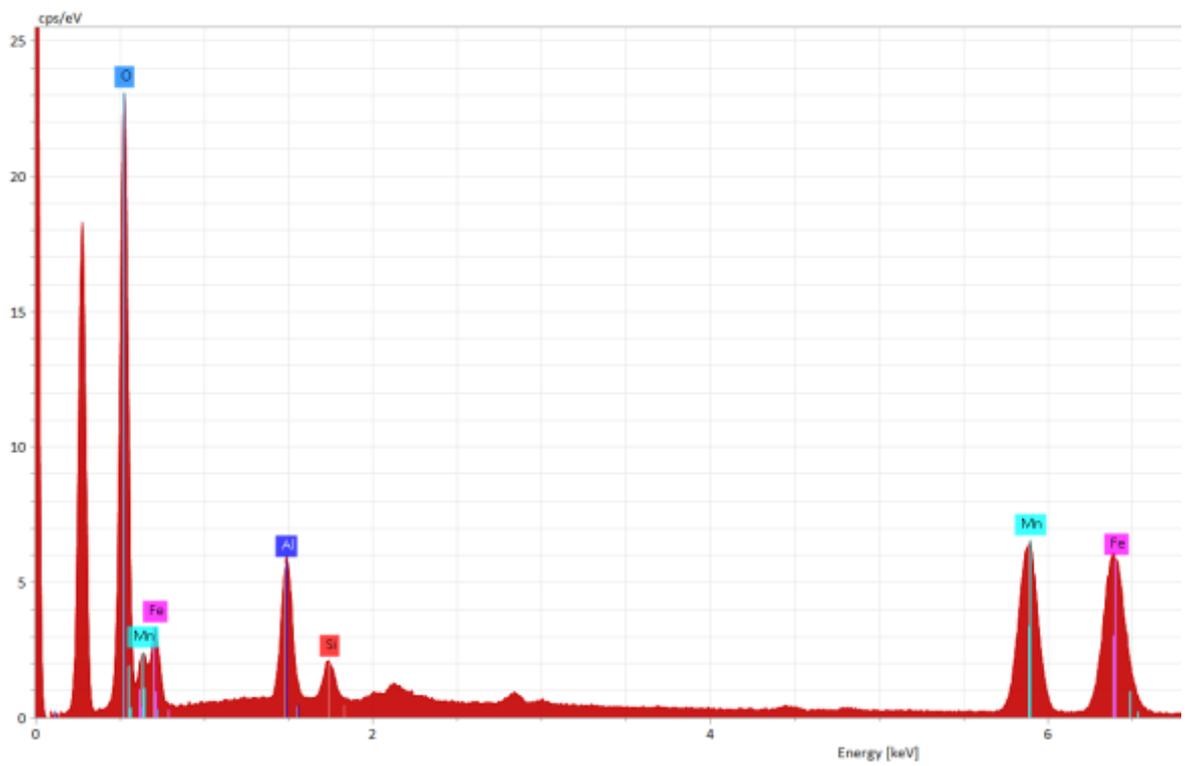
Espectro correspondente à figura 5-27 área 1



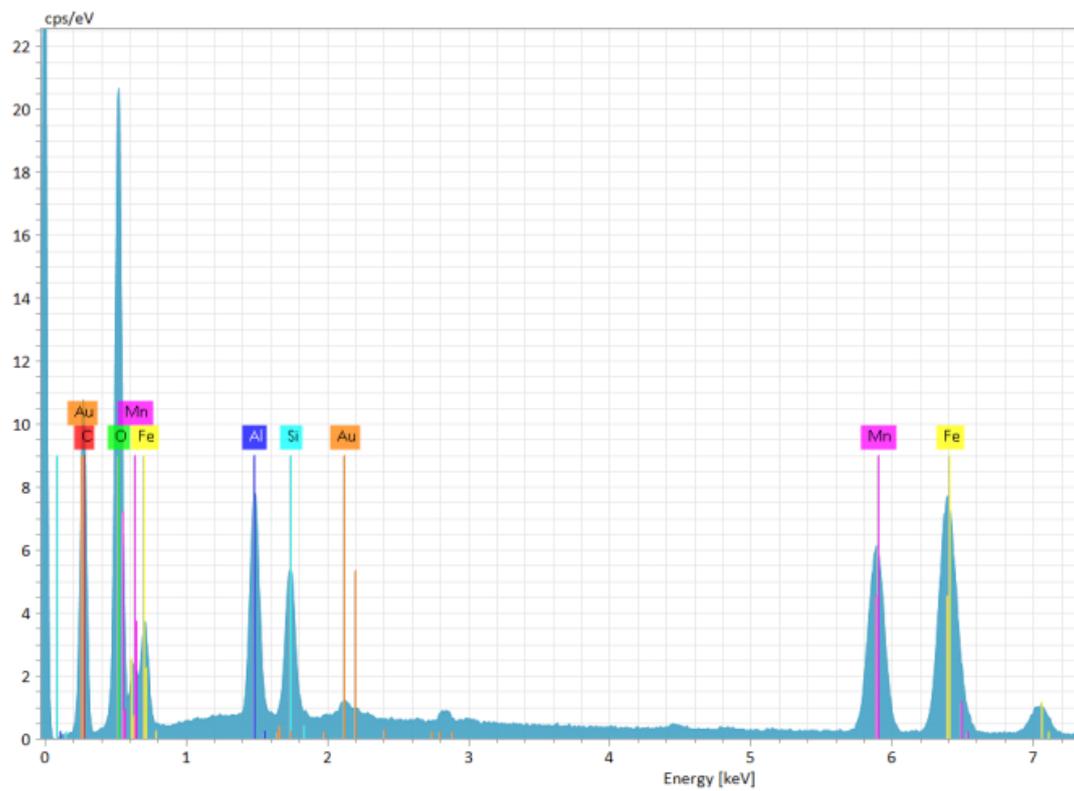
Espectro correspondente à figura 5-27 área 2



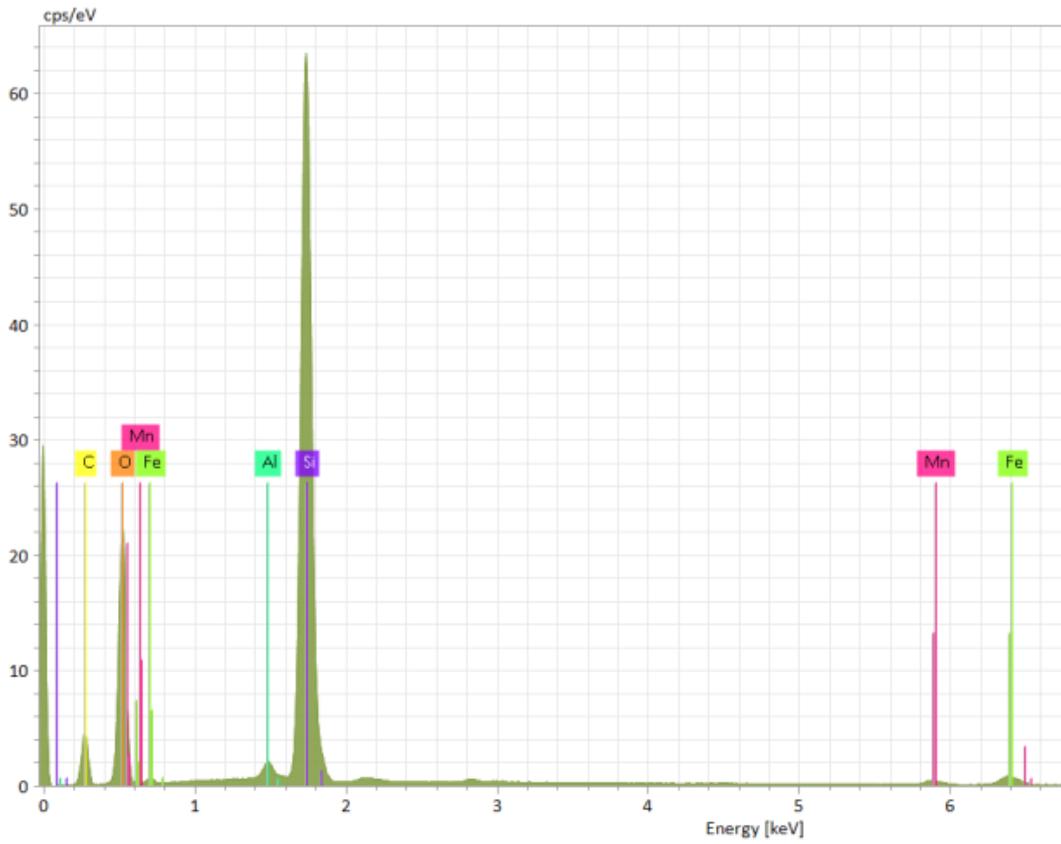
Espectro correspondente à figura 5-29



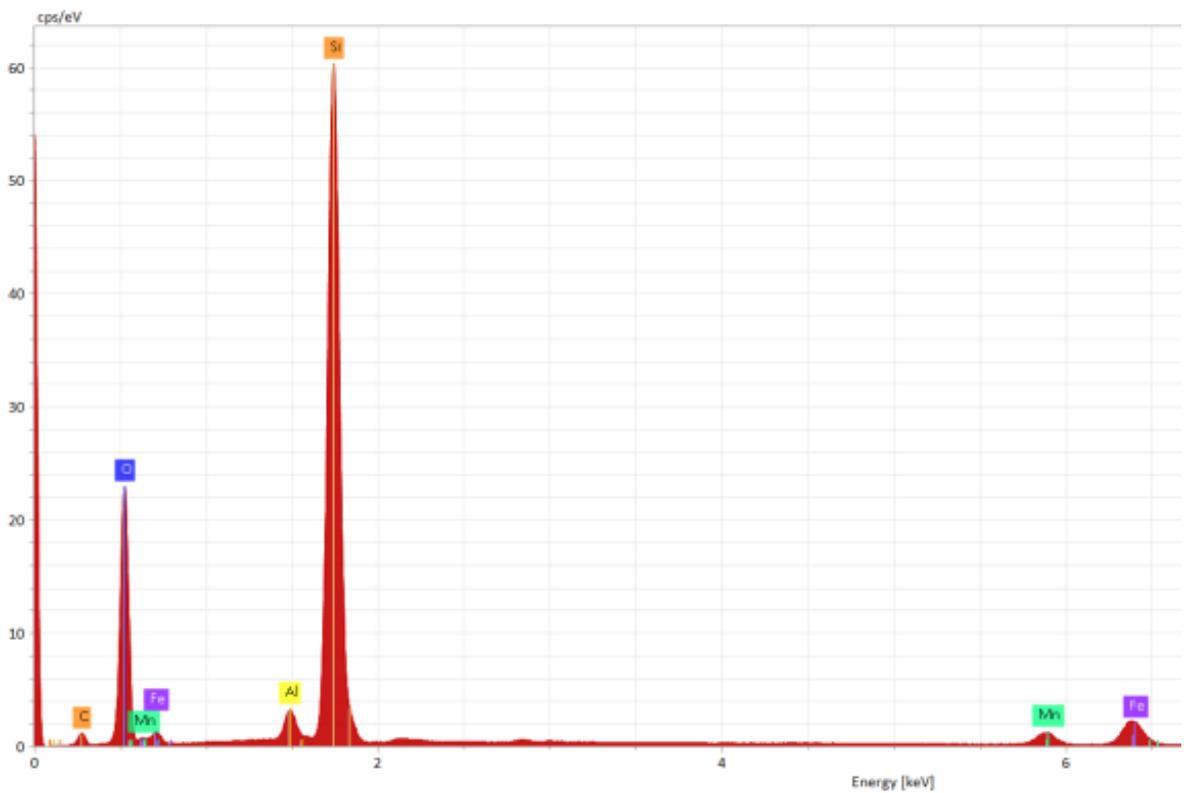
Espectro correspondente à figura 5-30



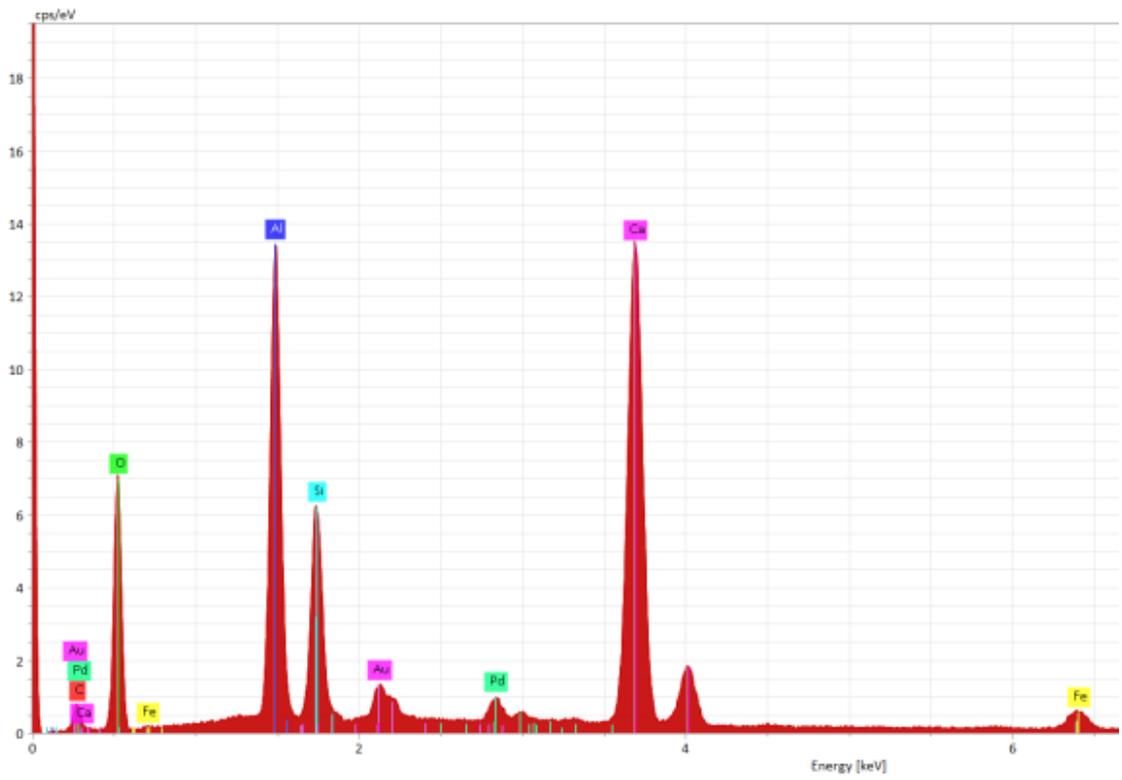
Espectro correspondente à figura 5-31, ponto 1



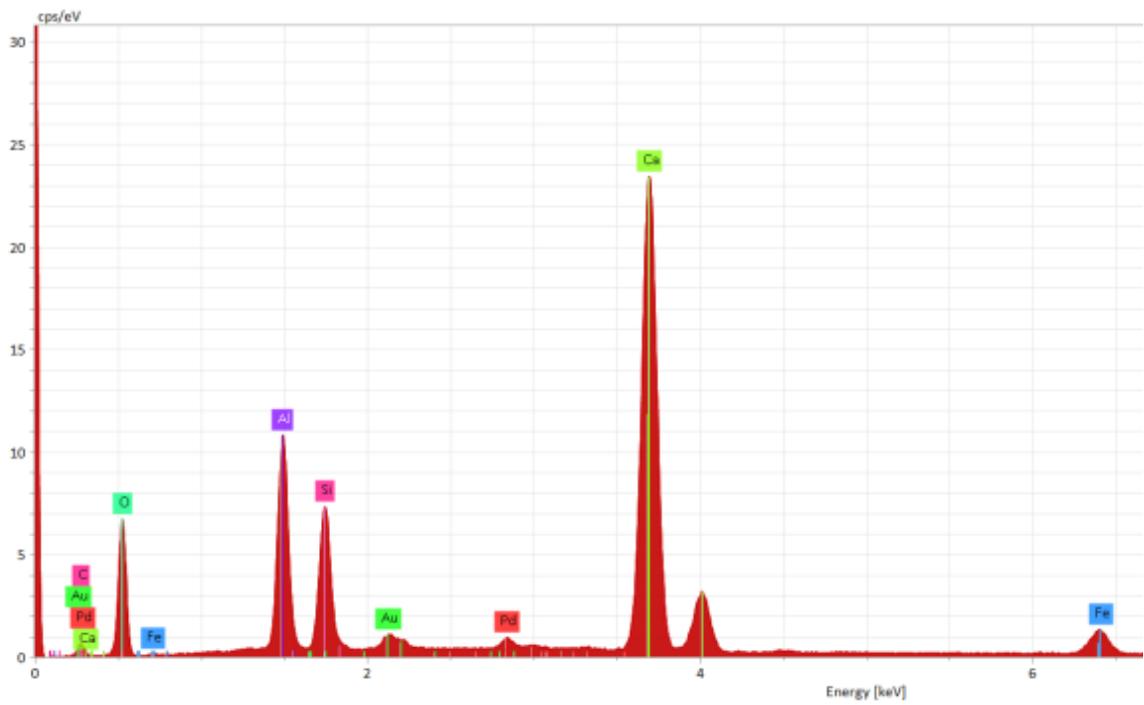
Espectro correspondente à figura 5-31, ponto 2



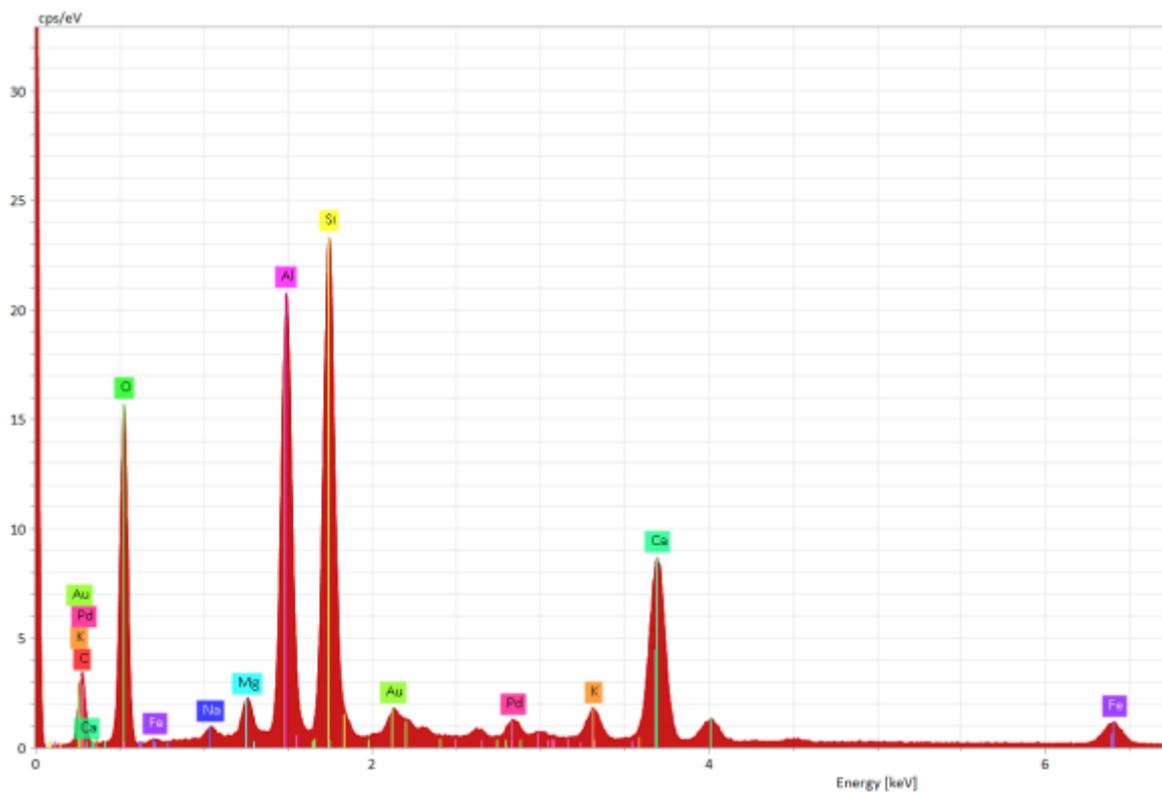
Espectro correspondente à figura 5-32



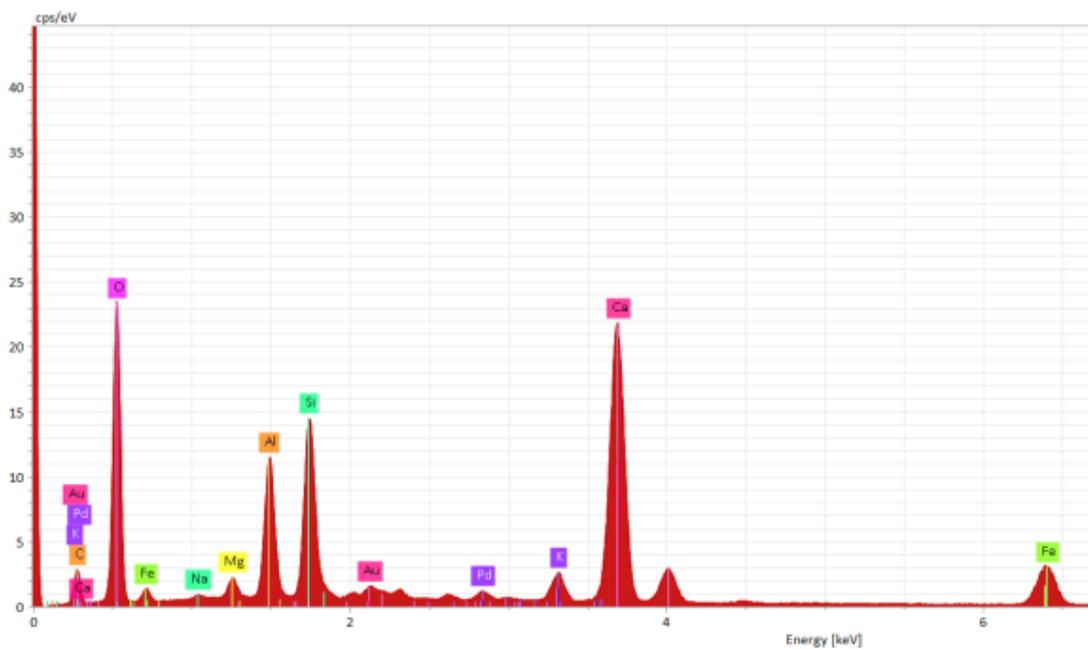
Espectro correspondente à figura 5-33



Espectro correspondente à figura 5-34



Espectro correspondente à figura 5-35



Espectro correspondente à figura 5-36