UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

ROBERSIO MARINHO DE FARIA

Estudo da dispersão das propriedades físico-químicas em blocos de alumina marrom obtida por eletrofusão

Lorena
2017

ROBERSIO MARINHO DE FARIA

Estudo da dispersão das propriedades físico-químicas em blocos de alumina marrom obtida por eletrofusão

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências, na área de concentração: Materiais Convencionais e Avançados.

Orientador: Prof. Dr. Fernando Vernilli Jr.

Edição reimpressa e corrigida

Lorena - SP
Fevereiro, 2017

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

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Faria, Robersio Marinho de
Estudo da dispersão das propriedades físico químicas em blocos de alumina marrom obtida por eletrofusão / Robersio Marinho de Faria; orientador Fernando Vernilli Junior - ed. reimp., corr. - Lorena, 2017.
178 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2017
Orientador: Fernando Vernilli Junior

1. Alumina eletrofundida marrom. 2. Bauxita. 3. Abrasivos. 4. Caracterização físico-química. I. Título. II. Vernilli Junior, Fernando, orient.

Dedico este trabalho a minha esposa Luciana, ao meu filho Lucas, ao meu mestre Fernando Vernilli, a minha mãe Lurdinha, ao meu pai Roberto, aos meus irmãos, sobrinhos, familiares, amigos, professores e funcionários. Pelo incentivo, carinho, fé e amor, pois tudo isso gera em mim a realização das minhas metas e formação de um ser humano mais humano.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a um Deus que transcende as religiões e que é o criador da vida e de todas as coisas e pela oportunidade misteriosa de fazer parte deste universo.

A minha esposa Luciana meu amor sem fronteiras, pela parceria, força, coragem, carinho e muita paciência. Ao meu filho e tesouro da minha vida, Lucas A. R. de Faria por ser meu amor além do universo. A minha mãe, Maria de Lourdes Faria, exemplo de mulher e educadora, que foi na minha vida e dos meus irmãos uma verdadeira doutora. Ao meu pai, Roberto Raimundo de Faria, por ser o vetor de minha inspiração e direção profissional a quem eu terei saudades infinitas. Aos meus irmãos, Humberto, Silas, Raquel e Gislene pelo amor sem precedentes e base da minha fortaleza. A minha sobrinha Helena, presente especial dos céus para minha vida, ao meu sobrinho Miguel, tesouro que está chegando. A minha família de modo geral por todo apoio, paciência, amor e compreensão.

Ao Prof. Dr. Fernando Vernilli Júnior, mais que um orientador, um grande amigo, exemplo de vida e desenvolvimento profissional, um verdadeiro formador de cabeças pensantes. Um grande parceiro do qual serei eternamente agradecido.

Aos amigos e amigas, por compreender a importância da realização desse trabalho, e pela paciência por não terem recebido a atenção merecida.

A CAPES, pelo suporte financeiro em forma de bolsa estudantil, que me permitiu a desenvolver este trabalho.

A empresa Saint Gobain Abrasivos da cidade de Lorena, pela oportunidade e parceria no desenvolvimento e pesquisa de seu produto. Aos meus amigos e amigas de trabalho do grupo de pesquisa do Prof. Dr. Fernando Vernilli. E a todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

Aos meus amigos em especial, Luís Gustavo, Bruno Vidal, Maria Luiza, Sávio, Mateus Vernilli, Mariana, Alexandre, Rodrigo e Pamela, por serem as estrelas que me ajudaram durante este trabalho.

A todos os docentes e funcionários da Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo (EEL-USP).

FARIA, R. M. **Estudo da dispersão das propriedades físico-químicas em blocos de alumina marrom obtida por eletrofusão.** 2016. 178p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

RESUMO

Tendo em vista a natureza finita dos minerais naturais, torna-se evidente a necessidade de utilizarmos este recurso de maneira estratégica. Desta forma, diversas pesquisas vêm sendo desenvolvidas principalmente nas áreas químicas, metalúrgicas e mineralógicas desde as etapas de extração, beneficiamento, aplicação e reutilização dos resíduos de minérios. Portanto, é extremamente importante a intensificação dos estudos para aumentar o conhecimento quanto às características e propriedades físico-químicas destes minerais, visando melhorar o seu aproveitamento e longevidade das jazidas naturais, como as fontes de bauxita, que é a principal matéria-prima para a produção de óxido de alumínio fundido. Na sua forma cristalina mais comum, denominada coríndon, ou óxido de alumínio α, sua baixa condutividade elétrica, baixo calor específico, alta condutividade térmica, alto ponto de fusão, elevada dureza e resistência mecânica, o torna adequado para uso em produtos refratários, cerâmicos e abrasivos tais como, lixas, rebolos, ferramentas de corte e de polimento. Na síntese deste produto as principais impurezas que afetam a qualidade dos grãos são Fe, Si, Ca, K, Na e Zr, oriundas da matéria prima bauxita e da carta de mistura, composta por ilmenita, limalha de ferro, carvão vegetal e coque de petróleo. Desta forma, o presente trabalho assumiu o objetivo de estudar a dispersão das propriedades físico-químicas em blocos de alumina fundida marrom obtida em fornos Higgins a arco por eletrofusão, produzidos na Saint-Gobain Abrasivos, unidade de Lorena, SP. Por fim, foram utilizadas técnicas de caracterização físico-químicas de difratometria de raios X (DRX), análises químicas de fluorescência de raios X (FRX), ensaio de dureza Knoop e caracterização microestrutural via (MEV/EDS). Desta forma, foi definido o mapeamento composicional nos blocos de alumina eletrofundida marrom, que servirão como referência técnico-científica para subsidiar ações de melhoria deste produto, em decorrência do avanço do estado da arte deste referido assunto.

Palavras-chave: Alumina eletrofundida marrom. Bauxita. Abrasivos. Caracterização físico-química.

FARIA, R. M. **Study of dispersion of physicochemical properties in brown alumina blocks obtained by electrofusion.** 2016. 178p. Dissertation (Master in Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, SP, Brazil, 2017.

ABSTRACT

The mineral ores are not renewable sources and we need to use it in the best way possible. In this way, a large number of researches are being developed around the world aiming the improvement of current methods of production mainly in chemical, metallurgy, mineralogical from the steps of extraction, processing, application and reuse of waste ore. Therefore, it is extremely important to intensify the studies to increase the knowledge about the characteristics and physicochemical properties of these minerals, in order to improve their utilization and longevity of natural deposits, such as sources of bauxite, which is the main raw material to product aluminum oxide fused. In its most common crystalline form, called corundum or α-aluminum oxide, its low electrical conductivity, low specific heat, high thermal conductivity, high melting point, high hardness and mechanical strength, making it suitable for use as refractories, ceramics and fine or coarse abrasives. The synthesis of this product major impurities that affect quality of grain is Fe, Si, Ca, K, Na and Zr, derived from the raw material bauxite and the mixture chart consisting of ilmenite, iron filings, charcoal and coke oil. Thus, this shows the dispersion of physicochemical properties of brown fused alumina blocks produced by eletrocfusion at Higgins furnace process in the company Saint Gobain Abrasivos, Lorena– SP. Finally, the samples were physicochemical analyzed by X ray diffraction (XRD), chemical analyses by X ray fluorescence (XRF), hardnes using Knoop method, microstructural characterization by (SEM). The results of this work show a compositional gradient map of the fused alumina block; that shows the main physicochemical differences into the block, to support changes in the alumina production process; and it is also important to improve the actual state of art of this particular theme.

Keywords: Brown fused alumina. Bauxite. Abrasives. Physicochemical characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma da produção de alumina calcinada pelo processo Bayer..... 36
Figura 2 - Diagrama da energia livre vs temperatura para algumas reações dos principais óxidos usados na produção de alumina eletrofundida..... 41
Figura 3 - Imagem das principais matérias primas para produção de óxido de alumínio eletrofundido marrom. 44
Figura 4 - Análise térmica diferencial típica da bauxita refratária. 46
Figura 5 - Difratograma de raios X da bauxita caracterizada por Caballero e Aza. 47
Figura 6 - Microfotografia do minério de bauxita por microscópio eletrônico de varredura, apresentando a estrutura nodular (K = Caulinita e G = Gibsita). (1700x). 47
Figura 7 - Foto do pátio de bauxita. 49
Figura 8 - Mapa de localização de minas de bauxita, refinarias de alumina e industrias de alumínio primário em operação no Brasil 51
Figura 9 - Desenho esquemático do forno Higgins. 56
Figura 10 - Fluxograma das etapas realizadas 58
Figura 11 - Desenho esquemático das regiões de amostragem dos blocos de alumina eletrofundida por elevações e nomenclatura das amostras por níveis e regiões. 60
Figura 12 - Variação do teor de Al_2O_3 na bauxita no período de 2008 a 2014. 64
Figura 13 - Variação do teor de Fe_2O_3 na bauxita no período de 2008 a 2014. 64
Figura 14 - Variação do teor de SiO_2 na bauxita no período de 2008 a 2014. 65
Figura 15 - Variação do teor de Perda ao Fogo na bauxita no período de 2008 a 2014..... 65
Figura 16 - Variação do teor de TiO_2 na bauxita no período de 2008 a 2014. 66
Figura 17- Variação do teor de SiO_2 e Fe_2O_3 na bauxita no período de 2008 a 2014..... 66
Figura 18 - Desforma do bloco da alumina eletrofundida. 68
Figura 19 - Desforma do bloco da alumina eletrofundida. 68
Figura 20 - Resfriamento do bloco da alumina eletrofundida. com aspersão de agua 68
Figura 21 - Documentação fotográfica das dimensões do bloco e regiões de amostragem indicadas. 69

Figura 22 - Documentação fotográfica da demolição dos blocos após síntese para preparações iniciais da amostragem por regiões previamente definidas. 70
Figura 23 - Documentação fotográfica da preparação de amostras na região leste do fundo do bloco #2 e em três subdivisões A1, A2 e A3. 70
Figura 24 - Documentação fotográfica do processo de cominuição e coleta de amostras para ensaios de caracterização microestrutural via MEV/EDS e dureza Knoop. 71
Figura 25 - Documentação fotográfica da trituração e amostragem para a análise química (FRX) e análise de fases mineralógicas (DRX). 71
Figura 26 - Documentação fotográfica do procedimento de preparação de amostras, por pulverização em moinho de anel. 72
Figura 27 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, em todas as regiões amostradas do bloco #1. 73
Figura 28 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, nas regiões referentes ao topo, meio e fundo do bloco #1. 74
Figura 29 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, no topo do bloco #1.. 75
Figura 30 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, no meio do bloco #1. 75
Figura 31 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, no fundo do bloco #1. 76
Figura 32 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 por regiões amostradas no bloco #2. 77
Figura 33 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 por elevações no bloco #2 (topo, meio e fundo) 77
Figura 34 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 na elevação topo no bloco #2.... 78
Figura 35 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 na elevação meio no bloco #2... 79
Figura 36 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 na elevação fundo no bloco #2. 79
Figura 37 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao topo do bloco #1, determinados pela análise de cluster. 81
Figura 38 - Difratogramas das regiões referente ao meio do bloco #1, determinados pela análise de cluster..... 82
Figura 39 - Difratogramas das regiões referente ao fundo do bloco #1, determinados pela análise de cluster..... 83

Figura 40 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões norte do bloco #1, determinados pela análise de cluster. 83
Figura 41 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões sul do bloco #1, determinados pela análise de cluster. 84
Figura 42 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões leste do bloco #1, determinados pela análise de cluster. 84
Figura 43 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões oeste do bloco #1, determinados pela análise de cluster. 85
Figura 44 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao centro do bloco #1, determinados pela análise de cluster. 85
Figura 45 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao topo do bloco #2, determinados pela análise de cluster. 86
Figura 46 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao meio do bloco #2, determinados pela análise de cluster. 87
Figura 47 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao fundo do bloco #2, determinados pela análise de cluster 87
Figura 48 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões norte do bloco #2, determinados pela análise de cluster. 88
Figura 49 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões sul do bloco #2, determinados pela análise de cluster. 88
Figura 50 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões leste do bloco #2, determinados pela análise de cluster. 89
Figura 51 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões oeste do bloco #2, determinados pela análise de cluster. 89
Figura 52 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao centro do bloco #2, determinados pela análise de cluster. 90
Figura 53 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das regiões relativas ao fundo, meio e topo do bloco #1. 91
Figura 54 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop, das regiões relativas ao fundo, meio e topo do bloco #2. 92
Figura 55 - Comparação geral da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop, entre todas as regiões pertencentes ao bloco #1. 92
Figura 56 - Comparação geral da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop, entre todas as regiões pertencentes ao bloco #2. 93

Figura 57 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação topo do bloco #1. 94
Figura 58 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação meio do bloco #1. 94
Figura 59 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras do centro e de todas regiões cardeais da elevação fundo do bloco #1. 95
Figura 60 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação topo do bloco #2. 95
Figura 61 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação meio do bloco #2. 96
Figura 62 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras do centro e de todas regiões cardeais da elevação fundo do bloco #2. 96
Figura 63 - Micrografias da amostra 1TC-A1 em ampliações de 50x e 1000x. 98
Figura 64 - Micrografias da amostra 1TL-A1 em ampliações de 50x e 1500x. 99
Figura 65 - Micrografias da amostra 1TL-A3 em ampliações de 50x e 1000x. 99
Figura 66 - Micrografias da amostra 1CM-A1 em ampliações de 50x e 1000x. ... 101
Figura 67 - Micrografias da amostra 1MS-A2 em ampliações de 40x, 1000x e 2500x. 102
Figura 68 - Micrografias da amostra 1FC-A2 em ampliações de 50x e 1000x. 103
Figura 69 - Micrografias da amostra 1FO-A2 em ampliações de 100x e 1000x. .. 104
Figura 70 - Micrografias da amostra 1TO-A1 em ampliações de 50x e 1000x. 105
Figura 71 - Micrografias da amostra 1FS-A2 em ampliações de 50x e 1000x. 106
Figura 72 - Micrografias da amostra 2TC-A3 em ampliações de 50x, 1000x e 2000x. 107
Figura 73 - Micrografias da amostra 2TN-A1 em ampliações de 50x e 250x. 108
Figura 74 - Micrografias da amostra 2MO-A1 em ampliações de 50x e 500x. 109
Figura 75 - Micrografias da amostra 2MO-A3 em ampliações de 50x e 1000x. 109

Figura 76 - Micrografias da amostra 2FC-A1 em ampliações de 50x, 200x, 500x e 1000x..... 110
Figura 77 - Micrografias da amostra 2FN-A1 em ampliações de 50x, 500x e 1000x..... 111
Figura 78 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Geral..... 123
Figura 79 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região do topo. 124
Figura 80 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do meio..... 124
Figura 81 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do fundo. 125
Figura 82 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região norte. . 125
Figura 83 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região sul..... 126
Figura 84 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região leste. .. 126
Figura 85 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região oeste. . 127
Figura 86 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região centro. 127
Figura 87 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Geral..... 128
Figura 88 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região do topo. 129
Figura 89 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do meio..... 129
Figura 90 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do fundo. 130
Figura 91 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região norte. . 130
Figura 92 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região sul..... 131
Figura 93 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região leste. .. 131
Figura 94 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região oeste. . 132
Figura 95 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região centro. 132
Figura 96 - Difratograma da amostra 1 da região norte do topo do bloco 1 (1TN-A1). 133
Figura 97 - Difratograma da amostra 2 da região norte do topo do bloco 1 (1TN-A2). 133
Figura 98 - Difratograma da amostra 3 da região norte do topo do bloco 1 (1TN-A3). 134

Figura 99 - Difratograma da amostra 1 da região sul do topo do bloco 1 (1TS-A1)..... 134
Figura 100 - Difratograma da amostra 2 da região sul do topo do bloco 1 (1TS-A2)..... 135
Figura 101 - Difratograma da amostra 3 da região sul do topo do bloco 1 (1TS-A3)..... 135
Figura 102 - Difratograma da amostra 1 da região leste do topo do bloco 1 (1TL-A1)..... 136
Figura 103 - Difratograma da amostra 2 da região leste do topo do bloco 1 (1TL-A2)..... 136
Figura 104 - Difratograma da amostra 3 da região leste do topo do bloco 1 (1TL-A3)..... 137
Figura 105 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do topo do bloco 1 (1TO-A1)..... 137
Figura 106 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do topo do bloco 1 (1TO-A2)..... 138
Figura 107 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do topo do bloco 1 (1TO-A3)..... 138
Figura 108 - Difratograma da amostra 1 da região centro do topo do bloco 1 (1TC-A1)..... 139
Figura 109 - Difratograma da amostra 2 da região centro do topo do bloco 1 (1TC-A2)..... 139
Figura 110 - Difratograma da amostra 3 da região centro do topo do bloco 1 (1TC-A3)..... 140
Figura 111 - Difratograma da amostra 1 da região norte do meio do bloco 1 (1MN-A1)..... 140
Figura 112 - Difratograma da amostra 2 da região norte do meio do bloco 1 (1MN-A2)..... 141
Figura 113 - Difratograma da amostra 3 da região norte do meio do bloco 1 (1MN-A3)..... 141
Figura 114 - Difratograma da amostra 1 da região sul do meio do bloco 1 (1MS-A1)..... 142
Figura 115 - Difratograma da amostra 2 da região sul do meio do bloco 1 (1MS-A2)..... 142

Figura 116 - Difratograma da amostra 3 da região sul do meio do bloco 1 (1MS-A3). 143
Figura 117 - Difratograma da amostra 1 da região leste do meio do bloco 1 (1ML-A1). 143
Figura 118 - Difratograma da amostra 2 da região leste do meio do bloco 1 (1ML-A2). 144
Figura 119 - Difratograma da amostra 3 da região leste do meio do bloco 1 (1ML-A3). 144
Figura 120 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do meio do bloco 1 (1MO-A1). 145
Figura 121 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do meio do bloco 1 (1MO-A2). 145
Figura 122 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do meio do bloco 1 (1MO-A3). 146
Figura 123 - Difratograma da amostra 1 da região centro do meio do bloco 1 (1MC-A1). 146
Figura 124 - Difratograma da amostra 2 da região centro do meio do bloco 1 (1MC-A2). 147
Figura 125 - Difratograma da amostra 3 da região centro do meio do bloco 1 (1MC-A3). 147
Figura 126 - Difratograma da amostra 1 da região norte do fundo do bloco 1 (1FN-A1). 148
Figura 127 - Difratograma da amostra 2 da região norte do fundo do bloco 1 (1FN-A2). 148
Figura 128 - Difratograma da amostra 3 da região norte do fundo do bloco 1 (1FN-A3). 149
Figura 129 - Difratograma da amostra 1 da região sul do fundo do bloco 1 (1FS-A1). 149
Figura 130 - Difratograma da amostra 2 da região sul do fundo do bloco 1 (1FS-A2). 150
Figura 131 - Difratograma da amostra 3 da região sul do fundo do bloco 1 (1FS-A3). 150
Figura 132 - Difratograma da amostra 1 da região leste do fundo do bloco 1 (1FL-A1). 151

Figura 133 - Difratograma da amostra 2 da região leste do fundo do bloco 1 (1FL-A2)..... 151
Figura 134 - Difratograma da amostra 3 da região leste do fundo do bloco 1 (1FL-A3)..... 152
Figura 135 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do fundo do bloco 1 (1FO-A1)..... 152
Figura 136 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do fundo do bloco 1 (1FO-A2)..... 153
Figura 137 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do fundo do bloco 1 (1FO-A3)..... 153
Figura 138 - Difratograma da amostra 1 da região centro do fundo do bloco 1 (1FC-A1)..... 154
Figura 139 - Difratograma da amostra 2 da região centro do fundo do bloco 1 (1FC-A2)..... 154
Figura 140 - Difratograma da amostra 3 da região centro do fundo do bloco 1 (1FC-A3)..... 155
Figura 141 - Difratograma da amostra 1 da região norte do topo do bloco 2 (2TN-A1)..... 156
Figura 142 - Difratograma da amostra 2 da região norte do topo do bloco 2 (2TN-A2)..... 156
Figura 143 - Difratograma da amostra 3 da região norte do topo do bloco 2 (2TN-A3)..... 157
Figura 144 - Difratograma da amostra 1 da região sul do topo do bloco 2 (2TS-A1)..... 157
Figura 145 - Difratograma da amostra 2 da região sul do topo do bloco2 (2TS-A2)..... 158
Figura 146 - Difratograma da amostra 3 da região sul do topo do bloco 2 (2TS-A3)..... 158
Figura 147 - Difratograma da amostra 1 da região leste do topo do bloco 2 (2TL-A1)..... 159
Figura 148 - Difratograma da amostra 2 da região leste do topo do bloco 2 (2TL-A2)..... 159
Figura 149 - Difratograma da amostra 3 da região leste do topo do bloco 2 (2TL-A3)..... 160

Figura 150 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do topo do bloco 2 (2TO-A1). 160
Figura 151 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do topo do bloco 2 (2TO-A2). 161
Figura 152 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do topo do bloco 2 (2TO-A3). 161
Figura 153 - Difratograma da amostra 1 da região centro do topo do bloco 2 (2TC-A1). 162
Figura 154 - Difratograma da amostra 2 da região centro do topo do bloco 2 (2TC-A2). 162
Figura 155 - Difratograma da amostra 3 da região centro do topo do bloco 2 (2TC-A3). 163
Figura 156 - Difratograma da amostra 1 da região norte do meio do bloco 2 (2MN-A1). 163
Figura 157 - Difratograma da amostra 2 da região norte do meio do bloco 2 (2MN-A2). 164
Figura 158 - Difratograma da amostra 3 da região norte do meio do bloco 2 (2MN-A3). 164
Figura 159 - Difratograma da amostra 1 da região sul do meio do bloco 2 (2MS-A1). 165
Figura 160 - Difratograma da amostra 2 da região sul do meio do bloco 2 (2MS-A2). 165
Figura 161 - Difratograma da amostra 3 da região sul do meio do bloco 2 (2MS-A3). 166
Figura 162 - Difratograma da amostra 1 da região leste do meio do bloco 2 (2ML-A1). 166
Figura 163 - Difratograma da amostra 2 da região leste do meio do bloco 2 (2ML-A2). 167
Figura 164 - Difratograma da amostra 3 da região leste do meio do bloco 2 (2ML-A3). 167
Figura 165 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do meio do bloco 2 (2MO-A1). 168
Figura 166 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do meio do bloco 2 (2MO-A2). 168

Figura 167 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do meio do bloco 2 (2MO-A3)..... 169
Figura 168 - Difratograma da amostra 1 da região centro do meio do bloco 2 (2MC-A1)..... 169
Figura 169 - Difratograma da amostra 2 da região centro do meio do bloco 2 (2MC-A2)..... 170
Figura 170 - Difratograma da amostra 3 da região centro do meio do bloco 2 (2MC-A3)..... 170
Figura 171 - Difratograma da amostra 1 da região norte do fundo do bloco 2 (2FN-A1)..... 171
Figura 172 - Difratograma da amostra 2 da região norte do fundo do bloco 2 (2FN-A2)..... 171
Figura 173 - Difratograma da amostra 3 da região norte do fundo do bloco 2 (2FN-A3)..... 172
Figura 174 - Difratograma da amostra 1 da região sul do fundo do bloco 2 (2FS-A1)..... 172
Figura 175 - Difratograma da amostra 2 da região sul do fundo do bloco 2 (2FS-A2)..... 173
Figura 176 - Difratograma da amostra 3 da região sul do fundo do bloco 2 (2FS-A3)..... 173
Figura 177 - Difratograma da amostra 1 da região leste do fundo do bloco 2 (2FL-A1)..... 174
Figura 178 - Difratograma da amostra 2 da região leste do fundo do bloco 2 (2FL-A2)..... 174
Figura 179 - Difratograma da amostra 3 da região leste do fundo do bloco 2 (2FL-A3)..... 175
Figura 180 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do fundo do bloco 2 (2FO-A1)..... 175
Figura 181 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do fundo do bloco 2 (2FO-A2)..... 176
Figura 182 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do fundo do bloco 2 (2FO-A3)..... 176
Figura 183 - Difratograma da amostra 1 da região centro do fundo do bloco 2 (2FC-A1)..... 177

Figura 184 - Difratograma da amostra 2 da região centro do fundo do bloco 2 (2FC-A2). 177
Figura 185 - Difratograma da amostra 3 da região centro do fundo do bloco 2 (2FC-A3). 178

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química típica da alumina calcinada para eletrofusão. 36
Tabela 2 - Análise química da bauxita crua e calcinada por ICP. 46
Tabela 3 - Produção de bauxita para cada aplicação da indústria..... 52
Tabela 4 - Descrição dos principais minerais de alumínio contidos nas bauxitas refratárias. 52
Tabela 5 - Composição da bauxita utilizada em cada setor da indústria. 53
Tabela 6 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1TC-A1 nas regiões indicadas 98
Tabela 7 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1TL-A1 nas regiões indicadas. 99
Tabela 8 - Análise elementar (% m) por EDS da amosrtra 1TL-A3 nas regiões indicadas. 100
Tabela 9 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1CM-A1 nas regiões indicadas. 101
Tabela 10 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1MS-A2 nas regiões indicadas. 102
Tabela 11 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1FC-A2 nas regiões indicadas. 104
Tabela 12 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1FO-A2 nas regiões indicadas. 104
Tabela 13 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1TO-A1 nas regiões indicadas. 105
Tabela 14 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1FS-A2 nas regiões indicadas. 106
Tabela 15 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2TC-A3 nas regiões indicadas. 108
Tabela 16 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2TN-A1 nas regiões indicadas. 108
Tabela 17 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2MO-A1 nas regiões indicadas. 109

Tabela 18Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2MO-A3 nas regiões indicadas. 110
Tabela 19 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2FC-A1 nas regiões indicadas. 111
Tabela 20 - Tabela 5.15. Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2FN-A1 nas regiões indicadas. 112
Tabela 21 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao topo do bloco #1. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%. 117
Tabela 22 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao meio do bloco #1. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%. 118
Tabela 23 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao fundo do bloco #1. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%. 119
Tabela 24 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao topo do bloco #2. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%. 120
Tabela 25 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao meio do bloco #2. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%. 121
Tabela 26 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao meio do bloco #2. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%. 122

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO....29
2 OBJETIVOS....31
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA....32
3.1. Abrasivos....32
3.1.1. Tipos e qualidades....32
3.1.2. Abrasivos a base de alumina eletrofundida....34
3.1.2.1 Óxido de alumínio fundido marrom....34
3.1.3. Eletrofusão da alumina....39
3.1.4. Influência das impurezas....42
3.2. Processo de obtenção da alumina eletrofundida marrom....43
3.2.1 Matérias primas....44
3.2.1.1. Bauxita....44
3.2.1.1.1. Características e propriedades da bauxita....45
3.2.1.1.2 Geração de bauxita....48
3.2.1.1.3. Qualidade da bauxita....51
3.2.1.4 Beneficiamento....53
3.3. Fornos....55
3.3.1. Funcionamento....55
3.4. Beneficiamento....57
4 MATERIAIS E MÉTODOS....58
4.1. Levantamento de dados das matérias-primas e registro das variáveis operacionais....58
4.2. Plano de amostragem....59
4.3. Amostragem dos blocos de alumina eletrofundida....59
4.4. Caracterização físico-química....60
4.4.1. Análise química elementar por fluorescência de raios X (FRX)....61
4.4.2. Análise de fases mineralógicas por difratometria de raios X (DRX)....61
4.4.3. Ensaio de dureza Knoop....61
4.5. Análise microestrutural via microscopia eletrônica de varredura (MEV)....62
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO....63
5.1. Levantamento de dados da matéria prima....63

5.2. Acompanhamento e registro dos dados operacionais dos blocos de alumina marrom 67
5.3. Amostragem e preparação de amostra dos blocos de alumina eletrofundida marrom após síntese 69
5.4. Caracterização físico-química dos blocos de alumina eletrofundida 72
5.4.1 Análise química por fluorescência de raios X (FRX) 72
5.4.2. Análise de fases mineralógicas por difratometria de raios X (DRX)..... 80
5.4.3. Ensaio de dureza Knoop 90
5.5 Análise microestrutural via microscópia eletrônica de varredura (MEV) e energia dispersiva de raios X (EDS) 97
6 CONCLUSÕES..... 113
REFERÊNCIAS..... 114
APÊNDICE A – Fluorescência de raios X (FRX) 117
APÊNDICE B – Difratometria de raios X (DRX) 123

1 INTRODUÇÃO

Com o crescimento das atividades industriais, desenvolvimento tecnológico e a escassez dos recursos naturais não renováveis, tornou-se necessário o desenvolvimento de metodologias científicas focadas na obtenção de ferramentas abrasivas mais eficientes. Respectivamente, também se torna uma exigência do mercado fornecedor deste produto, a melhoria dos processos de produção de óxidos fundidos ou de outras matérias primas abrasivas.

Segundo o SINAESP - Sindicato da Indústria de Abrasivos dos Estados de São Paulo, Minas Gerais, Rio de Janeiro, Espírito Santo, Paraná, Santa Catarina e Pernambuco, são classifica as ferramentas abrasivas em grãos abrasivos, lixas e abrasivos de liga (A Associação Brasileira de Cerâmica, 2015).

Pode se produzir grãos abrasivos de óxido de alumínio marrom, óxido de alumínio branco, carbeto de silício, abrasivos zirconados, abrasivos especiais e de diamantes artificiais e naturais. Podem ser utilizados isoladamente em operações de lapidação e polimento, servindo de matéria prima para a fabricação de lixas e abrasivos de liga (Associação Brasileira de Cerâmica, 2015).

Lixas são também conhecidas como "abrasivos flexíveis" e são fabricados pela deposição em um costado (tecido, papel, fibra vulcanizada) de grãos abrasivos unidos por um adesivo (cola natural, resinas artificiais). Seu formato pode ser de folhas padronizadas, folhas especiais, correias de lixa também conhecidas como cintas, que podem ser "estreitas" ou "largas", discos, cones, tubos e rodas de flaps ou rodas de polimento. (Associação Brasileira de Cerâmica, 2015).

Abrasivos de liga (em sua maioria conhecidos como "rebolos") são fabricados pela mistura de um elemento aglomerante e grãos abrasivos. Os elementos aglomerantes podem ser de natureza mineral que constituem as ligas "vitrificadas", quando os abrasivos de liga são queimados a altas temperaturas ou ligas frias quando os abrasivos de liga não são queimados em fornos. Os elementos aglomerantes também podem ser de natureza orgânica, Resinas sintéticas, que vão formar os abrasivos de liga "resinoides" ou "orgânicos" ou de natureza metálica, utilizados na fabricação de alguns tipos de abrasivos diamantados. Exemplos em relação à natureza de seu formado podem ser de rebolos, disco de corte e

desbastes, pontas montadas, tijolos, limas, bastões brunidores, serras diamantadas e outros segmentos. (Associação Brasileira de Cerâmica, 2015).

Devido à sua elevada pureza e alto ponto de fusão, a alumina eletrofundida é uma excelente matéria-prima para a fabricação de materiais abrasivos e materiais cerâmicos estruturais (CICHY, 1972).

A bauxita é a principal matéria-prima para a produção de alumina eletrofundida, marrom, branca, rosa e outras (CICHY, 1972). Além disso, ela é empregada em diversos setores industriais como, a indústria metalúrgica, siderúrgica, química, alimentícia, agrícola, construção civil, entre outras.

Segundo Constantine et al. (2002), a bauxita é fonte natural do alumínio e de outros produtos cerâmicos, como por exemplo, os abrasivos e refratários, e o terceiro elemento em abundância na crosta terrestre, depois do oxigênio e do silício. Ela se forma em regiões tropicais e subtropicais por ação do intemperismo sobre a forma de aluminosilicatos.

Portanto, para produzir o óxido de alumínio fundido é necessário a utilização de fornos elétricos a arco. Utilizando bauxita como matéria prima, o minério é britado e calcinado, e depois misturado com cavaco de ferro (15%) e coque (5%), sendo essa mistura carregada na fornalha. O coque reduz as impurezas combinando com o ferro, que se depositam no fundo da fornalha. Após a reação, a mistura é resfriada em condições controladas, de modo que se obtenha o tamanho desejado dos cristais. A massa resfriada é então britada, magnetizada e peneirada em diversas frações granulométricas. Os grãos podem variar em rigidez, tipo de fratura, adesão à cola e diversas outras propriedades, dependendo da finalidade (DOMPIERI, SZNELWAR, SCALABRIN, 2009).

Atualmente, com o mercado cada vez mais competitivo, o desenvolvimento de produtos com melhores performances e de processos mais eficientes são ações necessárias para manter a competitividade das empresas. No caso particular de alumina marrom eletrofundida para aplicações abrasivas, a literatura técnico-científica é extremamente carente no mapeamento das propriedades físico químicas dos blocos eletrofundidos . Sendo assim, o presente trabalho propôs um estudo sobre a dispersão nas propriedades físico-químicas dos blocos de alumina marrom, fundida pelo processo de eletrofusão.

2 OBJETIVOS

Este trabalho de dissertação tem como objetivo o estudo da dispersão das propriedades físico-químicas em blocos de alumina marrom eletrofundida, produzidas pelo pelo processo Higgins, Sant Gobain abrasivos, Lorena, utilizada como meio abrasivo na fabricação de rebolos e lixas.

Para atingir este objetivo será necessário atender os seguintes objetivos específicos:

a) Avaliar a composição química do minério bauxita utilizado como matéria-prima nos últimos 5 anos;
b) Acompanhar o processo de eletrofusão e resfriamento dos blocos eletrofundidos;
c) Acompanhar e realizar amostragem dos blocos eletrofundidos;
d) Analisar as flutuações composicionais em blocos de alumina marrom eletrofundida mediante técnicas como DRX, FRX, MEV-EDS e ensaio de dureza Koonp das diferentes regiões dos blocos em estudo.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Abrasivos

3.1.1. Tipos e qualidades

O futuro das empresas de manufatura de materiais abrasivos é definido por questões como à concorrência internacional, crescimento da intercomunicação, aumento da importância com o meio ambiente e capacidade de se adaptar rapidamente a mudanças globais. Para isso, é necessário que as empresas invistam cada vez mais em tecnologia de alta eficiência na engenharia de produtos, na segurança e na qualidade da usinagem pelo material abrasivo (KLOCK, 2009).

E com a crescente exigência na qualidade dos produtos e aumento na fabricação com processos automatizados, consequentemente o processo de usinagem precisou melhorar o seu desempenho. O processo de usinagem pode ser divido em grupo, dos quais podemos citar: desbastar, amolar, retificar, brunir, moer, lixar e polir dentre outros (KLOCK, 2009). O processo de abrasão é definido como o desgaste mecânico numa operação de remover partículas de um material por atrito contra outro material de maior dureza (GOVE, 1986; KELLER, 2004).

A ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (NBR 15230) define abrasivos como um produto natural ou sintético, granulado, utilizado na fabricação de ferramentas abrasivas destinadas à remoção de material das peças.

Materiais abrasivos, de acordo com o *handbook* de abrasivos da Norton Company (NORTON, 1961), são substâncias utilizadas para desbastar por abrasão num processo de moagem, polimento, lapidação utilizando diretamente materiais naturais, como o corundum, esmeril e diamante natural, ou sintéticos, como o óxido de alumínio (Al_2O_3), carbeto de silício, (SiC), e carbeto de boro (B_4C).

As ferramentas abrasivas podem ser do tipo aglomerado, revestido, natural, sintético, pastas abrasivas e outros. Na fabricação destas ferramentas são utilizados grão/agregados abrasivos livres ou incorporados à resinas poliméricas ou ligas vítreas. As principais propriedades/características controladas nestes grãos abrasivos são: dureza, rigidez, densidade, granulometria e uniformidade dos grãos (DOMPIERI; SZNELWAR; SCALABRIN, 2009).

Abrasivos aglomerados são prensados e moldados para a fabricação de diversos tipos de produtos, tais como discos de corte, rebolos, pedra de esmeril e outros. Além disso, existem cinco denominações diferentes para este tipo de produto, sendo elas:

- Discos de resina, utilizada em oficinas metalúrgicas e de manutenção para corte e desbaste de materiais. Utiliza como aglomerante resina sintética dura.
- Discos vitrificados, tem como característica estabilidade dimensional, rigidez, precisão nas operações de desbaste, não sofre mudança em suas propriedades com variações baixas de temperaturas e nem com o uso de óleos ou água. Geralmente esses discos são produzidas em fornos de cerâmica com ligas de argila-feldspato.
- Discos emborrachados, devido a sua elasticidade são usados em casos especiais de acabamento. Usa-se borracha natural ou sintética como aglomerante.
- Discos de laca, quando se faz necessário acabamentos de alta precisão.
- Discos cerâmicos, liga cerâmica a base de silicatos (silicatos) é usado para ações suaves de desbaste e minimização do calor gerado em operação.

Além da forma e granulometria dos grãos, os discos ou rebolos possuem características diferentes decorrentes da composição química do grão, da granulometria, espaçamento entre os grãos, e grau de tenacidade do aglomerante. Eles também são moldados nos formatos de barra, tijolos e blocos (DOMPIERI; SZNELWAR; SCALABRIN, 2009).

Em adição, para a fabricação de rebolos de alta performance ou aqueles utilizados em acabamentos especiais em indústrias automobilística ou aeronáutica, é importante destacar que a habilidade de corte, a friabilidade e a morfologia do grão, dependem da escolha correta dos grãos abrasivos, os quais controlam: a taxa de remoção de material, o intervalo entre as dressagens do rebolo, a condução do líquido refrigerante até a interface rebolo-peça e a expulsão do cavaco (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

Entretanto, a morfologia do grão ou do agregado (particulado policristalino) tem um impacto enorme sobre sua resistência, desempenho e empacotamento, características que influenciam na formulação e manufatura dos rebolos. A forma e o tamanho dos grãos são parâmetros interligados, sobretudo quando se trata de morfologia irregular. Geralmente, a forma de um grão está baseada na estrutura cristalina do material, com as variações de seus polimorfos, no caso dos agregados a morfologia está associada das combinações de policristais e das várias fraturas decorrentes da cominuição durante o processo de fabricação. A morfologia do grão/agregado é fundamental na performance dos abrasivos, porém a integridade mecânica e a térmica podem ser tão importantes quanto ao se trabalhar materiais tenazes. (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

3.1.2. Abrasivos a base de alumina eletrofundida

A seleção do tipo de abrasivo é determinada em função das propriedades físicas dos materiais a serem usinados, por exemplo, aços carbono, sem tratamento térmico, forjados, fundidos e uso geral, se usa abrasivos a base de óxido de alumínio marrom (ICDER, 2016).

Na produção de óxidos de alumínios fundidos, o minério de bauxita é a principal matéria-prima utilizada. Seu uso, na produção deste tipo de produto é realizado por dois processos diferentes, direto ou indireto.

No chamado direto, o processo de eletrofusão ocorre utilizando a bauxita que recebe apenas um tratamento térmico de calcinação, afim de decompor os hidróxidos antes do processo de eletrofusão, o qual da origem, geralmente, a denominada alumina eletrofundida marrom (alo marrom).

No processo chamado indireto a bauxita é beneficiada por um processo hidrometalurgico, conhecido como Processo Bayer, que gera uma alumina calcinada, a qual após o processo de eletrofusão da origem a alumina eletrofundida branca (alo branco) (CICHY, 1972).

O processo de produção dos agregados de alumina eletrofundida começa pela homogeneização das matérias primas em proporções adequadas, subsequentemente, a mistura é submetida ao processo de eletrofusão, resfriamento, britagem, moagem e finalmente, o material segue para a classificação granulométrica conforme exigida pelo cliente (PASSOS e RODRIGUÊS, 2016).

3.1.2.1 Óxido de alumínio fundido marrom

A alumina eletrofundida marrom é considerada o carro-chefe da indústria de abrasivos. É o abrasivo mais largamente utilizado na fabricação de rebolos para materiais de alta resistência a tração, utilizado em operações de desbaste, rebarbação e retífica pesada e para corte de materiais ferrosos. Possui de 2 a 4% de titânia, o que lhe confere melhor tenacidade. Dependendo do processamento, 50% dos particulados são tipicamente constituídos de monocristais (grãos); e pode ser fornecido em diferentes massas específicas aparente, em função do empacotamento das partículas.

Os grãos/agregados podem ainda receber um tratamento térmico após a classificação granulométrica para aliviar tensões dos processos de cominuição, oxidar partículas metálicas

não removidas pelo separador magnético a fim de incrementar a tenacidade. A oxidação das partículas metálicas decorrendo deste tratamento térmico confere coloração azulada nos grão/agregados, denominados *"blue fired"*.

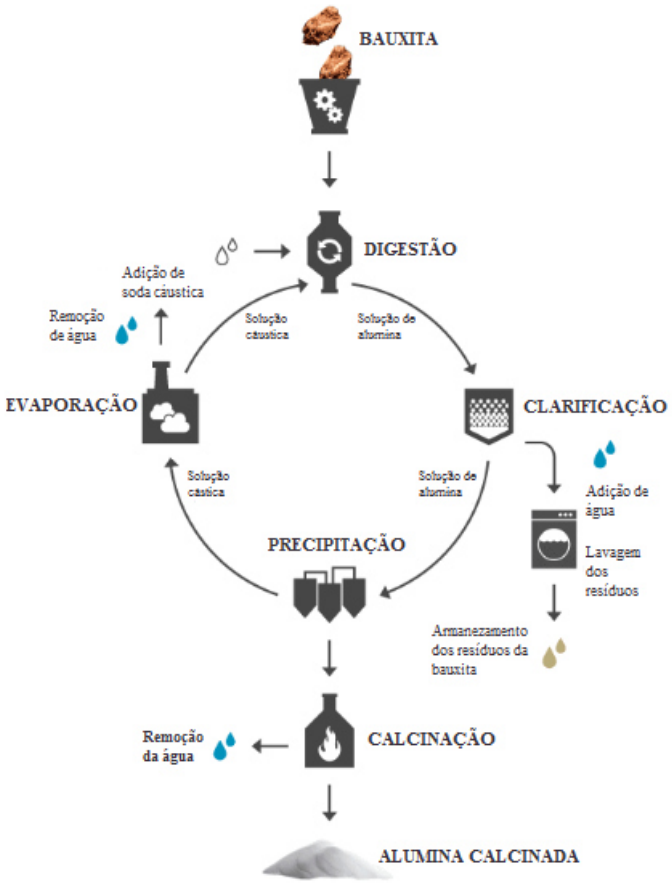
Os grãos/agregados podem também receber revestimentos de silano ou óxido de ferro III, a fim de melhorar a adesão à matriz em rebolos resinoides, (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

Segundo Wolfe e Lunghofer (1998), dos anos 50 até os anos 80, a produção de alumina eletrofundida marrom e branca sempre foi incrementada pelos tradicionais fabricantes de minerais fundidos na América do Norte, América do Sul, Europa e Japão. A partir de meados dos anos 80, muitos destes passaram por processos de aquisição, redução de investimentos e consolidações. Como resultado, muitos dos maiores fabricantes desapareceram ou foram absorvidos por outras organizações, o que fez com que o fornecimento mundial de alumina eletrofundida começasse a mudar.

3.1.2.2. Óxido de alumínio fundido branco

A matéria-prima empregada na fabricação da alumina eletrofundida branca (alo branco) é alumina calcinada de grau metalúrgico, obtida pelo processo Bayer a partir da bauxita. O fluxograma da Figura 1 mostra as etapas deste processo Bayer. A Tabela 1 mostra a composição química típica de aluminas calcinadas empregadas na eletrofusão.

Figura 1 - Fluxograma da produção de alumina calcinada pelo processo Bayer.



Fonte: HYDRO, 2016.

Tabela 1 - Composição química típica da alumina calcinada para eletrofusão.

Composto Químico	Típico (%)	Faixa (%)
Al_2O_3	99	
Na_2O	0,5	0,24-0,58
Fe_2O_3	0,03	0,01-0,04
SiO_2	0,03	0,02-0,05
TiO_2	0,01	0,003-0,016
CaO		
MgO		
P.F. (1000ºC)	0,75	0,05-1,36
SO_3	0,008	0,008-0,015

Fonte: adaptado de CICHY, 1972

Esse tipo de óxido de alumínio eletrofundido é o mais friável da família das aluminas fundidas e normalmente é policristalino e contaminado com β-alumina ($11Al_2O_3.Na_2O$). Ele é consideravelmente mais duro que o óxido de alumínio fundido marrom e as aplicações mais comuns incluem a usinagem de aços rápidos, aços ferramentas e aços inoxidáveis (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

Sobre as impurezas na produção de alumina eletrofundida branca, existe uma preocupação relevante que está relacionada à conversão do óxido de sódio residual do processo Bayer em β-alumina, que cristaliza na forma de placas hexagonais no interior da alumina. Como a β-alumina tem ponto de fusão inferior ao da alumina, ela vai se concentrar nas porções do bloco que se solidificam por último. Novos modelos de fornos Higgins têm a capacidade de reduzir a quantidade de β-alumina em função de seu *design*, porém a estrutura de solidificação da carga está atrelada ao desenho da cuba do forno e à capacidade de extração de calor (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

Ali et al. (2011) argumenta que o projeto da cuba de fusão pode ter um grande impacto sobre a estrutura e composição química dos grãos e que a razão de aspecto da cuba pode acarretar uma maior ou menor dispersão de β-alumina dentro do bloco fundido; e nos tamanhos e na distribuição de tamanhos dos cristalitos de α-alumina produzida.

O elevado gradiente térmico presente no arrefecimento de um bloco de pequena razão de aspecto (≈1) de alumina branca fundida provoca a cristalização da α-alumina em hábito dendrítico, composta por extensões de fase romboédrica interdendrítica ao longo do gradiente térmico. Esse tipo de cristal é o resultado do crescimento das arestas laterais muito mais rápido que as faces. Os grãos abrasivos feitos a partir desse material tendem a fraturar em fragmentos relativamente largos ao longo de planos bem definidos e, portanto, têm maior poder de auto-afiação.

Já a cristalização em blocos de alta razão de aspecto acarretará estruturas com crescimento pouco direcional e com cristais mais finos, em função da alta taxa de extração de calor, resultando em fragmentos menores na fratura dos grãos (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

3.1.2.3. Óxido de alumínio fundido branco monocristalino

A alumina fundida branca monocristalina é a mais dura e mais frágil da família das aluminas, sendo produzidos em cubas de fusão profundas e isentas de qualquer contaminação de β-alumina. Normalmente é empregado na usinagem de aços-ferramenta e aços de alta liga, que são muito sensíveis ao calor (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

3.1.2.4. Óxido de alumínio fundido marrom de baixa titânia

Ao reduzir o conteúdo de titânia do óxido de alumínio marrom a tenacidade é reduzida também, porém isso faz com que a friabilidade aumente. O Alo Marrom de baixa titânia possui de 1 a 2% de TiO_2 e é utilizado em ferramentas abrasivas que requerem um grão/agregado abrasivo com tenacidade intermediária entre o Alo branco e o Alo marrom. Este tipo de abrasivo é utilizado na fabricação de discos com depressão central, discos de corte, e em operações de retífica cilíndrica e de superfície de metais e ligas sensíveis ao calor, onde se deseja trabalhar a frio, mas com alta velocidade.

Estes grãos/agregados podem receber os tratamentos térmicos e de superfície tal qual o óxido de alumínio marrom (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

3.1.2.5. Óxido de alumínio fundido rosa

A alumina fundida rosa é a mesma alumina branca à qual foi adicionada uma quantidade inferior a 0,5% de óxido de cromo durante a fusão para produzir grãos ligeiramente mais tenazes que a alumina fundida branca convencional. Ela é utilizada para usinagem de aços de alta liga não endurecidos que requerem resistência à moagem um pouco mais efetiva do que o óxido de alumínio branco fundido. O componente de óxido de cromo do abrasivo aumenta a sua capacidade de moagem (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

3.1.2.6. Óxido de alumínio fundido rubi

Da mesma forma que o óxido de alumínio fundido rosa, a alumina fundida rubi tem como base a alumina branca e a adição de óxido de cromo durante a fusão, porém em quantidade de 3%, o que confere a ela maior tenacidade em relação à rosa (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

3.1.2.7. Óxidos de alumínio com zircônia

São grãos abrasivos de óxido de alumínio combinados com óxido de zircônio, constituídos de cristais obtidos a partir da fusão de zirconita e alumina, a temperatura de cerca 1.900° C, seguida de resfriamento. São constituídos de grãos de alumina primária e grãos de estrutura eutética da alumina-zircônia, que confere extrema resistência ao desgaste e propriedades anti-friáveis, possuindo a capacidade desbastar por muito mais tempo com menos calor, sendo ideal para aplicações de corte rápido e desbaste pesado (SAINT-GOBAIN ABRASIVOS, 2015).

3.1.3. Eletrofusão da alumina

No processo de fabricação da alumina eletrofundida marrom a partir da eletrofusão da bauxita mais aditivos (agentes redutores e ferro metálico), ocorre a redução destes óxidos, com exceção do Al_2O_3, gerando compostos de menor estado de oxidação que são volatilizados, ou elementos metálicos que formam uma liga, a qual pode ser segregada. Desta forma, o teor de alumina pode ser aumentado de, por exemplo, 80 para 96% (CICHY, 1972).

Para este efeito, a mudança de energia livre para as possíveis reações é representada em função da temperatura absoluta a fim de encontrar a temperatura à qual as reações tornam-se espontânea. De acordo com a Figura 2, e conforme descrito por Zaigeng et al., 1996, os óxidos Fe_2O_3, K_2O, Na_2O, SiO_2, TiO_2 e MgO começam a serem reduzidos pelo carbono, formando os metais Fe, K, Na, Si, Ti e Mg às temperaturas de 720, 750, 980, 1530, 1650 e 1830ºC, respectivamente, porém a redução do Al_2O_3 torna-se espontânea apenas acima de 2050ºC. Teoricamente, todos os óxidos, exceto a alumina e a cálcia (CaO), podem ser removidos quando submetidos a temperaturas da faixa de 1800 a 1900ºC, a uma certa quantidade de carbono presente. Os metais alcalinos terrosos K, Na e Mg são de maneira geral eliminados do processo na forma de gás, enquanto que o Fe, Si e Ti formam uma liga metálica que se deposita no fundo do banho.

As principais reações de redução das impurezas mais significantes presentes na bauxita estão descritas simplificadamente nas Equações 3.1, 3.2 e 3.3 (CICHY, 1972).

$$Fe_2O_{3(l)} + 3C_{(s)} \rightarrow 2Fe_{(l)} + 3CO_{(g)} \quad (3.1)$$

$$SiO_{2(l)} + 2C_{(s)} \rightarrow Si_{(l)} + 2CO_{(g)} \quad (3.2)$$

$$TiO_{2(l)} + 2C_{(s)} \rightarrow Ti_{(l)} + 2CO_{(g)} \quad (3.3)$$

Entretanto, o processo de redução da bauxita, não acorre de maneira tão simples, sendo que o óxido de ferro é mais facilmente reduzido que o óxido de titânio. (CICHY; 1972; ZAIGENG et al., 1996).

Tendo em vista que a literatura aponta como faixa de temperatura de operação de um forno para a fusão da bauxita entre 1950 e 2100ºC, indicando que é possível ocorrer a reação de redução da alumina (CICHY, 1972), Equação 3.4.

$$Al_2O_{3(l)} + 3C_{(s)} \rightarrow 2Al_{(l)} + 3CO_{(g)} \quad (3.4)$$

Durante o processo de purificação, a concentração de Al_2O_3 tende a aumentar, elevando também o ponto de fusão e por consequência a temperatura do líquido. Desta forma, quanto maior o teor da pureza da alumina, maior tende a ser a concentração de alumínio da liga ferrosilício.

Além de gerar silício, a sílica também dá origem ao monóxido de silício gasoso ($SiO_{(g)}$), conforme mostrado nas Equações 3.5 e 3.6. Portanto, este óxido migra-se para a superfície do forno e volta ao seu estado de oxidação original que é captado pelo sistema de coleta de pó do forno com alta concentração de SiO_2 usualmente encontrada neste subproduto.

$$SiO_{2(l)} + Si_{(l)} \rightarrow 2SiO_{(g)} \quad (3.5)$$

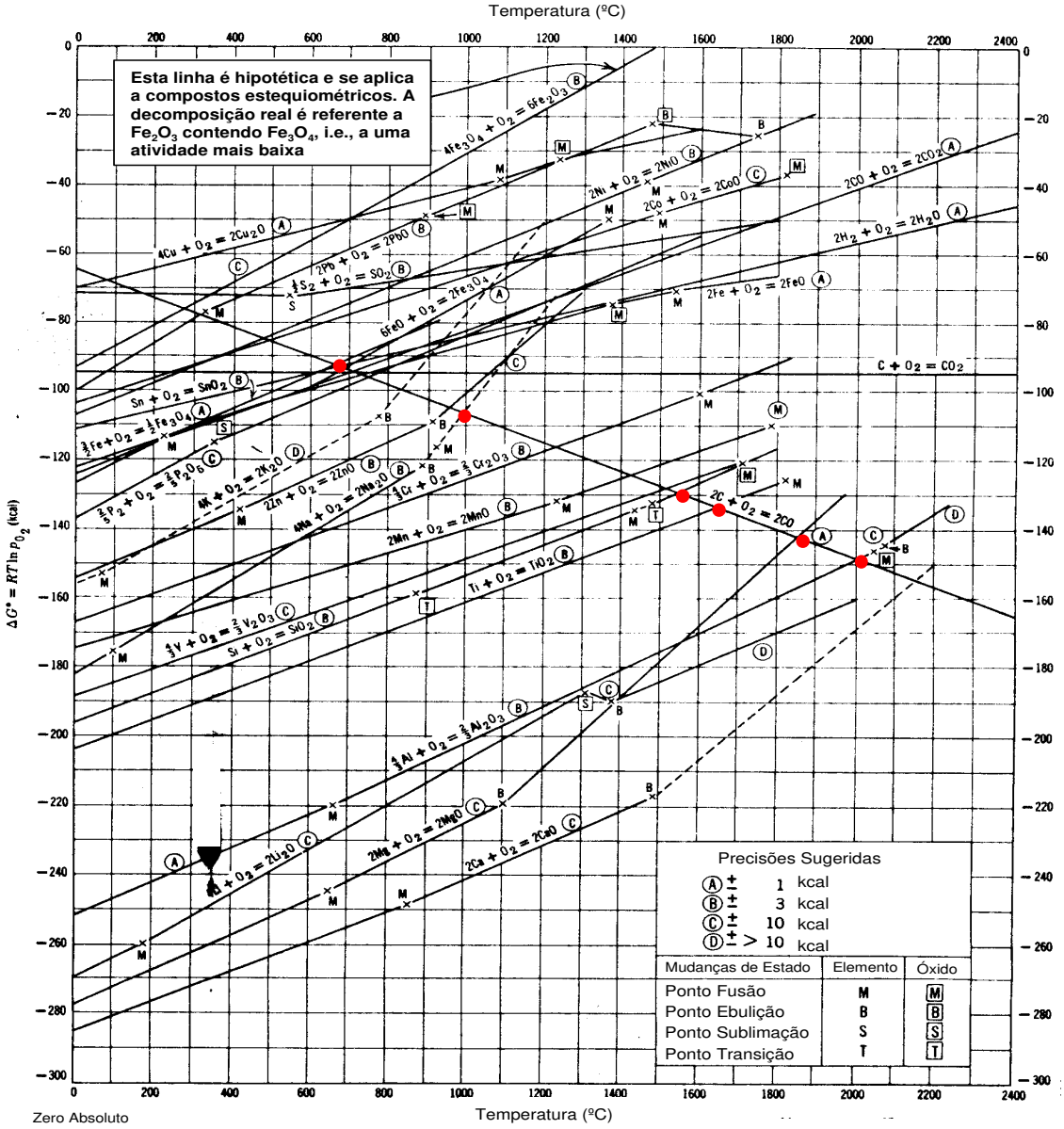
$$SiO_{2(l)} + C_{(s)} \rightarrow SiO_{(g)} + CO_{(g)} \quad (3.6)$$

Investigações realizadas por Cichy (1972), mostraram que o alumínio também é vaporizado na forma de subóxido, quando a alumina entra em contato com carbono ou silício a temperaturas da ordem de 2100ºC, Equações 3.7 e 3.8.

$$Al_2O_{3(l)} + 2C_{(s)} \rightarrow Al_2O_{(g)} + CO_{(g)} \quad (3.7)$$

$$Al_2O_{3(l)} + 2Si_{(l)} \rightarrow Al_2O_{(g)} + 2SiO_{(g)} \quad (3.8)$$

Figura 2 - Diagrama da energia livre vs temperatura para algumas reações dos principais óxidos usados na produção de alumina eletrofundida.



Fonte: SWALIN, 1964.

Sendo que o sub óxido $Al_2O_{(g)}$ pode, ainda, reagir com silício, gerando os produtos Al e SiO (CICHY, 1972), Equação:

$$Al_2O_{(g)} + Si_{(l)} \rightarrow 2Al_{(l)} + SiO_{(g)} \quad (3.9)$$

Conforme observou Cichy (1972), em relação a Figura 2, as reações para formação de carbetos tornam-se espontâneas a temperaturas inferiores àquelas requeridas para a

redução do estado de oxidação dos metais, tendo como reações gerais as Equações 3.10, 3.11 e 3.12.

$$SiO_{2\,(l)} + 3C_{(s)} \xrightarrow{1377^oC} SiC_{(s)} + 2CO_{(g)} \quad (3.10)$$

$$TiO_{2\,(l)} + 3C_{(s)} \xrightarrow{1049^oC} TiC_{(s)} + 2CO_{(g)} \quad (3.11)$$

$$2Al_2O_{3\,(l)} + 9C_{(s)} \xrightarrow{1977^oC} Al_4C_{3\,(s)} + 6CO_{(g)} \quad (3.12)$$

A probabilidade de formação de carbetos é pequena quando a concentração final de alumina no banho é menor do que 98%, uma vez que o carbono é preferencialmente consumido nas reações das Equações 3.1, 3.2 e 3.3. Entretanto, quando presente, o carbeto de alumínio é de difícil remoção, uma vez que a reação, torna-se espontânea apenas acima de 2127ºC (CICHY, 1972), Equação 3.13.

$$Al_4C_3 + Al_2O_3 \rightarrow 6Al + 3CO \quad (3.13)$$

3.1.4. Influência das impurezas

Na fabricação de ferramentas abrasivas para desbaste, rebolos, disco de corte e até mesmo na produção de lixas para aplicações especificas, a qualidade dos grãos abrasivos e suas propriedades requeridas são fundamentais para o aumento do desempenho e vida útil dessas ferramentas.

Motivados a esta questão, Passos e Rodrigues (2016) estudaram a influência da titânia e óxido de ferro III na coloração e friabilidade do óxido de alumínio fundido “blue fired” como material abrasivo. Esses grãos “blue fired” são os mesmos grãos do tipo de alumina fundida marrom ou semi-friável, que após tratamento térmico sofrem mudança na sua coloração cinza ou marrom para azulada, e além disso a vida útil deste material aumenta em comparação ao material antes do tratamento térmico especifico para este caso.

Segundo Passos e Rodrigues (2016), o motivo da coloração azul do óxido de alumínio marrom quando tratado termicamente à temperatura acima de 1280ºC atribuída por outros autores era devido formação da fase de titanato de alumínio ($A1_2TiO_5$). No entanto, os resultados apresentados por Passos e Rodrigues, mostraram que o responsável pela coloração

azul da alumina eletrofundida é o fenômeno ótico de transição eletrônica (PASSOS e RODRIGUÊS, 2016).

Os autores utilizaram como referência a safira azul, que possui em sua estrutura cristalina os íons Fe^{2+} Ti^{4+}, na forma de impureza, os quais nestes estados de oxidação conferem a cor azul a safira.

Os autores concluíram que o tratamento térmico em atmosfera oxidante auxilia a formação de compostos óxidos com o ferro e o titânio que podem estar presentes em estados de oxidação menos estáveis ou na forma metálica.

Höhne, Ullner and Kley (1991) estudaram a tensão limite para formar trinca ou iniciar a propagação de uma trinca pré-existente como um parâmetro para a caracterização de grãos abrasivos de alumina fundida. Com três composições de amostras de abrasivos de óxidos fundidos, a técnica utilizada para determinar este parâmetro foi realizado com o ensaio de dureza Vickers. Contudo, antes deste procedimento, foi estudado a influência das impurezas de crómio, ferro, manganês e titânio que são incorporados como íons isolados ou pequenos defeitos na estrutura cristalina da alumina. Portanto, para estimar a concentração dessas impurezas, as amostras foram investigadas pela técnica de ressonância paramagnética eletrônica (RPE) e por energia dispersiva de espectroscopia de raios X (EDS).

A espectroscopia de ressonância paramagnética eletrônica ou de ressonância de spin eletrônico (RPE) é uma técnica espectroscópica que detecta espécies contendo elétrons desemparelhados, ou seja, espécies paramagnéticas (KAZAN et all, 2015).

Hohne determinou a tensão o limite de propagação de trincas e correlacionou os resultados com o desgaste abrasivo, devido a linearidade entre a probabilidade de iniciação da trinca e o desgaste para o grupo de materiais estudados (HÖHNE et all, 1991).

3.2. Processo de obtenção da alumina eletrofundida marrom

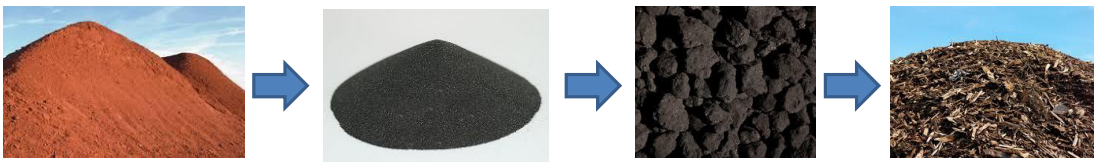
Para produzir o óxido de alumínio marrom a bauxita calcinada é fundida diretamente com coque, limalhas de ferro, e quantidades estequiométricas de ilmenita ($FeTiO_3$), em temperaturas entre 1900 e 2000 °C. As condições de reação da fusão do óxido de alumínio marrom, como resultado da reação do coque com o oxigênio para formar monóxido de carbono, reduz a sílica e o óxido de ferro, os quais se combinam formando uma fase de ferro-silício, mais densa do que a alumina líquida e bastante fluida. A sílica também pode ser liberada na forma de fumaça devido às altas temperaturas. E, finalmente, a quantidade de

titânia deve ser ajustada de acordo com o processo, devido à redução do titânio, que decanta junto com o ferro-silício (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

3.2.1 Matérias primas

As principais matérias-primas utilizadas no processo de eletrofusão da alumina marrom estão mostradas na Figura 3.

Figura 3 - Imagem das principais matérias primas para produção de óxido de alumínio eletrofundido marrom.



Bauxita (Al_2O_3) | Ilmenita ($FeTiO_3$) | Coque (C) | Limalha de ferro (Fe_2O_3

Fonte: Próprio autor a partir de imagens publicas

3.2.1.1. Bauxita

A bauxita é fonte natural do alumínio, o terceiro elemento em abundância na crosta terrestre, depois do oxigênio e do silício. Mesmo com sua elevada abundância, não há notícias acerca da ocorrência de alumínio metálico na natureza. Constata-se sua maior ocorrência na forma combinada com outros elementos, principalmente o oxigênio, com o qual forma alumina. A rocha bauxita compõe-se de uma mistura de minerais de alumínio e impurezas, os mais importantes são: (a) gibsita $Al(OH)_3$, (b) diásporo γ-AlO(OH) e (c) boehmita α-AlO(OH). Esses minerais são conhecidos como oxi-hidróxidos de alumínio e suas proporções, na bauxita, variam muito dependendo da localização geográfica, o tipo e a quantidade das impurezas do minério, tais como: óxido de ferro III, argila, sílica, dióxido de titânio, dentre outras. (CONSTANTINE et al., 2002).

Segundo Bárdossy (1993, apud Aquino 2007) a bauxita foi descoberta em 1821 pelo professor e cientista francês Pierre Berthier (1782-1861) da escola de Minas de Paris na cidade de *Les Baux,* no sul da França. Trata-se de uma rocha que pode ser de coloração

avermelhada, com mais de 40% de alumina (Al_2O_3) contida. A proporção dos óxidos de ferro determina a coloração da rocha. Assim, a bauxita branca contém de 2 a 4% de óxidos de ferro III, ao passo que na bauxita vermelha essa proporção pode atingir 25% (SAMPAIO; et al., 2008).

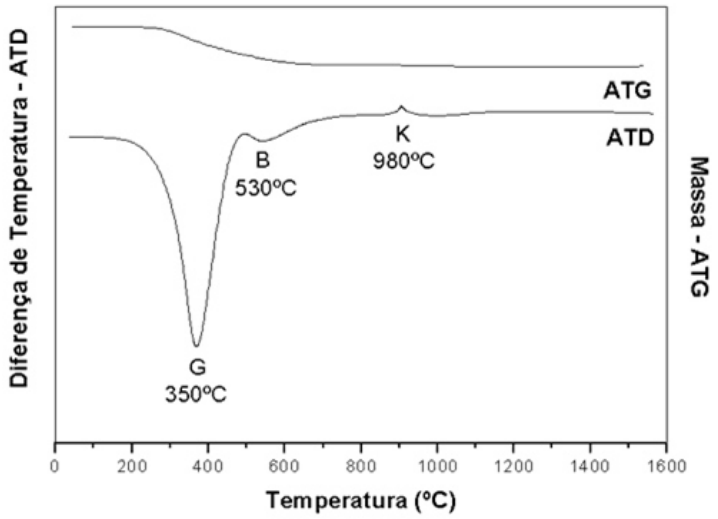
3.2.1.1.1. Características e propriedades da bauxita

Pascoal e Pandolfelli, 2000, em um estudo sobre bauxitas refratárias de origem sul-americana são predominantemente gibsíticas, possuindo um comportamento durante a queima distinto da matéria-prima chinesa, que são predominantemente diaspórica.

Pascoal e Pandolfelli, 2000, caracterizaram por análise termogravimétrica e termodiferencial (ATG/ATD) as bauxitas sul-americanas, Figura 4, observaram os picos endotérmicos da decomposição da gibbsita por volta de 350 ºC e o da boemita à 530 ºC e a 980 ºC um pico exotérmico da pseudo espinelização da caulinita, atribuídos a estas temperaturas o processo de transformação da gibsita em α-Al_2O_3.

Segundo os autores, a decomposição da gibsita não é total a 350ºC, sendo que uma fração se transforma em boehmita e acima de 530º C são formados óxidos metaestáveis, que finalmente em temperaturas entre 900-1000 ºC, começa a transformação destes óxidos de transição em α-Al_2O_3 através de reações no estado sólido que se completam somente acima de 1100 ºC.

Figura 4 - Análise térmica diferencial típica da bauxita refratária.



Fonte: (PASCOAL e PANDOLFELLI, 2000).

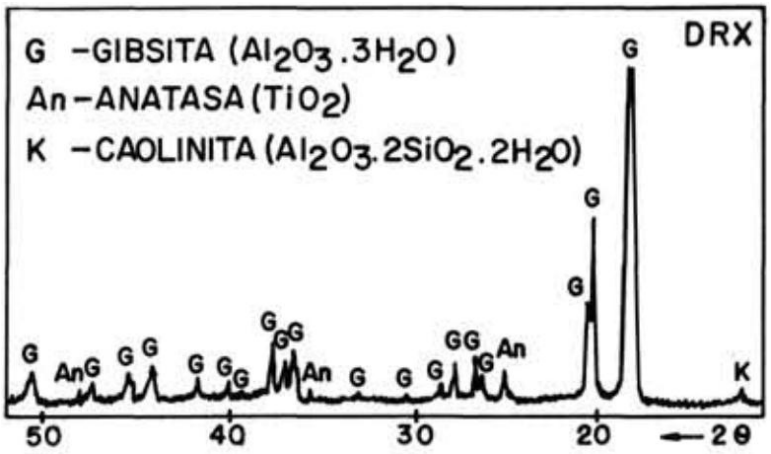
Caballero e Aza, 1988, em um estudo de caracterização de bauxitas sul americanas do tipo gibsita, observaram uma quantidade baixa de óxidos alcalinos e alcalinos terrosos, Tabela 2, a presença majoritária de fases cristalinas gibsita (85-90%), e as fases caulinita (5-10%) e de anatásio (<5%), Figura 5.

Tabela 2 - Análise química da bauxita crua e calcinada por ICP.

Composição (% m)	**"In natura"**	**Após calcinação**
Al_2O_3	61,98	88,76
SiO_2	3,90	5,59
TiO_2	2,42	3,47
Fe_2O_3	1,15	1,65
CaO	0,07	0,11
MgO	0,22	0,30
Na_2O	0,05	0,06
K_2O	0,05	0,06
Perda ao fogo (a 1100 °C)	30,16	--

Fonte: CABALLERO E AZA, 1988.

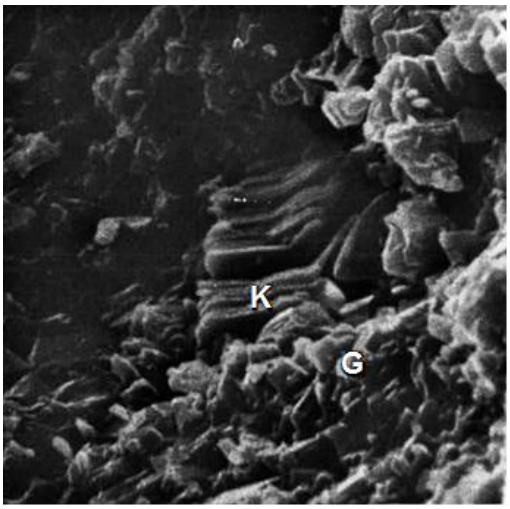
Figura 5 - Difratograma de raios X da bauxita caracterizada por Caballero e Aza.



Fonte: CABALLERO e AZA PENDAS, 1988.

Caballero e Aza também observaram uma textura nodular, Figura 6, indicando a presença de caulinita (K) e gibsita (G), com tamanho dos nódulos de caulinita variando entre 5 a 50µm (CABALLERO e AZA PENDAS, 1988).

Figura 6 - Microfotografia do minério de bauxita por microscópio eletrônico de varredura, apresentando a estrutura nodular (K = Caulinita e G = Gibsita). (1700x).



Fonte: CABALLERO e AZA PENDAS, 1988.

3.2.1.1.2 Geração de bauxita

O processo natural de lixiviação aquosa de rochas magmáticas ocorre por intempéries geralmente em climas tropicais com temperaturas médias anuais acima de 20º C. Essa condição, favorece a formação da bauxita, onde silicatos e argilominerais são decompostos e a remoção da maior parte da sílica acontece, enquanto os óxidos de alumínio e ferro são concentrados. Além disso, condições como elevada porosidade na rocha, topografia plana ou pouco acidentada permitindo o mínimo de erosão e longos períodos de estabilidade somado a intensa alterações climática, favorece uma maior taxa de formação da bauxita. Sendo o feldspato o principal mineral que, facilmente, dá origem à bauxita. A caulinização, laterização e bauxitização são os processos responsáveis que dão origem a conversão dos minerais de alumino silicatos presentes na rocha em bauxita (SAMPAIO; et al., 2008), Sequência de reação de formação do diásporo e da gibbsita a partir de uma rocha feldspatica potássica são mostradas nas Equações de 3.14 a 3.19.

$$KAlSi_3O_8 \xrightarrow{H_2O} HAlSi_3O_8 + KOH \tag{3.14}$$

$$\mathrm{H}AlSi_3O_8 \xrightarrow{H_2O} AlSi_2O_5(OH) + SiO_2 \tag{3.15}$$

$$\mathrm{H}AlSi_3O_8 \xrightarrow{H_2O} HAlSiO_4 + 2SiO_2 \tag{3.16}$$

$$2HAlSiO_4 \xrightarrow{H_2O} Al_2Si_2O_5(OH)_4 \tag{3.17}$$

$$HAlSiO_4 \xrightarrow{H_2O} AlO_2H + SiO_2 \tag{3.18}$$

$$AlO_2H \xrightarrow{H_2O} Al(OH)_3 \tag{3.19}$$

Apesar de ser frequentemente descrita como um minério de alumínio, a bauxita não é uma espécie mineral propriamente dita, mas um material heterogêneo formado de uma mistura de hidróxidos de alumínio hidratados; com formula química geral :$[AlOx(OH)_{3-2x}]$, $0< x <1$; cujas principais impurezas são: caulinita, quartzo, hematita, goethita, rutilo, anatásio e outros alumino silicatos, em quantidades que variam em função da região de

origem, causando alterações no aspecto físico do minério que pode variar de um sólido marrom-escuro ferruginoso até um sólido de cor creme, duro e cristalino, a Figura 7 mostra um pátio de bauxita. A cor e a composição do sólido podem variar em um mesmo depósito de bauxita. A composição típica da bauxita de uso industrial é: 40-60% de Al_2O_3; 12-30% de H_2O combinada e na forma de hidroxilas; 1-15% de SiO_2 livre e/ou combinada; 1-30% de Fe_2O_3; 3-4% de TiO_2; 0,05-0,2% de outros elementos e óxidos. (CONSTANTINE et al., 2002).

Figura 7 - Foto do pátio de bauxita.

Fonte: Hydro (2006, apud Quaresma, 2012).

As bauxitas mais ricas em boehmita, α-AlO(OH), são encontradas em depósitos europeus (França e Grécia) enquanto que aquelas ricas em diaspório, γ-AlO(OH), na China, Hungria e Romênia. As bauxitas geologicamente mais novas possuem alto conteúdo de gibsita, $Al(OH)_3$, ocorrem em grandes depósitos em áreas de clima tropical como Jamaica, Brasil, Austrália, Guiné, Guiana, Suriname e Índia, e são as que apresentam maior interesse comercial (CONSTANTINE et al. ,2002.)

Segundo Anjos et. al (1983, apud Sampaio; et al., 2008) os teores máximo entre 50 e 55% e mínimo de 30% de alumina (Al_2O_3) presente na bauxita define se ela é economicamente viável.

As principais reservas de bauxita, perfazendo um total de 55 a 75 bilhões de toneladas, são encontradas na América do Sul (33%), África (27%), Ásia (17%) e Oceania (13%), sendo que as três maiores localizam-se primeiro na Guiné, segundo no Brasil e terceiro na Austrália (CONSTANTINE et al. ,2002.). Estima-se que a reserva total deva ser suficiente para a demanda de alumínio no século XXI. Cerca de 85 a 90% da produção mundial da

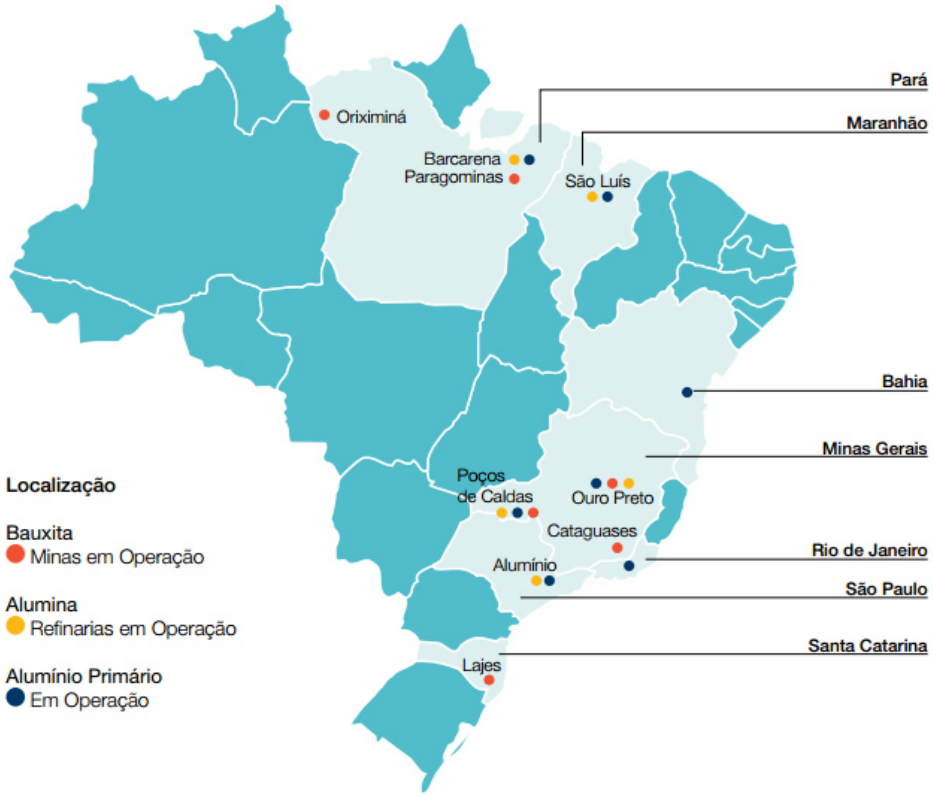
bauxita é destinada à indústria do alumínio metálico. Os 10 a 15% restantes têm ampla aplicação industrial para a manufatura de materiais refratários, abrasivos, produtos químicos, cimento com alto teor de alumina e outros (Kirk-Othmer 1993, apud Constantine et al. 2002).

O Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) apresenta no Sumário Mineral de 2014, que em 2013, a produção mundial de bauxita chegou a 257 milhões de toneladas, quantidade praticamente igual à registrada em 2012, sendo que o maior produtor mundial em 2013 foi à Austrália com 77 milhões, seguida da China com 47 milhões, o Brasil aparece em terceiro lugar com 12,7% do total produzido o que representa 32,8 milhões de toneladas.

A quantidade de área existente em pesquisa no Brasil sobre o potencial brasileiro de bauxita, tende a manter a distribuição regional para os próximos anos, devido a quantidade de áreas existentes em pesquisa, somando aproximadamente 1000 centros de pesquisa. Grande parte dessas áreas são pertencentes na grande maioria as empresas em atividades (Quaresma, 2009).

A localização das principais minas de bauxita em relação aos principais clientes e refinarias de alumina e fundição de alumínio primário estão mostradas na Figura 8.

Figura 8 - Mapa de localização de minas de bauxita, refinarias de alumina e industrias de alumínio primário em operação no Brasil



Fonte: ABAL, 2007.

3.2.1.1.3. Qualidade da bauxita

A bauxita é o material de partida para todos os tipos de alumina e o Brasil ocupa a terceira posição na classificação mundial, em termos de reservas, com cerca de 3,52 bilhões de toneladas (reservas medidas + indicadas + inferidas). Há predominância nas reservas brasileiras das bauxitas de grau metalúrgico (83,7%), utilizadas na produção de alumínio primário. No Brasil, a produção total de bauxita alcançou 17 milhões toneladas em 2003. Nos últimos anos, a produção de bauxita não metalúrgica variou entre 2 e 5% correspondendo a 400-600 mil t/ano. Em 2003, apenas 1% do consumo de bauxita no país foi destinado às indústrias de refratários e produtos químicos segundo Mártires (2004, apud Sampaio; et al. 2008). A Tabela 3 mostra o consumo tonelada/ano de bauxita para as principais industrias do ramo.

Tabela 3 - Produção de bauxita para cada aplicação da indústria.

Aplicação	t/ano
Refratários (calcinada)	1.200.000
Abrasivos (calcinada)	900.000
Cimentos	700.000
Indústria química (principalmente sulfato de alumínio)	600.000
Outros (anti-derrapante, retardador de chama, soldas, etc.)	600.000

Fonte: CETEM, 2002.

As Tabelas 4 e 5 apresentam as características dos três principais minerais de bauxita e as composições químicas da bauxita por setor industrial de aplicação. A impureza majoritária entre os tipos de bauxita é o teor de Fe_2O_3. A bauxita com maior teor de alumina e de menor impureza é considerada refratária.

Tabela 4 - Descrição dos principais minerais de alumínio contidos nas bauxitas refratárias.

Mineral	Gibbsita	Boehmita	Diásporo
Fórmula química	$Al(OH)_3$ - γ	AlOOH - γ	AlOOH - α
Al_2O_3:H_2O	1:3	1:1	1:1
Estrutura cristalina	Monoclínico	Ortorrômbico	Ortorrômbico
Dureza Mohs	2,5-3,5	3,5-4,0	6,5-7,0
Massa específica (g/cm^3)	2,42	3,01	3,44
índice de refração	1,568	1,649	1,702
Temperatura de desidratação (°C)	150	350	450
Produto da desidratação	Al_2O_3 - χ	Al_2O_3 - γ	Al_2O_3 - α
Solubilidade (g Al_2O_3/L) (*)	128	54	Insolúvel

(*) em soluço de Na2O a 100 g/L, a 125 °C

Fonte: Adaptado de Habashi, 1993.

Tabela 5 - Composição da bauxita utilizada em cada setor da indústria.

Composição (% m)	**Metalúrgica**	**Química**	**Cimento**	**Abrasivo**	**Refratária**
Al_2O_3	45 – 55	40 - 60	45 – 55	80 – 88	Mín. 85
SiO_2 *	0 – 15	5 - 18	Máx. 6	Máx. 5	Máx. 11
TiO_2	0 – 6	0 - 6	2 – 4	2 – 5	Máx. 3,5
Fe_2O_3	5 – 30	Máx. 4	20 – 30	2 – 5	Máx. 2,5

* Sílica total

Fonte: CETEM, 2002.

Sampaio et al. (2008) descreveram até a segunda metade do século XIX, quase toda a bauxita era produzida na França e empregada, basicamente, para fins não metalúrgicos. Naquela época, a produção de alumina destinava-se principalmente ao uso como mordente na indústria têxtil. No entanto, com o desenvolvimento do processo Hall-Héroult (1886), a alumina foi de modo crescente utilizada na produção de alumínio metálico. Mesmo assim, foi desenvolvido um grupo de aplicações para a bauxita não metalúrgica, no qual se incluem: abrasivos, refratários, produtos químicos, cimentos de alta alumina, cerâmicas avançadas e etc.

As aplicações para a bauxita não metalúrgica incluem: refratários (31%), abrasivos (24%), produtos químicos (16%), cimentos de alta alumina (18%) e fabricação do aço (11%) (PASCOAL; PANDOLFELLI, 2000).

A bauxita para usos não metalúrgicos tem restrições específicas com respeito aos teores dos óxidos de alumino, silício, titânio e de ferro. Essas bauxitas são usadas com maior frequência na produção de: abrasivos, refratários, produtos químicos e cimento. Quando a bauxita é calcinada, os constituintes mais voláteis são liberados, restando uma mistura de coríndon (Al_2O_3) e mulita ($3Al_2O_3.2SiO_2$), cujo teor de alumina permanece entre 80 e 90% (SAMPAIO; et al., 2005). (PASCOAL e PANDOLFELLI, 2000).

3.2.1.4 Beneficiamento

As técnicas convencionais de beneficiamento do minério de bauxita aplicam-se parcialmente, na verdade, isso se justifica pelo fato de haver disponibilidade de minérios de bauxita com elevado teor (Al_2O_3), os quais não exigem processos de tratamento mais elaborados. Além disso, as impurezas de alguns tipos de bauxitas estão associadas aos

minerais de alumínio, dificultando a purificação por meio mecânico ou, mesmo, inviabilizando economicamente o processo de remoção das impurezas a partir de outros processos. Esses fatos comprovam o número reduzido na literatura de trabalhos publicados na área de beneficiamento de minérios de bauxita (SAMPAIO; et al., 2008).

Contudo, os métodos de beneficiamento de minérios usados no processamento dos minérios de bauxita incluem: britagem, atrição e peneiramento para remoção da fração argilosa e dos minerais de sílica. A separação em meio denso promove a remoção de ferro e laterita dos minérios com granulometria acima de 1,0 mm. Separadores magnéticos, com campos magnéticos superiores a 1,5 Tesla, são utilizados para remoção dos minerais paramagnéticos, reduzindo os teores de Fe_2O_3 e TiO_2. Em algumas operações, o minério é particularmente secado para facilitar o manuseio e/ou minimizar os custos de transporte. Nesta etapa, procede-se a filtragem, elevando-se a percentagem de sólidos de 25 para 60%, seguida de secagem em vaporizador (spray dry) para obtenção de um produto final com 5% de umidade. Desse modo, obtém-se um produto final que pode ser usado tanto no processo de calcinação, bauxita para fins não metalúrgicos, quanto no processo Bayer, bauxita para fins metalúrgicos, que constitui a quase totalidade do consumo (SAMPAIO et al,2005).

Cabe lembrar que a produção de bauxitas não metalúrgicas emprega as mesmas técnicas de beneficiamento usadas para a bauxita de grau metalúrgico. No caso do processo de calcinação, cuja função é remover a água quimicamente combinada, somente é aplicado para as bauxitas não metalúrgicas, com a exceção da bauxita para produtos químicos (SAMPAIO,2008).

No Brasil, falta competitividade mesmo com a ocorrência de uma variedade imensa de jazidas de minerais e rochas que podem prontamente ser utilizados na indústria cerâmica. Pois, está restrito a poucos grupos o acesso à tecnologia para melhorar o aproveitamento desses bens minerais. De fato, um grande número de jazidas é explorado por pequenas mineradoras, que não têm acesso à tecnologia disponível. Essa situação conduz à prática da exploração dos pequenos jazimentos sem o uso da tecnologia adequada, o que compromete de forma significativa a vida útil da jazida. Além disso, tais procedimentos resultam no fornecimento de uma matéria-prima sem uniformidade nos pré-requisitos exigidos pela indústria cerâmica (ANDRADE, et al, 2005).

3.3. Fornos

3.3.1. Funcionamento

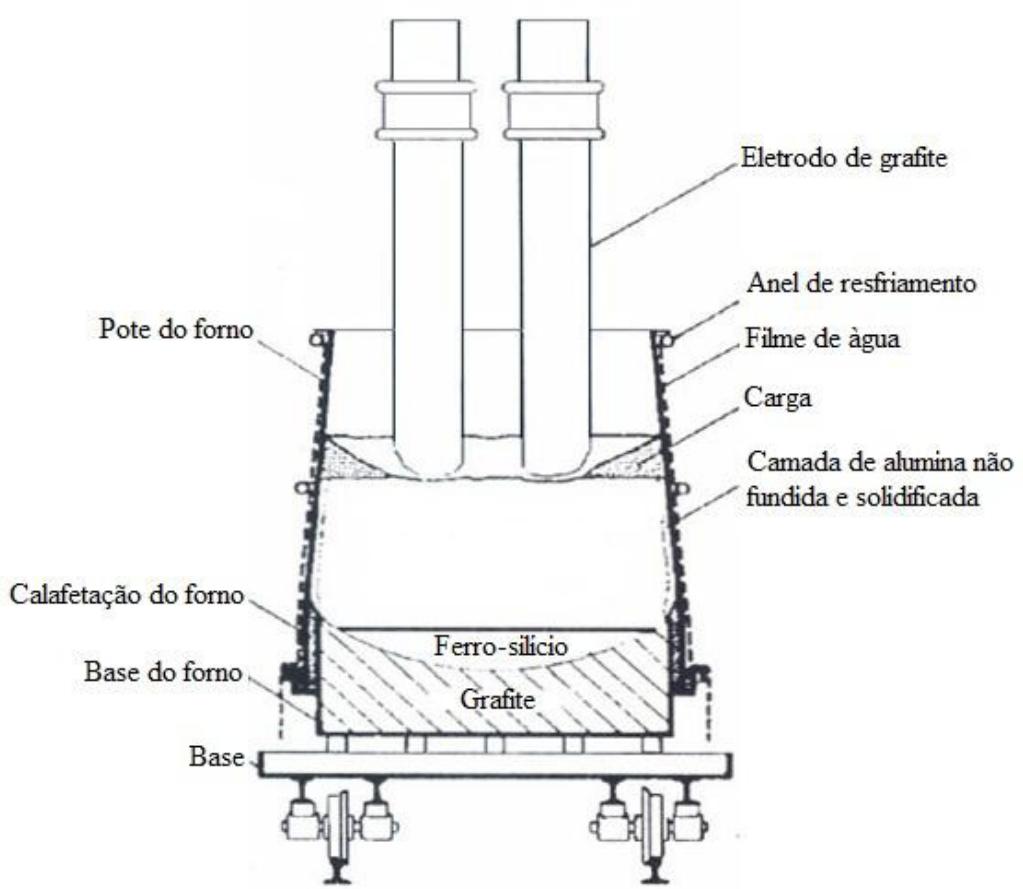
A segunda grande inovação na tecnologia de abrasivos na virada do século XX, depois do processo Acheson para síntese do carbeto de silício, foi a invenção do forno a arco elétrico Higgins para produção da alumina eletrofundida (ou Alundum), por Aldo C. Higgins da Companhia Norton, em 1904. Antes disso, os produtores de rebolo utilizavam apenas os minerais naturais de óxido de alumínio nas formas de corundum e esmeril, mas as variações nas suas propriedades químicas e mecânicas dificultavam o controle da formulação dos abrasivos. Atualmente, o emprego destes minerais está limitado à fabricação de lixas (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

Devido à sua elevada dureza e alto ponto de fusão, a alumina eletrofundida é uma excelente matéria-prima para a fabricação de materiais abrasivos e materiais cerâmicos estruturais. A sua produção em escala industrial teve início com a necessidade de se reproduzir e melhorar as propriedades do corundum natural, utilizado como abrasivo desde os tempos pré-históricos. Devido ao seu alto ponto de fusão os primeiros relatos de fabricação de alumina eletrofundida (então chamado coríndon artificial ou sintético), datam de 1893 e 1894. Portanto, nesta época já era possível obter a fusão de materiais naturais contendo alumina em fornos elétricos a arco (CICHY, 1972).

Jacobs foi o responsável pelo primeiro avanço na melhoria do processo de fusão. Isso aconteceu com a melhoria no controle do resfriamento da alumina eletrofundida através da introdução de um fundo móvel ao forno (CICHY, 1972).

O avanço seguinte em relação ao desenvolvimento das fusões e dos fornos se iniciou, quando Higgins, substituiu o revestimento de carbono do forno por um vaso resfriado à água. O forno chamado Higgins Figura 9, consiste em uma casca fina de aço ou alumínio suportada externamente por uma estrutura de metal. Uma camada de água flui entre a casca e a estrutura de forma a resfriar suficientemente a casca para manter sua integridade, em combinação com o isolamento térmico proporcionado por uma fina camada de óxido de alumínio com baixa condutividade térmica que se que se solidificava ao entrar em contato com a capa mais fria no seu interior. (CICHY, 1972; ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

Figura 9 - Desenho esquemático do forno Higgins.



Fonte: CICHY, 1972.

Até se completar a capacidade do forno, geralmente a fusão de toneladas de alumina pode durar até 20 h e leva até quatro dias para resfriar toda a carga. O resfriamento é altamente direcional, a camada isolante mais externa que se forma na casca é resfriada rapidamente e, por isso, é altamente microcristalina. Há uma larga região cristalina de solidificação dendrítica que cresce radialmente em sentido ao centro, uma vez que a extração de calor ocorre no sentido da casca. As impurezas se concentram na fase líquida do centro até a base do lingote em formação. Depois de resfriado, o lingote é quebrado e as impurezas mais grosseiras são retiradas por catação e impurezas de ferro e ferro-silício são posteriormente extraídas em um separador magnético (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011) e (PASSOS e RODRIGUÊS, 2016).

3.4. Beneficiamento

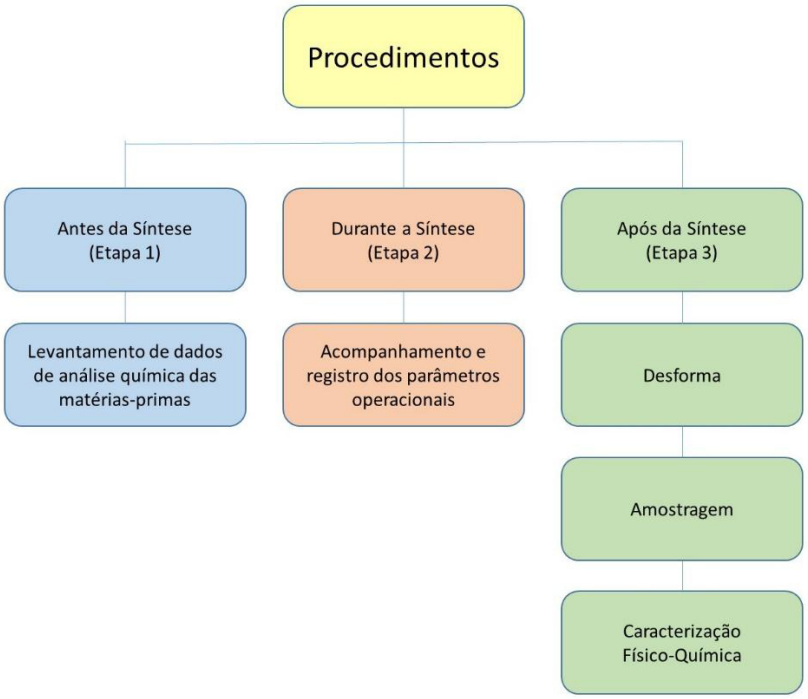
As propriedades dos grãos dependem não só da composição química e do processo de fusão, mas também das cominuições subsequentes. Os lingotes inicialmente são quebrados, classificados e então são britados em britadores de mandíbula e de martelo. As reduções subsequentes de tamanho são feitas em rolos moedores. Todas essas etapas são se alto impacto e criarão grãos anisotrópicos, imperfeitos e com arestas afiadas. Processos subsequentes de cominuição em moinhos de bola tendem a arredondar as arestas dos grãos. Dessa forma, é possível definir para a forma angular ou em bloco de grãos de um mesmo material (ALI; DAVIM; JACKSON; et al., 2011).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O material estudado neste trabalho de dissertação foi a alumina eletrofundida marrom produzida pela Saint Gobain Abrasivos, localizada na cidade de Lorena, SP.

O fluxograma da Figura 10, apresenta esquematicamente as etapas realizadas no desenvolvimento do plano de trabalho de dissertação

Figura 10 - Fluxograma das etapas realizadas



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.1. Levantamento de dados das matérias-primas e registro das variáveis operacionais

Foram registrados em conjunto com a empresa, todos os parâmetros operacionais e suas variáveis, durante o acompanhamento da produção dos blocos de alumina eletrofundida marrom pelo processo de eletrofusão, bem como a temperatura externa dos blocos durante o procedimento de resfriamento.

Considerando que a bauxita é a principal matéria-prima e por ser um material natural sua composição química pode variar em função da posição da lavra, também foi realizado o levantamento da composição química desta matéria-prima entre os anos de 2008 a 2014. Desta forma pode ser possível correlacionar os resultados desta dissertação com o histórico da empresa.

4.2. Plano de amostragem

Levando em consideração as interferências de processo, as avaliações das variáveis dos parâmetros de produção, a minimização dos erros de reprodutibilidade operacional na produção de seus blocos, e com o objetivo de aumentar a sua representatividade, dentre os quatro fornos de eletrofusão em operação foi escolhido o Forno #4 para realização da amostragem de dois blocos sequencialmente produzidos. O plano de amostragem foi elaborado em conjunto com a equipe técnica da Saint-Gobain.

4.3. Amostragem dos blocos de alumina eletrofundida

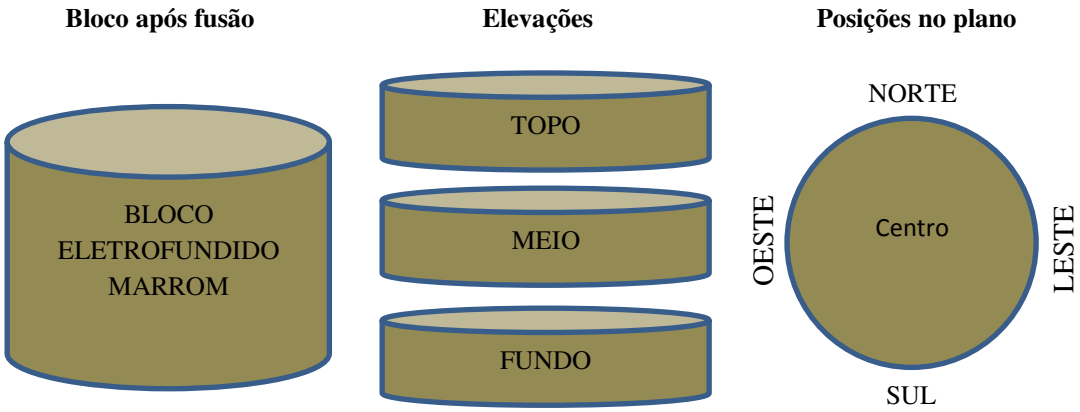
A amostragem nos blocos foi realizada durante o processo de demolição realizado comumente pela empresa e com o auxílio da escavadeira hidráulica com rompedor. A Figura 11 ilustra esquematicamente as posições para a coleta das amostras em três elevações, denominadas: topo (T), meio (M) e fundo (F). Para cada elevação, cinco amostras foram coletadas, sendo uma do centro e quatro nas extremidades em posições equidistantes em ângulo de 90º denominados em função da posição cardeal (N, S, L e O) para padronização da amostragem. Perfazendo um total de 90 amostras com aproximadamente 5 kg cada.

Para facilitar a identificação das amostras e seus resultados de caracterização foram criadas nomenclaturas resumidas conforme segue:

- 1º digito: Bloco:
  - Bloco 1 – “1”
  - Bloco 2 – “2”
- 2º digito – Elevação:
  - Topo - “T”
  - Meio - “M”
  - Fundo - “F”

- Posição na elevação:
    - Centro – “C”
    - Laterais informação do ponto cardeal:
        - Norte – “N”
        - Sul – “S”
        - Leste – “L”
        - Oeste – “O”.
- Número da amostra:
    - A1
    - A2
    - A3

Figura 11 - Desenho esquemático das regiões de amostragem dos blocos de alumina eletrofundida por elevações e nomenclatura das amostras por níveis e regiões.



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.4. Caracterização físico-química

Inicialmente as amostras foram britadas em tamanhos inferiores a 25 mm de diâmetro equivalente, em seguida foram homogeneizadas e quarteadas.

Para a caracterização química e de fases mineralógias, uma alíquota de aproximadamente 100 gramas de cada amostra foram pulverizadas em moinho de anel até tamanho de partícula menor que 45 µm ou seja, passante em peneira ABNT #325 mesh.

O restante de cada amostra foi reservado para a realização dos ensaios de microdureza e análise microestrutural.

4.4.1. Análise química elementar por fluorescência de raios X (FRX)

Seguindo os mesmos procedimentos de análise química utilizados pela empresa Sant Gobain, foram analisados no laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena (DEMAR-EEL-USP), as noventa amostras das diversas regiões dos dois blocos descritos anteriormente. Para a análise de FRX, foram preparadas por pastilhas fundidas (pérola) utilizando uma relação 1:1 entre o fundente tetraborato de lítio e a amostra de alumina. As análises foram realizadas no equipamento modelo Axios mAX, marca Panalytical, com varredura dos elementos químicos que vão do flúor ao urânio. Os resultados da varredura foram analisados com o auxílio do software Super Q da própria Panalytical.

4.4.2. Análise de fases mineralógicas por difratometria de raios X (DRX)

Com o objetivo de identificar as fases presentes nas amostras pulverizadas dos blocos de alumina eletrofundida marrom, usou-se o equipamento difratômetro Empyrean da marca Panalytical, locado no DEMAR-EEL-USP, Os parâmetros usados para esta análise foram: radiação Mo-Kα, ângulo inicial de 10°, ângulo final de 70°, passo angular de 0,02°, tempo de leitura por passo de 50s e fenda de um quarto de grau.

Para identificação das fases mineralógicas foi utilizado o software X'Pert High Score Plus da Panalytical disponível no laboratório no DEMAR-EEL-USP.

4.4.3. Ensaio de dureza Knoop

Seguindo as normas ASTM E 384-99 e C 1326-13 para abrasivos, foram determinadas as durezas das amostras para os dois blocos de alumina eletrofundida marrom. Referindo-se 45 amostras para o bloco 1 e 45 para o bloco 2.

Para realização deste ensaio de dureza Knoop, as amostras primeiramente foram preparada com operações de corte, com serra diamantada, no formato prismático nas dimensões de aproximadamente 20 x 20 x 10 mm. Em seguida foi realizado o embutimento das amostras com resina a frio em suportes de diâmetro de 30 mm, para procedimentos posteriores de preparação materialografica.

A face exposta de cada amostra foi lixada e polida em politriz manual e semi-automática, utilizando-se discos abrasivos diamantados em granulações decrescentes (80, 120, 200, 500, 1.200, 2.000 mesh, com aproximadamente 15 a 20 min em cada grana).

Utilizou-se carga de 1000 kgf e a dureza Knoop foi determinada por meio de 10 micro indentações com um tempo de permanência de 15 s. O comprimento da diagonal foi medido, em micrometros, imediatamente após cada impressão, sob a objetiva de 50X a 100X com o auxílio da escala da ocular do aparelho.

4.5. Análise microestrutural via microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras preparadas para o ensaio de dureza Knoop, foram também utilizadas nas análises microestruturais via microscopia eletrônica de varredura (MEV). Porém, devido ao fato da alumina eletrofundida possuir baixa condutividade elétrica, nesse caso foi necessário metalizar a superfície da amostra com uma camada nanométrica de ouro, a fim de evitar o carregamento de elétrons na superfície da amostra. O equipamento de metalização utilizado foi o da marca BAL-TEC MED 020. E para observação das microestruturas e das impurezas contidas no material, foram geradas micrografias em um microscópio eletrônico de varredura da marca Hitachi TM 3000, com filamento de tungstênio e tensão de aceleração dos elétrons de 15 kV.

E para averiguar a composição elementar nas regiões de interesse, utilizou-se a técnica de espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS), equipamento da marca Oxford, modelo Swift ED 3000 disponível no DEMAR-EEL-USP.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Levantamento de dados da matéria prima

Dentre as matérias-primas utilizadas para a produção da alumina eletrofundida, a bauxita representa a principal, desta forma foi dada maior atenção a variabilidade da composição química da bauxita utilizada no período de 2008 a 2014.

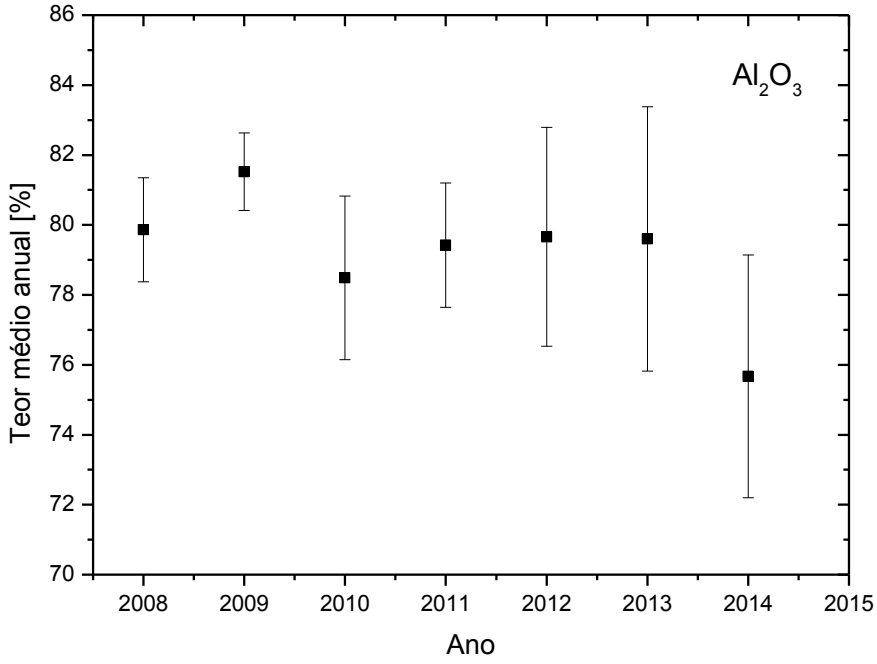
A partir de informações fornecidas pela empresa Saint Gobain Abrasivos, unidade de Lorena, SP, sobre o histórico de análise química por fluorescência de raios X (FRX) da bauxita calcinada no período de 2008 a 2014, as Figuras de 12 a 17 mostram a variação nos teores médios anuais de perda ao fogo e dos principais óxidos contidos na bauxita utilizada na eletrofusão.

Pode-se observar que o teor de alumina e de óxido de ferro III tem diminuído ao longo do período analisado, Figuras 12 e 13 e os teores de perda ao fogo da bauxita e sílica aumentaram no mesmo período, Figuras 14 e 15. Os teores de TiO_2 permaneceram relativamente constantes até 2012, apresentando um aumento em 2014, Figura 16.

A redução no teor de Al_2O_3 contida na bauxita e o aumento na perda ao fogo da bauxita acarreta a redução no rendimento, diminuindo consequentemente a produtividade. A redução no teor de Fe_2O_3 associado ao aumento do teor de SiO_2 acarreta um aumento no consumo de limalha de ferro e de fontes de carbono. A Figura 17 mostra somente os valores médios sem as barras de desvio da variação dos teores de Fe_2O_3 e SiO_2 no período analisado, afim de facilitar a visualização desta tendência.

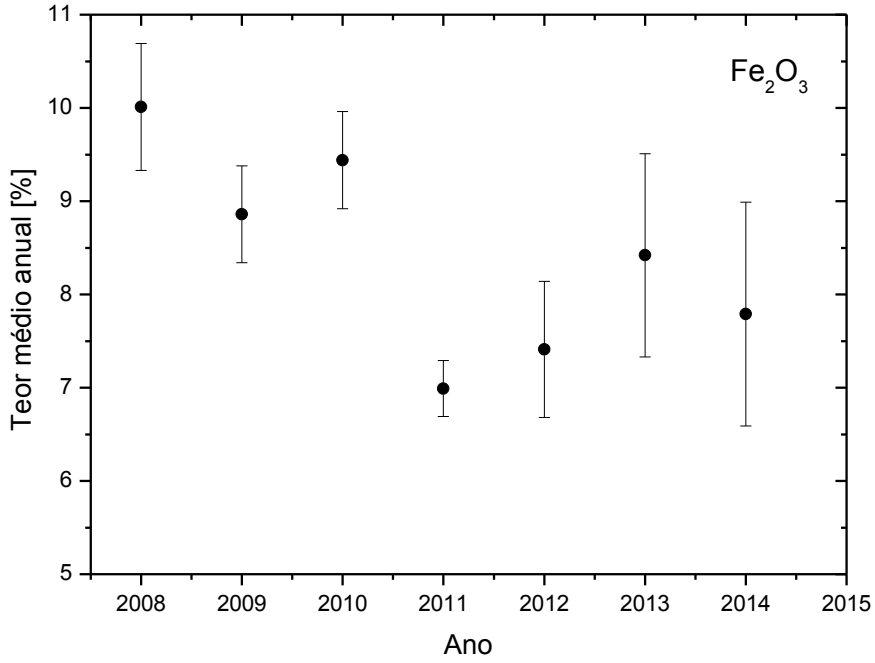
O aumento no consumo de limalhas de ferro é necessário para manter o teor de silício baixo na liga FeSi para que as propriedades magnéticas desta liga não sejam prejudicadas ao ponto de reduzir a eficiência dos separadores magnéticos no processo de beneficiamento da alumina eletrofundida.

Figura 12 - Variação do teor de Al_2O_3 na bauxita no período de 2008 a 2014.



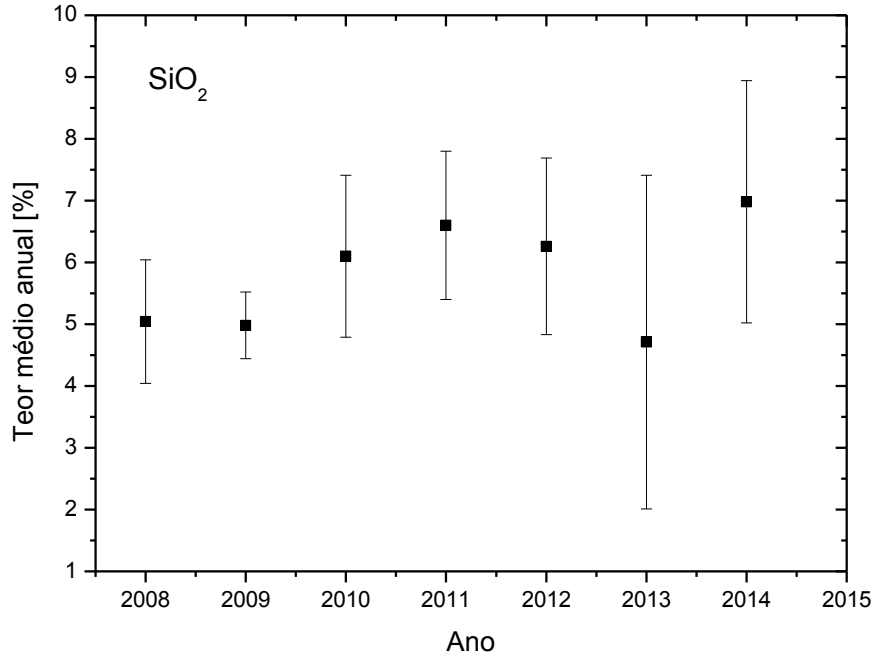
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 13 - Variação do teor de Fe_2O_3 na bauxita no período de 2008 a 2014.



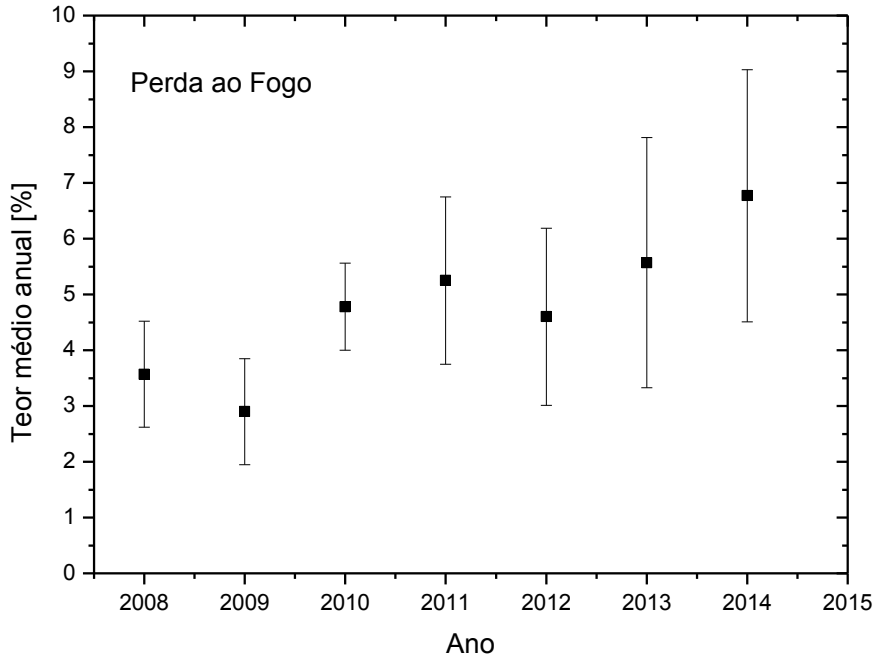
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 14 - Variação do teor de SiO_2 na bauxita no período de 2008 a 2014.



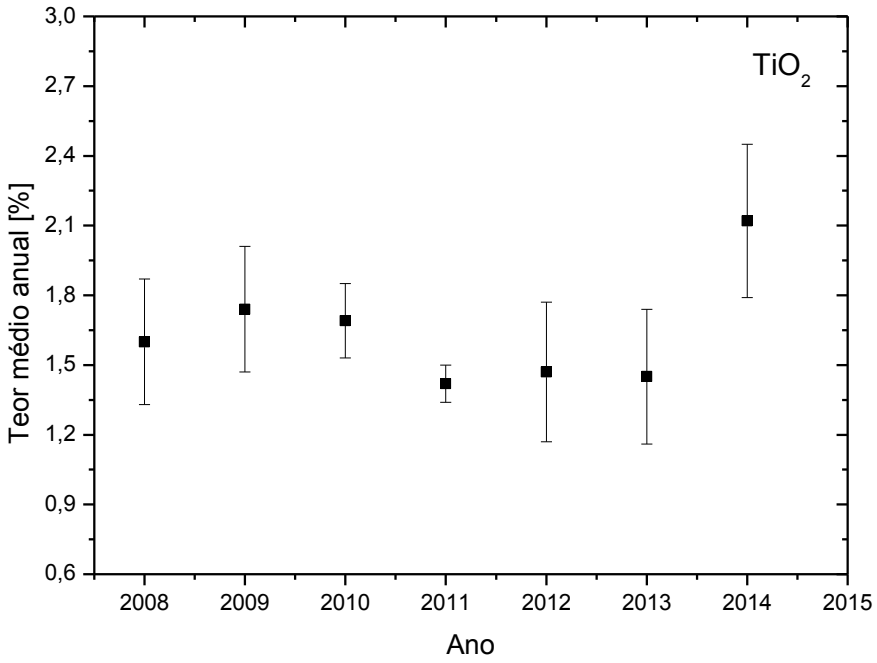
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 15 - Variação do teor de Perda ao Fogo na bauxita no período de 2008 a 2014.



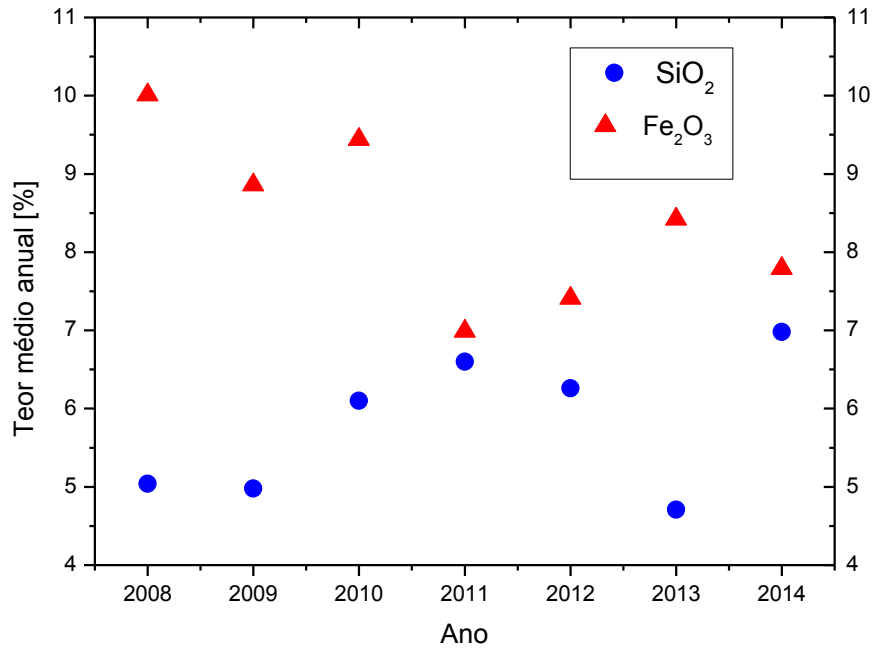
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 16 - Variação do teor de TiO_2 na bauxita no período de 2008 a 2014.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 17- Variação do teor de SiO_2 e Fe_2O_3 na bauxita no período de 2008 a 2014.



Fonte: Elaborada pelo autor.

5.2. Acompanhamento e registro dos dados operacionais dos blocos de alumina marrom

Foi observado durante o acompanhamento da produção dos blocos de alumina eletrofundida marrom que existiam algumas variabilidades operacionais durante a síntese. Desta forma, entre seis fornos que empresa Sant Gobain possui em atividade, foi escolhido o Forno #4 para o estudo de dois blocos, pois este é o forno que apresenta a menor variabilidade e maior produtividade.

O processo de eletrofusão de dois blocos de aproximadamente 9.000 kg de alumina no Forno #4 ocorreram entre os dias 20 e 22 de março de 2016. Inicialmente foi carregada no fundo da cuba do forno uma mistura de matérias-primas composta por bauxita, ilmenita, carvão vegetal, coque de petróleo, a fim de formar o lastro da eletrofusão. Sobre este lastro é depositada uma mistura de limalha ferro e coque de petróleo para a partida do forno (triângulo de ligação). Em seguida os eletrodos de grafite são posicionados sobre o a carga formada e inicia-se o processo de eletrofusão. Assim que é formada uma quantidade significativa de líquido em torno dos eletrodos a mistura de carga é adicionada lentamente acompanhando a velocidade de fusão. O processo completo de fusão demora em torno de 15 a 17 h, considerando o intervalo de aproximadamente 2 h, dado entre o final de carregamento e o desligamento completo dos eletrodos. Este intervalo é importante para que ocorra o processo de decantação da liga FeSi e melhorar a homogeneização da alumina líquida.

Após o desligamento do forno, a cuba metálica continua sendo refrigerada com água por aproximadamente 12 h para então dar-se início ao processo de desforma do bloco de alumina.

Após a desforma, o bloco fundido é enviado a uma estufa a fim de aproveitar o calor latente do seu resfriamento no processo de secagem de lama abrasiva. O bloco permanece na estufa durante 24 h e em seguida, é levado até o pátio onde é refrigerado por aspersão de água por um período de 24 h. Após este período o bloco deve aguardar mais um dia antes do processo de demolição.

As Figuras de 18 a 20 mostram a documentação fotográfica da desforma do bloco após síntese, seguido do encaminhamento do material para a estufa e o resfriamento com aspersão de água.

Figura 18 - Desforma do bloco da alumina eletrofundida.

Cuba após a eletrofusão

Desmolde do bloco eletrofundido

Fonte: elaborado pelo autor

Figura 19 - Desforma do bloco da alumina eletrofundida.

Movimentação do bloco até a estufa

Entrada da estufa

Fonte: elaborado pelo autor

Figura 20 - Resfriamento do bloco da alumina eletrofundida. com aspersão de agua

Processo final de resfriamento

Aspersão de água para acelerar o resfriamento

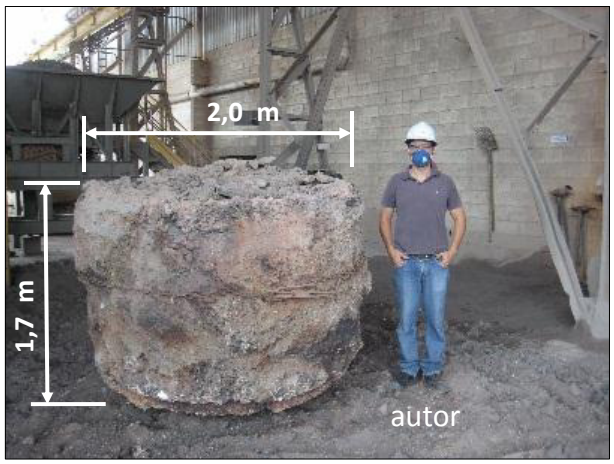
Fonte: elaborado pelo autor

5.3. Amostragem e preparação de amostra dos blocos de alumina eletrofundida marrom após síntese

A Figura 21 mostra o bloco #1 antes da demolição ao lado do autor desta dissertação.

Conforme discutido anteriormente a amostragem dos blocos #1 e #2 foi realizada por regiões e elevações diversas, conforme discutido no Capítulo 4. E para coletar as amostras, além da utilização da retroescavadeira com ponteira hidráulica, foi utilizado também um martelo manual (marreta) para quebrar os blocos em regiões específicas e pré-definidas, Figura 22.

Figura 21 - Documentação fotográfica das dimensões do bloco e regiões de amostragem indicadas.



Fonte: elaborado pelo autor

A Figura 23 mostra ilustrativamente a documentação fotográfica de uma das amostras, da ordenação e identificadas da amostragem dos blocos, com a utilização de um suporte de 30 cm de altura por 30 cm de comprimento. Sendo, subdividas em três amostras, com o objetivo de melhorar a reprodutividade dos resultados físico-químicos. Esta subdivisão foi realizada da face externa em direção ao centro do bloco eletrofundido de alumina marrom, ressaltando que não foi utilizado neste trabalho a "casca", material parcialmente fundido durante a síntese dos blocos, que fica entre o bloco propriamente fundido e a carcaça da cuba de fusão.

O procedimento de amostragem, para subsequente ensaios de determinação da dureza Knoop e análise microestrutural (MEV), estão documentados na Figura 24.

Figura 22 - Documentação fotográfica da demolição dos blocos após síntese para preparações iniciais da amostragem por regiões previamente definidas.

Fonte: elaborado pelo autor

Figura 23 - Documentação fotográfica da preparação de amostras na região leste do fundo do bloco #2 e em três subdivisões A1, A2 e A3.

Fonte: elaborado pelo autor

Figura 24 - Documentação fotográfica do processo de cominuição e coleta de amostras para ensaios de caracterização microestrutural via MEV/EDS e dureza Knoop.

Fonte: elaborado pelo autor

As amostras destinadas as análises químicas e fases mineralógicas foram trituradas manualmente com o auxílio da marreta até tamanho suficiente para serem pulverizados em moinho de anel a fim de facilitar a etapa de pulverização, Figura 25. E por fim, o procedimento de pulverização foi realizado no laboratório da empresa Saint Gobain, Figura 26.

Figura 25 - Documentação fotográfica da trituração e amostragem para a análise química (FRX) e análise de fases mineralógicas (DRX).

Fonte: elaborado pelo autor

Figura 26 - Documentação fotográfica do procedimento de preparação de amostras, por pulverização em moinho de anel.

Fonte: elaborado pelo autor

5.4. Caracterização físico-química dos blocos de alumina eletrofundida

5.4.1 Análise química por fluorescência de raios X (FRX)

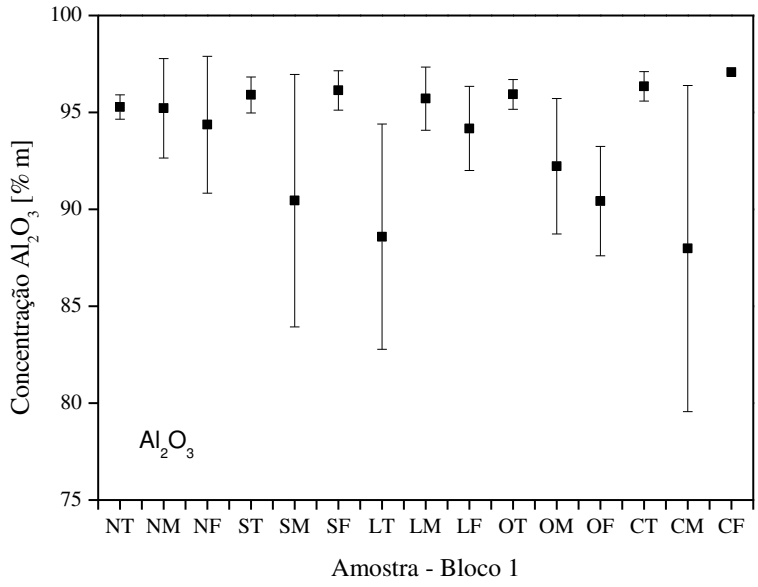
Todos os teores dos compostos presentes nas amostras analisadas estão dispostos nas tabelas de 21 a 26 no Apêndice 1 desta dissertação.

As principais impurezas presentes nas amostras de alumina eletrofundida marrom, foram: Fe_2O_3, SiO_2, CaO, K_2O, TiO_2 e ZrO_2, variando de concentração em função da posição e elevação da amostra. Estas impurezas são oriundas das matérias-primas (bauxita, ilmenita, limalha de ferro e coque de petróleo).

A média geral e desvio padrão do percentual de Al_2O_3, em todas as regiões amostradas do bloco #1 é mostrado na Figura 27. Pode-se observar uma menor variação da média na região norte relativa ao topo, meio e fundo bloco (NT, NM, NF), em comparação com as

outras regiões que sofreram quedas maiores de concentração de alumina em relação a posição analisada do bloco e com altos valores de desvios padrões, como exemplo, o resultado da média das amostras da região centro referente ao meio do bloco #1 (CM).

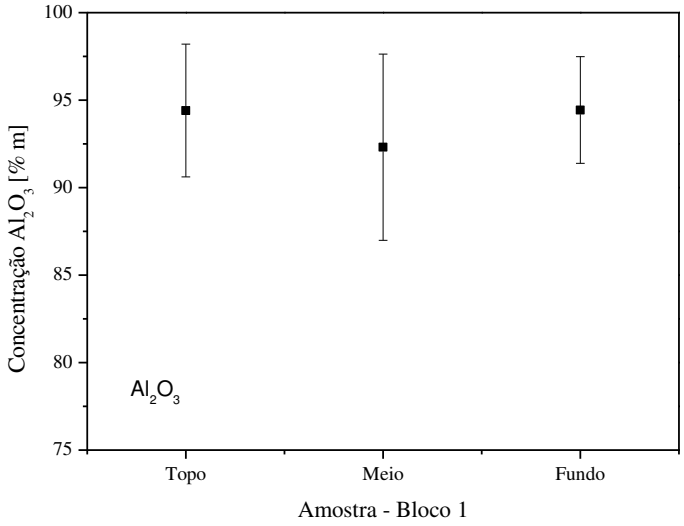
Figura 27 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, em todas as regiões amostradas do bloco #1.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Com os resultados das médias e dispersões máximas e mínimas, das 45 amostras referentes ao topo, meio e fundo do bloco #1 mostrados na Figura 28, pode-se observar que as menores concentrações de alumina resultam na elevação meio do bloco. Entretanto, a dispersão da média das 30 amostras correspondentes ao topo e fundo, estão próximas do campo de desvio padrão da média da região pertencente ao meio do bloco. Ou seja, não se pode afirmar que está é uma condição única de comportamento desses resultados.

Figura 28 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, nas regiões referentes ao topo, meio e fundo do bloco #1.



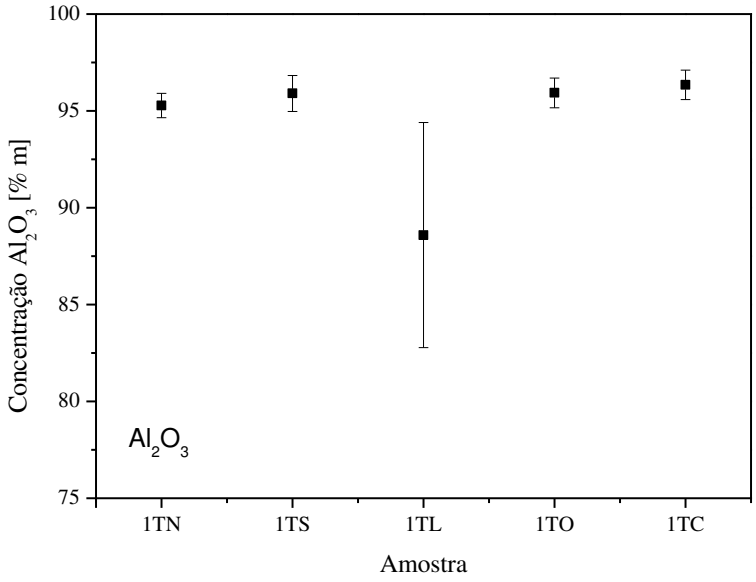
Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 29 apresenta os resultados das médias e desvios padrão do percentual de Al_2O_3, em todas as regiões analisadas por fluorescência de raios X, referente ao topo do bloco #1. Pode ser observado que na região leste do topo (1TL) um menor percentual de Al_2O_3 e alto desvio padrão em comparação com as regiões norte, sul, oeste e centro, esta dispersão se observou na amostra 1TL-A3, vide Apêndice, onde a concentração de alumina foi de 82,10 %. Este baixo teor de alumina pode estar associado a presença da fase FeSi, devido aos percentuais altos de óxido de ferro e sílica obtidos na análise química deste material, visto que neste estudo de caracterização dos blocos de alumina eletrofundida marrom, não foi realizada separação magnética nas amostras.

As Figuras 30 e 31 foram geradas a partir dos resultados de análise composicional referente aos teores de óxido de alumínio na elevações centro e fundo, respectivamente. Pode ser observado uma dispersão maior nas médias percentuais em massa da alumina relacionado ao meio do bloco em comparação com a região do topo. Essa diferença foi observada principalmente, nos resultados evidenciados pelas amostras 1MS-A2, 1MC-A2 e A3, sendo novamente constatado altos teores de Fe_2O_3 e SiO_2.

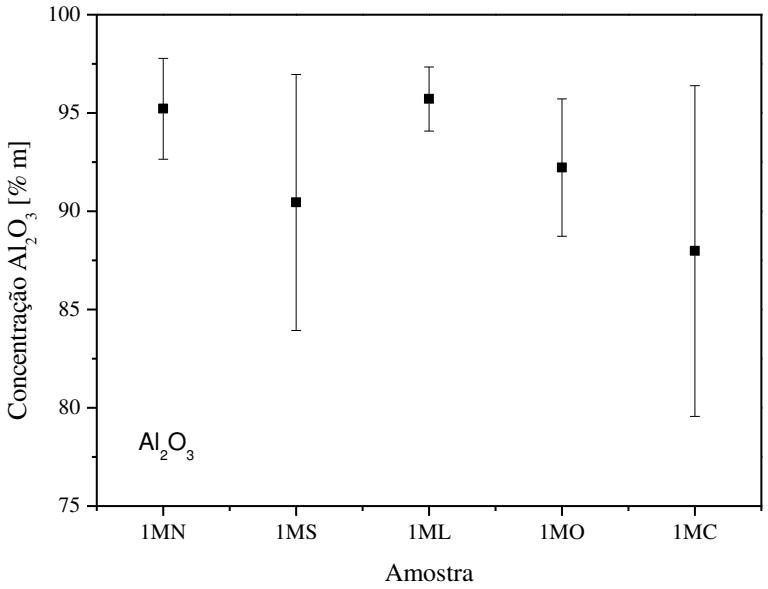
Agora, observado na Figura 31, o valor médios dos teores de alumina nas amostras localizadas do fundo do bloco fundido foram semelhantes a elevação do meio, Entretanto, a precisão dos valores medidos em relação a dispersão foram maiores e sobretudo nas amostras investigadas na região centro do fundo do bloco #1.

Figura 29 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, no topo do bloco #1.



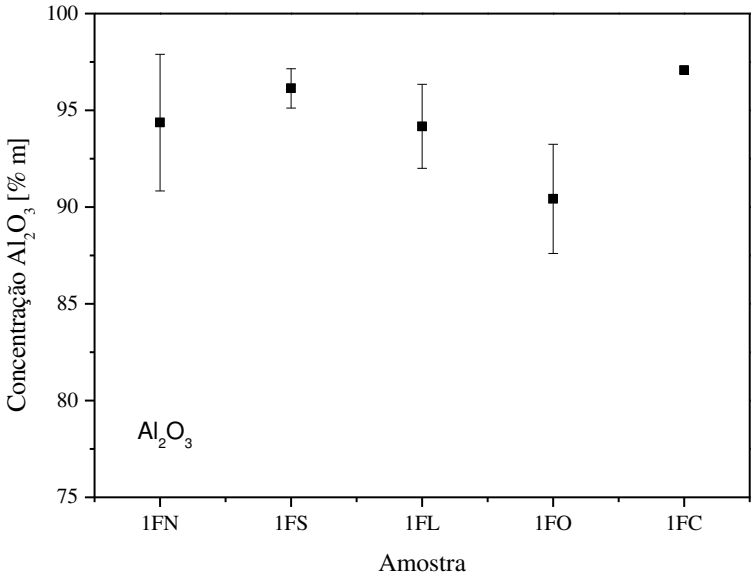
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 30 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, no meio do bloco #1.



Fonte: Elaborada pelo autor.

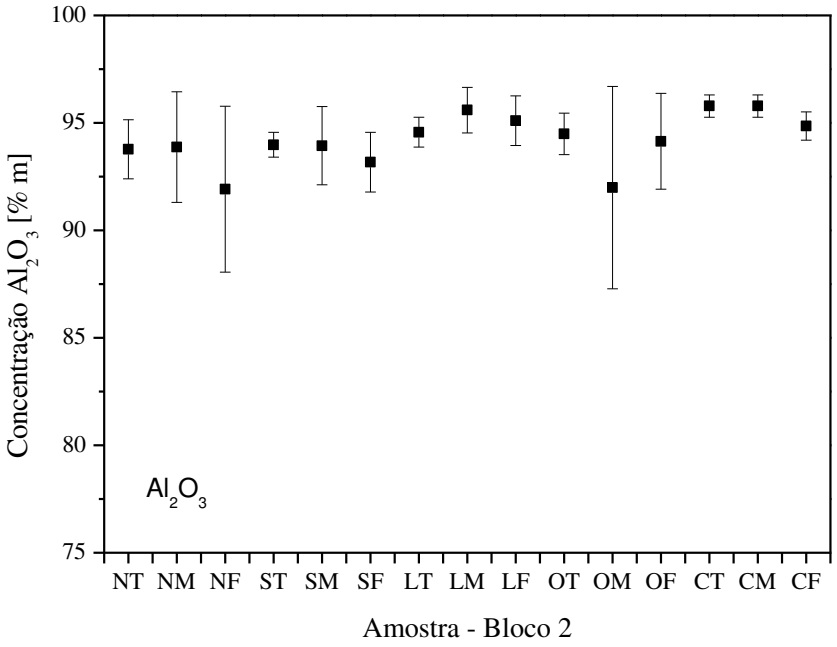
Figura 31 - Média e desvio padrão do teor [% m] de Al_2O_3, no fundo do bloco #1.



Fonte: Elaborada pelo autor.

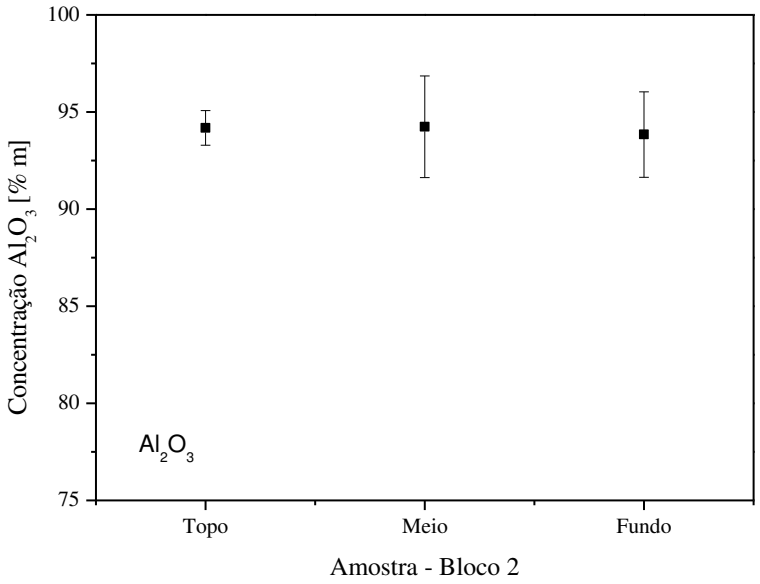
Do mesmo modo que o bloco #1, os dados de análise química do bloco #2 estão apresentados em tabelas no Apêndice, a média geral e desvio padrão em porcentagem dos teores Al_2O_3 são mostrados nas Figura 32 e 33 referente as 45 amostras analisadas das diversas regiões do bloco #2. Com base nos resultados apresentados, pode-se observar em comparação com o bloco #1, uma menor dispersão nos resultados medidos em relação à média, devido aos menores valores de desvios padrões. Destacando para as regiões leste e centro, os maiores valores de teor médio de alumina (LT, LM, LF e CT, CM e CF). Atrelado a isso pode ser observado na Figura 33, a dispersão de desvio padrão para a região do topo foi a menor entre as regiões estudadas, todavia, as concentrações médias foram significativamente semelhantes.

Figura 32 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 por regiões amostradas no bloco #2.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 33 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 por elevações no bloco #2 (topo, meio e fundo)



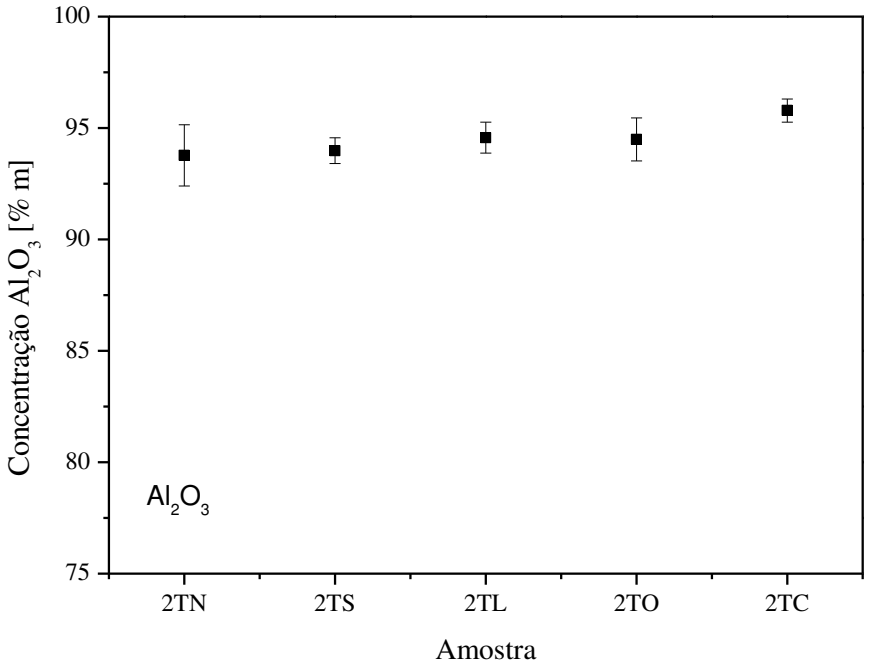
Fonte: Elaborada pelo autor.

Pode ser evidenciado na Figura 33 que os valores de dispersão analisados nas regiões do topo foram menores, e posteriormente somado a isso, houve baixos valores de desvios padrão, Figura 34, além de uma baixa dispersão nas concentrações percentuais de alumina e consequentemente nos teores de óxido de ferro e sílica. Outra observação para este gráfico em comparação com a Figura 29 do bloco #1 é a similaridade nos resultados de desvio padrão e as médias percentuais de Al_2O_3, com ressalva apenas para as concentrações obtidas nas regiões leste.

No entanto, foi observado um pequena diferença nos resultados, em relação à média e desvio padrão nas amostras referentes ao meio do bloco #2, Figuras 34 a 36, quando comparada com a Figura 30 já discutida anteriormente.

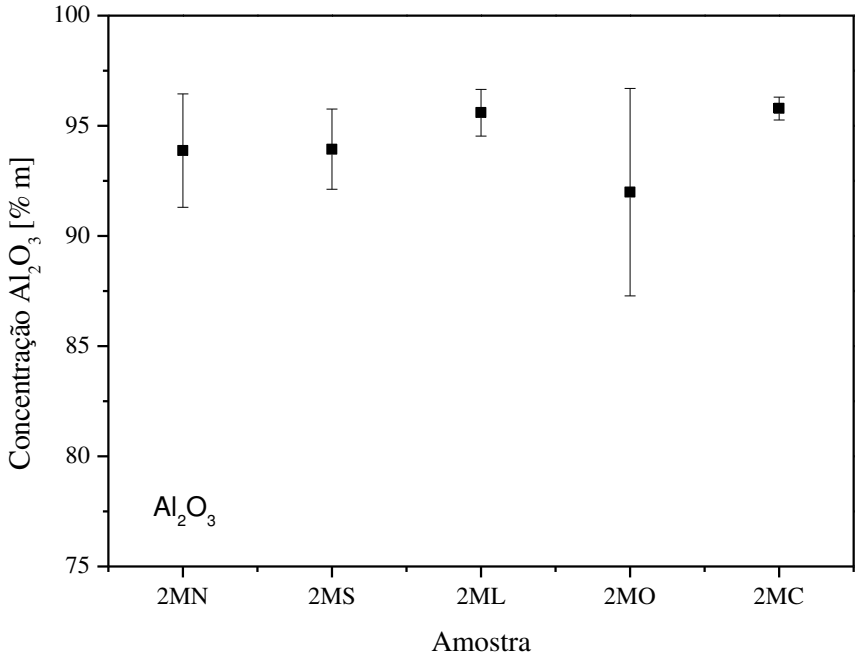
Por fim, tem-se da Figura 36 uma dispersão razoável em relação aos percentuais médios de alumina decorridos das análises realizadas nas regiões do fundo do bloco. Sendo, a região norte do fundo do bloco #2 a com maior desvio padrão.

Figura 34 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 na elevação topo no bloco #2.



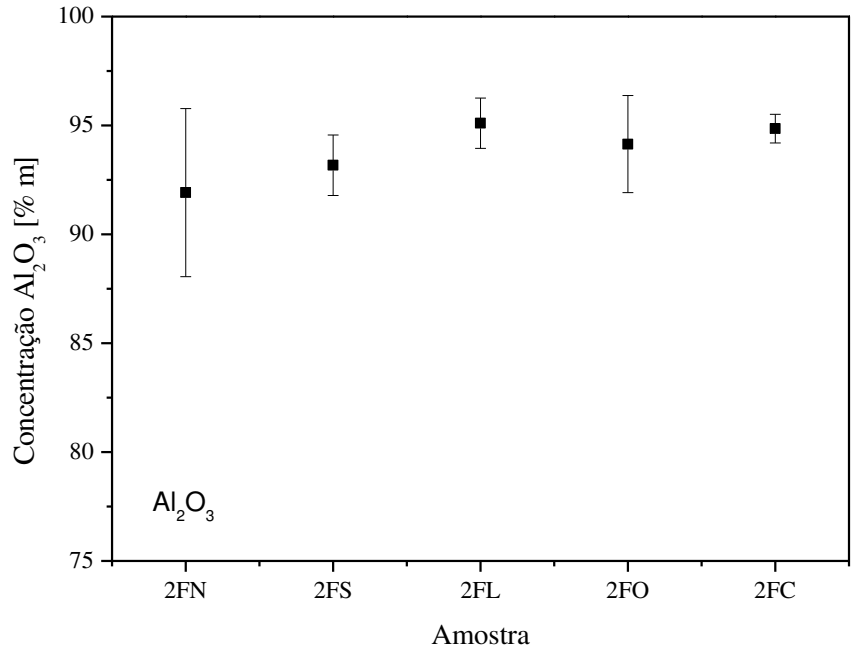
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 35 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 na elevação meio no bloco #2.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 36 - Dispersão dos teores [% m] de Al_2O_3 na elevação fundo no bloco #2.



Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4.2. Análise de fases mineralógicas por difratometria de raios X (DRX)

Os resultados dos 90 difratogramas das amostras do topo, meio e fundo dos Blocos #1 e #2 estão mostrados no Apêndice 2.

E devido a esta alta quantidade de difratogramas, utilizou-se da técnica de análise multivariada, ou também conhecida como análise de cluster ou "*Cluster analysis*", mostradas nas Figuras de 78 a 95 do Apêndice 2.

Essa técnica de agrupamento consiste numa sequência de regras (algoritmo) para agrupar objetos semelhantes ou variáveis, ou seja, agrupar características similares de indivíduos dentro de um grupo ou dissimilares entre grupos (BARBOSA et all, 2005). Esse processo produz um dendrograma de grupos semelhantes e não agrupados ou grupos assimilares. Para realização desta análise, foi utilizado o software High Score Plus da Panalytical.

Para estudo desta dispersão e obtenção dos dendogramas, foi definido grupos de difratogramas para as regiões norte, sul, leste, oeste e centro relativos e ao topo, meio e fundo dos blocos #1 e #2. Essas análises de clusters apresentadas por dendogramas, são mostrados no Apêndice 2. Posteriormente a isso, se utilizou desta análise para gerar os gráficos de difratogramas mais representativos dos grupos ou o de maior média entre seus vizinhos e os menos representativos ou mais extremo em relação à similaridade dentro do grupo, para essa identificação o software usa respectivamente os símbolos (***) e (+). Os difratogramas sem símbolos são os não agrupados. As Figuras de 37 a 52 apresentam esses resultados, oriundos das Figuras de 96 a 140 do Apêndice 2.

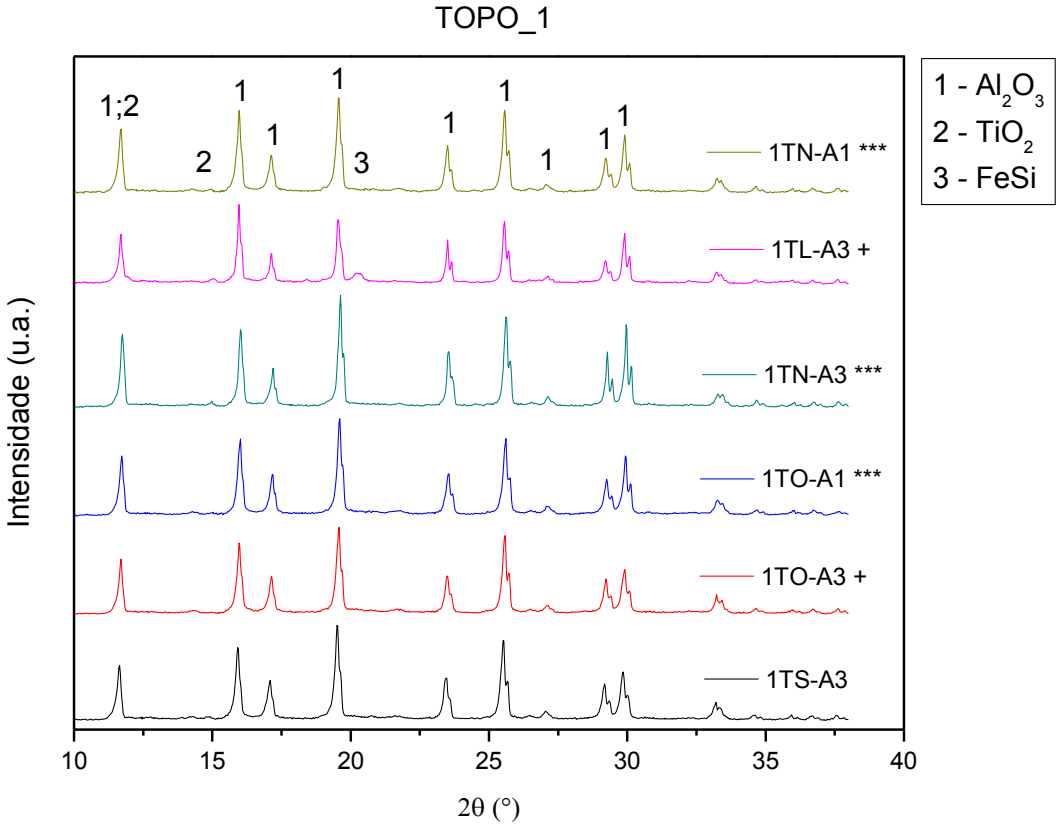
Nos resultados de cluster foi observado a dissimilaridade entre os grupos devido principalmente a condição da intensidade dos picos ou das fases e a posição dos espectros dos difratogramas. Se tratando das regiões referente ao topo, meio e fundo do bloco #1, Figura 37 a 39, Como já esperado decorrente da análise química, a fase majoritária presente foi a da alumina. Seguido, das fases de óxido de titânio e da liga ferro-silício em estequiometrias diferentes como FeSi, Fe_3Si e Fe_5Si_3. Estas diferentes fases de ferro silício foram observadas nas amostras 1TL-A3, 1MO-A1, 1MC-A2, 1FN-A1e 1FO-A2 e identificadas nas figuras 104, 120, 124, 126, e 136 do Apêndice 2. A formação dessas fases depende de vários fatores principalmente a proximidade dos metais ferro e silício durante o processo de fusão, este fato denota uma falta de homogeneidade na mistura.

Pinho (2009), em seus estudos sobre materiais magnéticos e suas aplicações, descreve que o aumento da adição de silício ao ferro aumenta a resistividade e um aumento da permeabilidade magnética, provocando assim a diminuição das perdas por histerese e a

temperatura de currie, ou seja, quanto maior o teor de silício na liga FeSi, menores são os valores de campo magnético. Em vista disso, a fase estequiometrica desejável na fusão da alumina eletrofundida e a Fe_3Si, pois para se ter um produto final com alta concentração de alumina é preciso retirar esta liga formada durante a classificação por britadores, moedores e peneiramento, pelos separadores magnéticos.

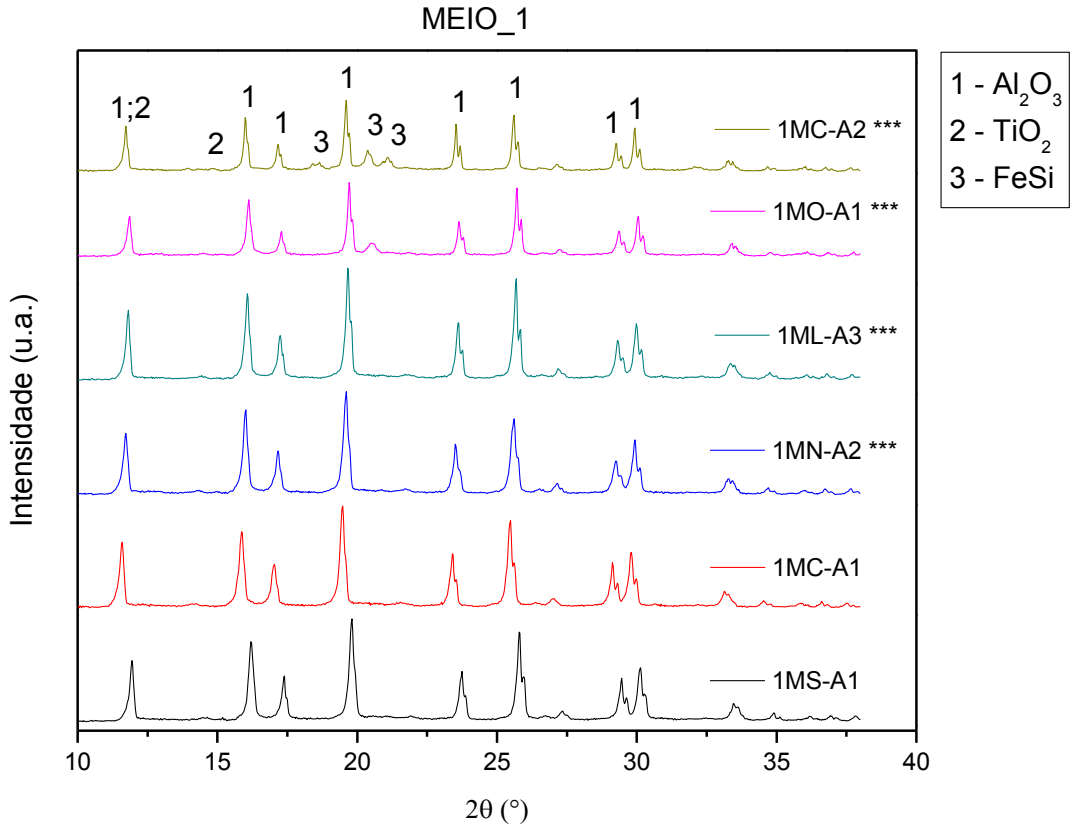
Outro fato observado nos difratogramas não agrupados é que ocorre uma discrepância relativa ao deslocamento de todo o difratograma para a esquerda. Estes deslocamentos completos dos difratogramas não agrupados se deve principalmente pela interferência dos fatores instrumentais (GOBBO, 2009).

Figura 37 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao topo do bloco #1, determinados pela análise de cluster.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 38 - Difratogramas das regiões referente ao meio do bloco #1, determinados pela análise de cluster.

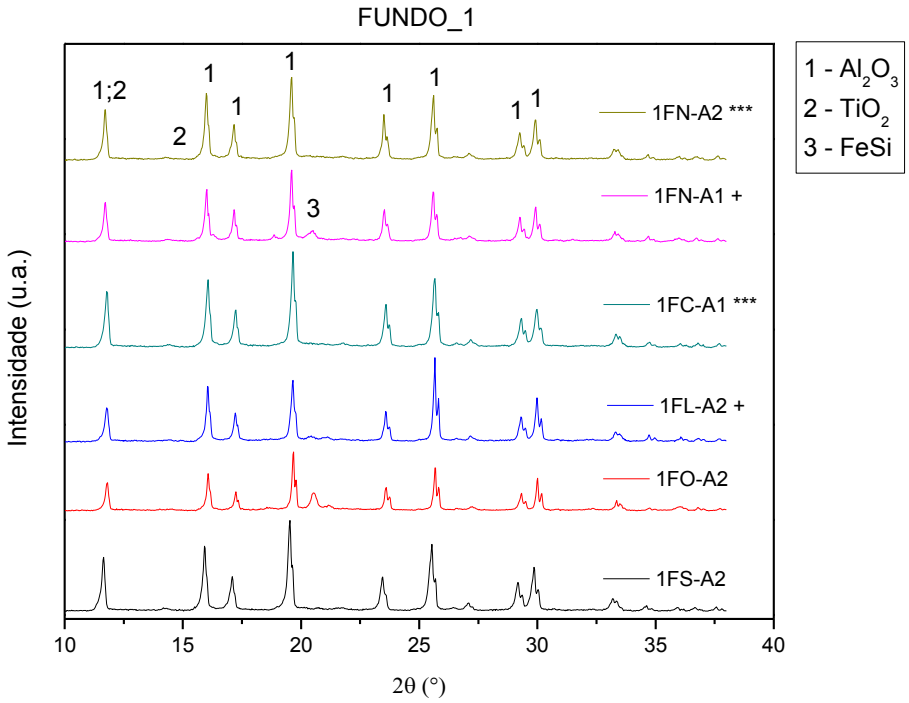


Fonte: Elaborada pelo autor.

Do mesmo modo, como realizado na análise química, foi estudado a dispersão das propriedades de fases mineralógicas por regiões norte, sul, leste, oeste e centro relativos nas elevações: topo, meio e fundo do bloco #1 e #2.

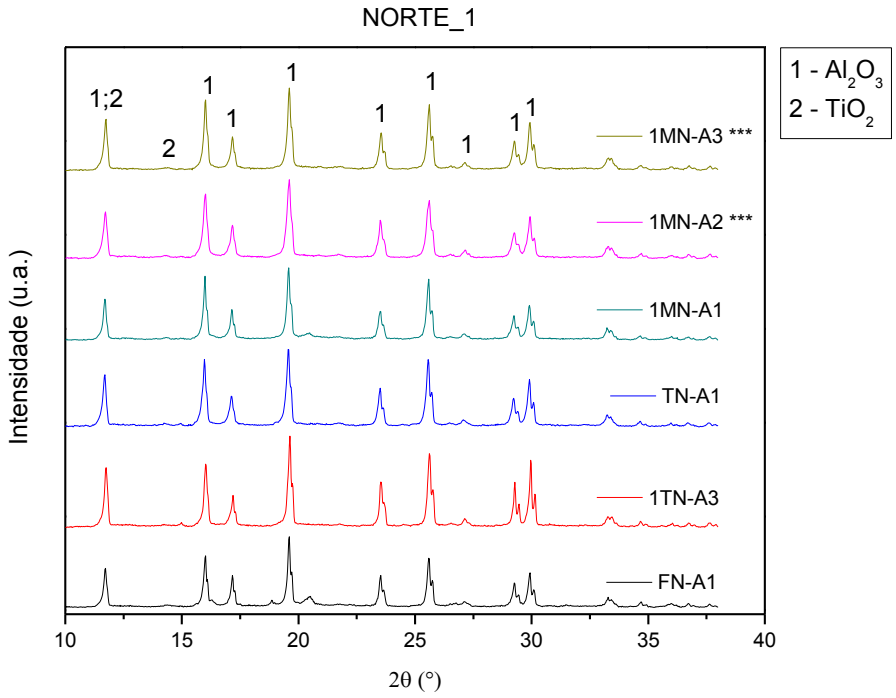
Com essas análises se pode observar um comportamento semelhante em relação a identificação mineralógica das Figuras 37 a 39. No entanto, nos difratogramas das amostras 1TN-A1, 1TN-A3, 1TL-A3, 1TC-A3, 1ML-A2, 1MO-A1 e 1MO-A2, de suas respectivas Figura 96, 98, 104, 110, 118, 120 e 121, se observou em baixa concentrações a fase Ca_2SiO_4. Todavia, não se pode afirmar a existência somente desta fase, pois, existe a possibilidade da ocorrência de outras fases minoritárias de silicatos ou aluminatos decorrentes das impurezas vistas na composição da alumina eletrofundida marrom.

Figura 39 - Difratogramas das regiões referente ao fundo do bloco #1, determinados pela análise de cluster.



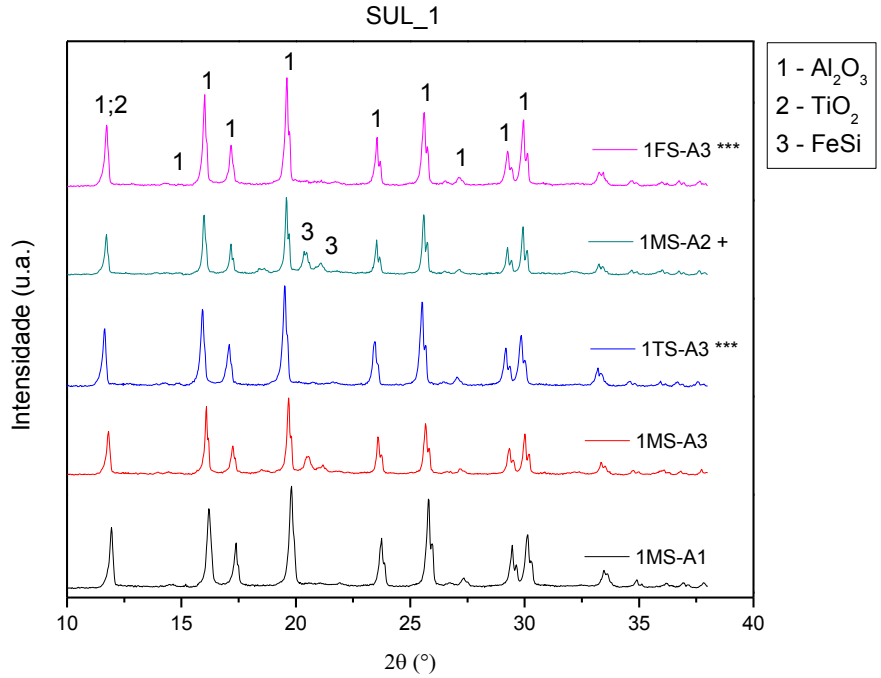
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 40 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões norte do bloco #1, determinados pela análise de cluster.



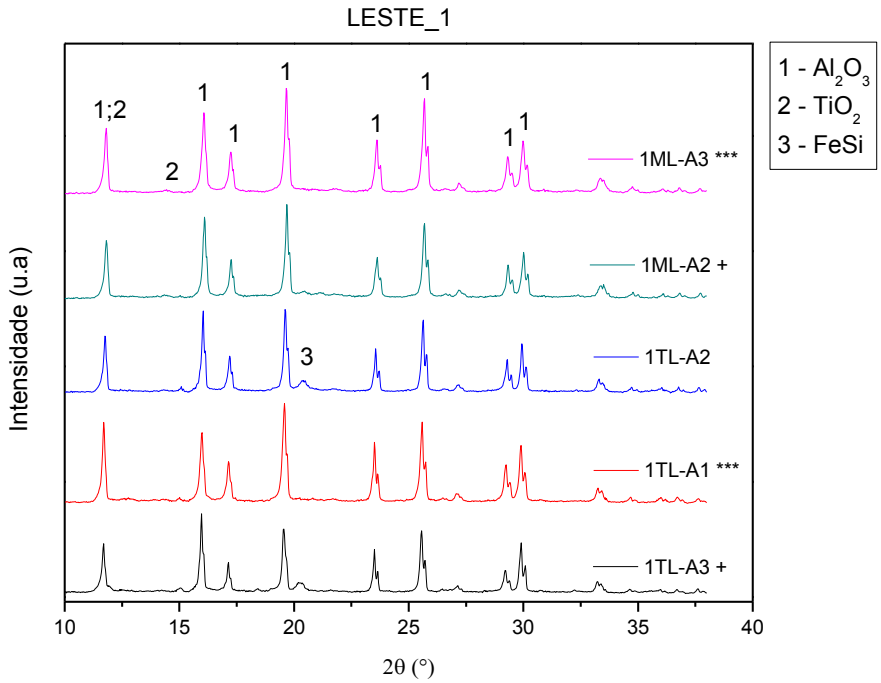
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 41 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões sul do bloco #1, determinados pela análise de cluster.



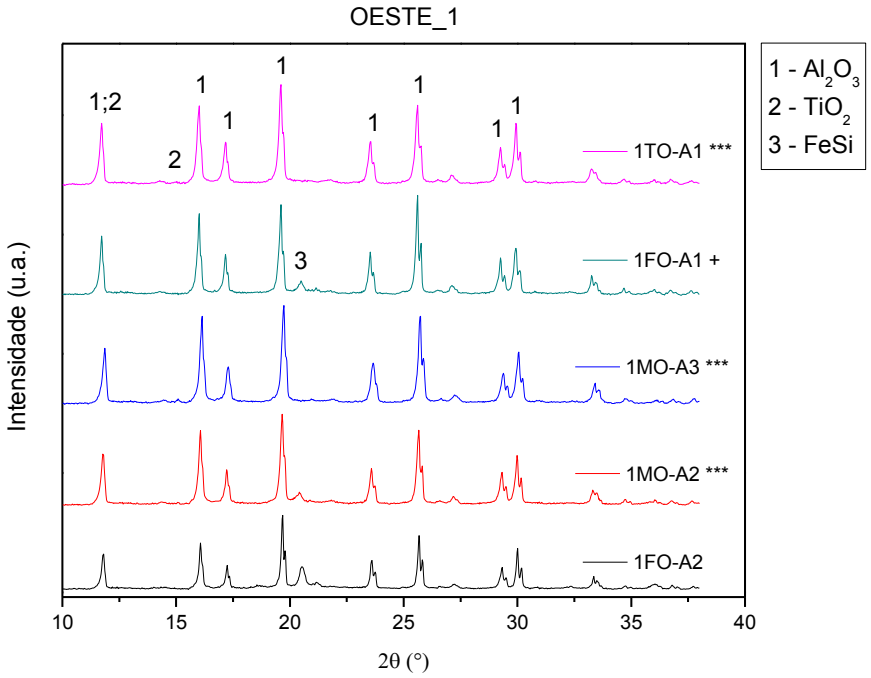
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 42 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões leste do bloco #1, determinados pela análise de cluster.



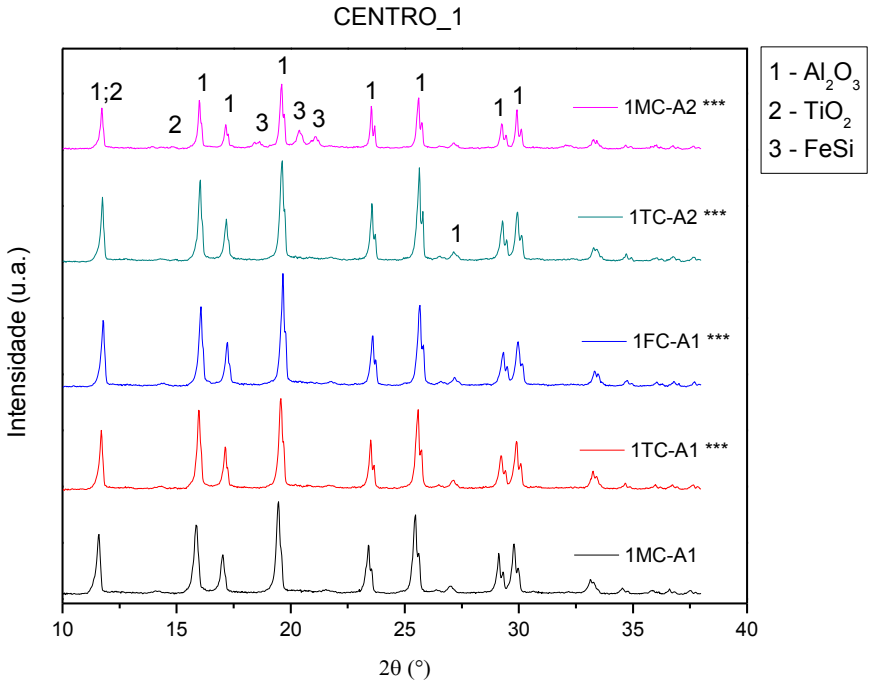
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 43 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões oeste do bloco #1, determinados pela análise de cluster.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 44 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao centro do bloco #1, determinados pela análise de cluster.

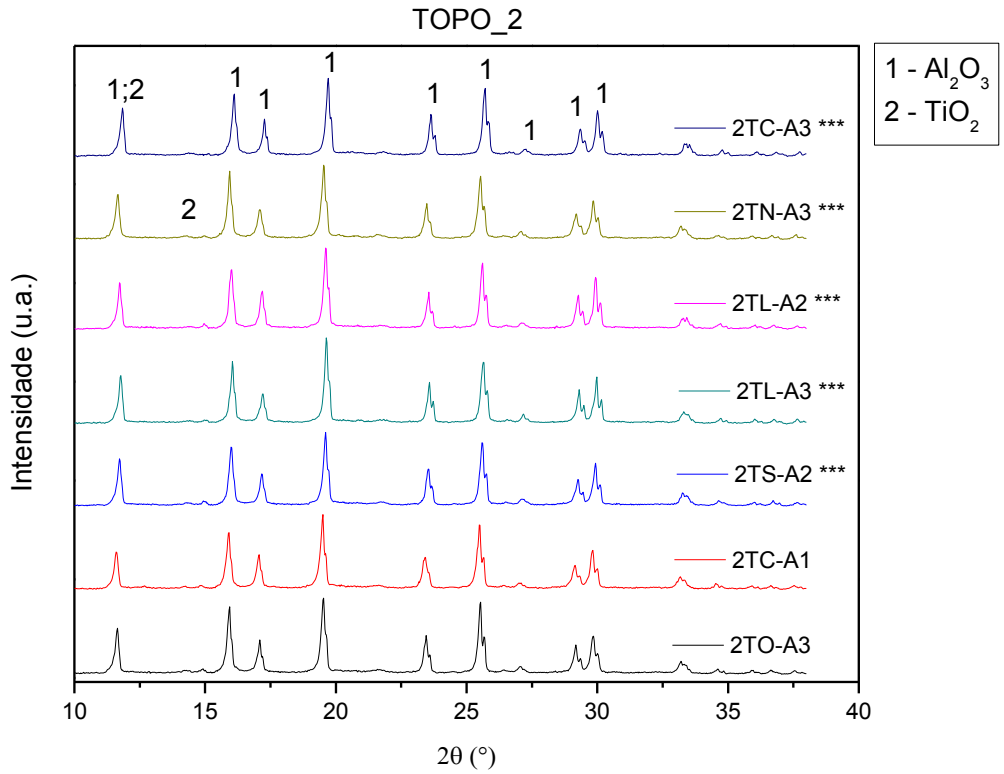


Fonte: Elaborada pelo autor.

Seguindo os mesmos procedimentos do bloco #1, As Figuras 45 a 52 apresentam os difratogramas de raios X provindos das análises de cluster apresentadas no Apêndice 2 para o bloco #2.

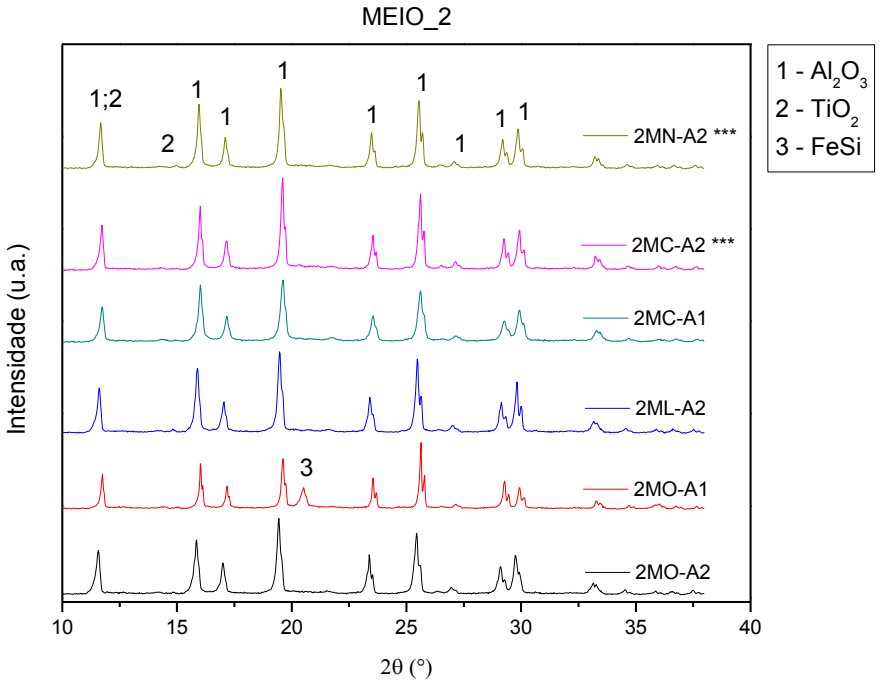
Pode ser observado à similaridade na identificação das fases predominantes, nas diversas regiões e elevações do bloco #2, em comparação as do bloco #1. Entretanto, vale ressaltar que as fases observadas da liga ferro-silicio nas amostras 2MO-A1, 2FO-A2 e 2FN-A1, Figuras 46 a 48, numa estequiometria diferente da vista no bloco #1, sendo, $Fe_{11}Si_5$. Esta fase possui uma relação ferro silício menor em correlação com a Fe_3Si, aumentando a probabilidade de maiores concentrações da liga FeSi não magnética. Em contrapartida, os resultados de análise química do bloco #2, mostraram teores mais baixos do óxido de ferro III e do óxido de silício, resultando, menores ocorrências desta fase nos difratogramas investigados.

Figura 45 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao topo do bloco #2, determinados pela análise de cluster.



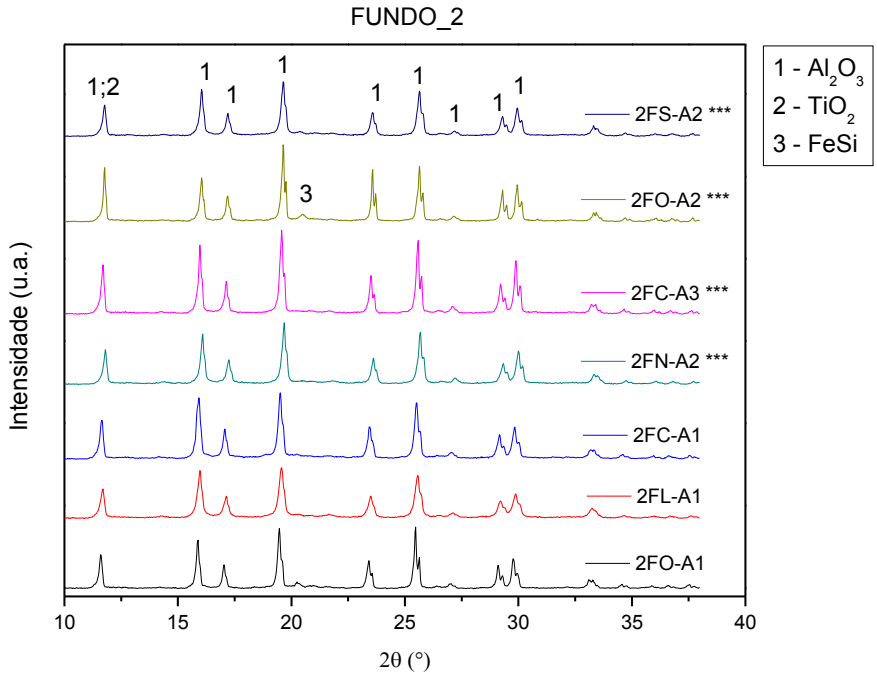
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 46 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao meio do bloco #2, determinados pela análise de cluster.



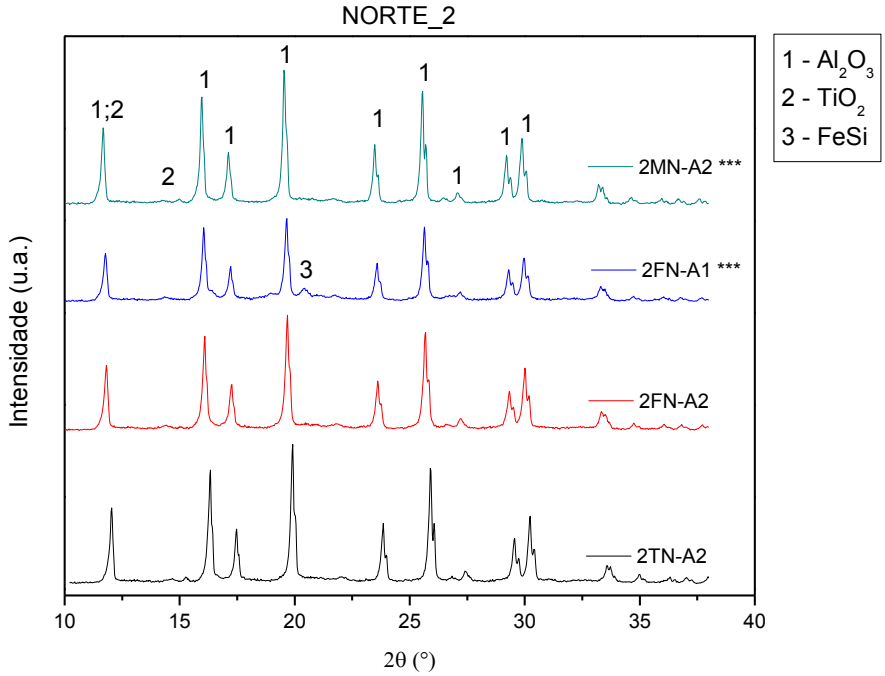
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 47 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao fundo do bloco #2, determinados pela análise de cluster



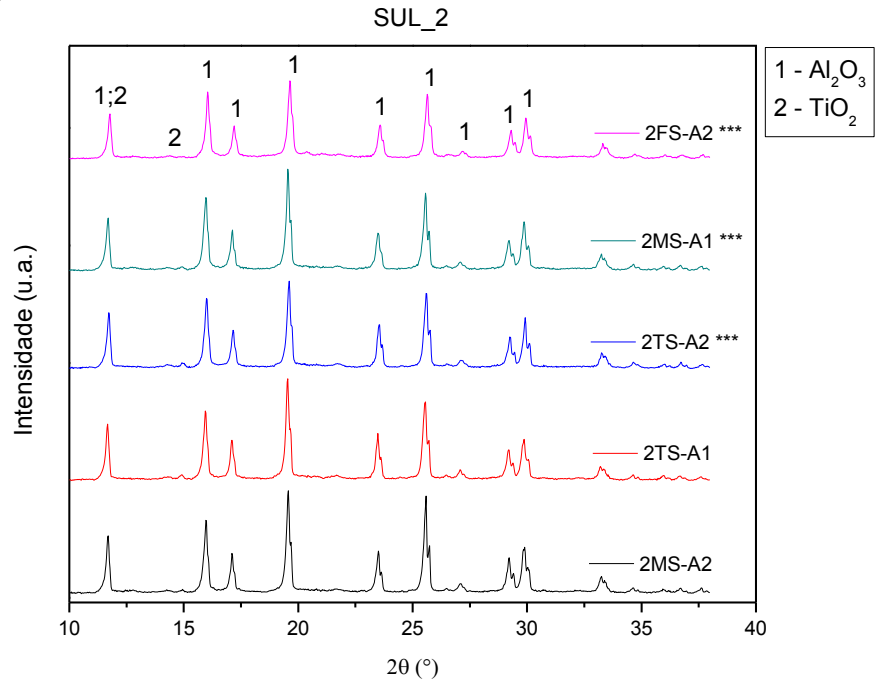
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 48 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões norte do bloco #2, determinados pela análise de cluster.



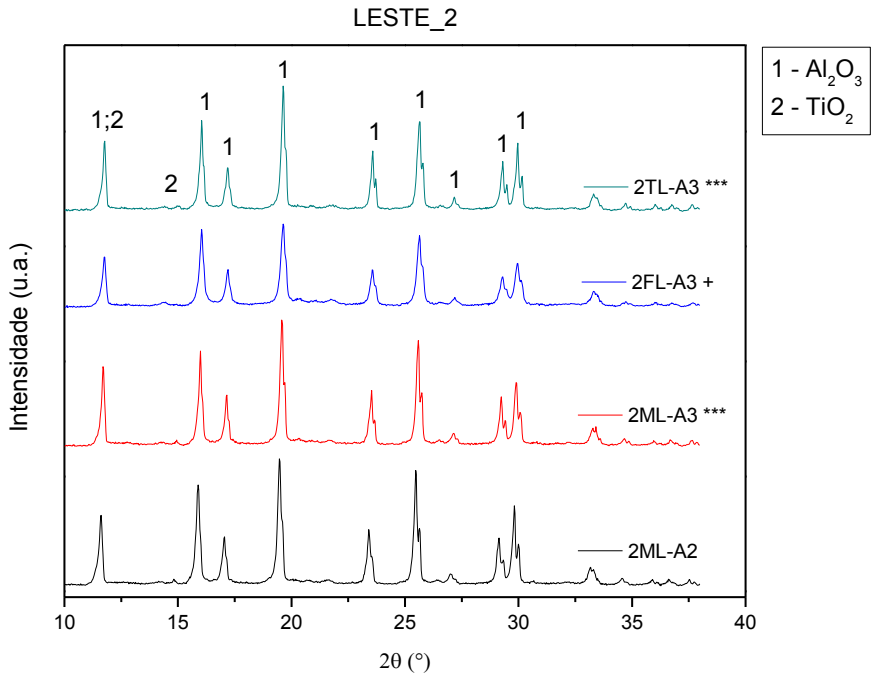
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 49 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões sul do bloco #2, determinados pela análise de cluster.



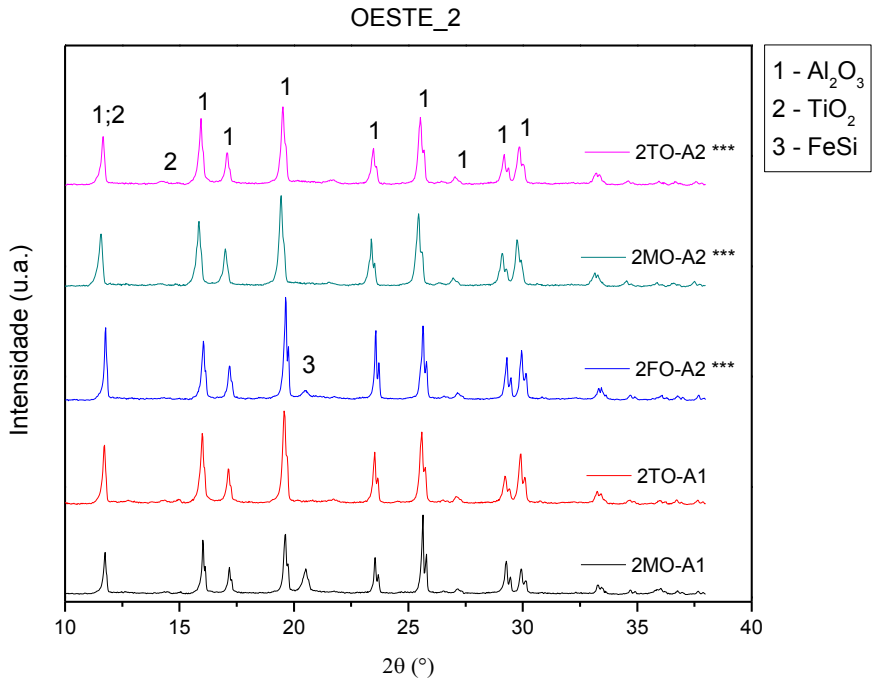
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 50 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões leste do bloco #2, determinados pela análise de cluster.



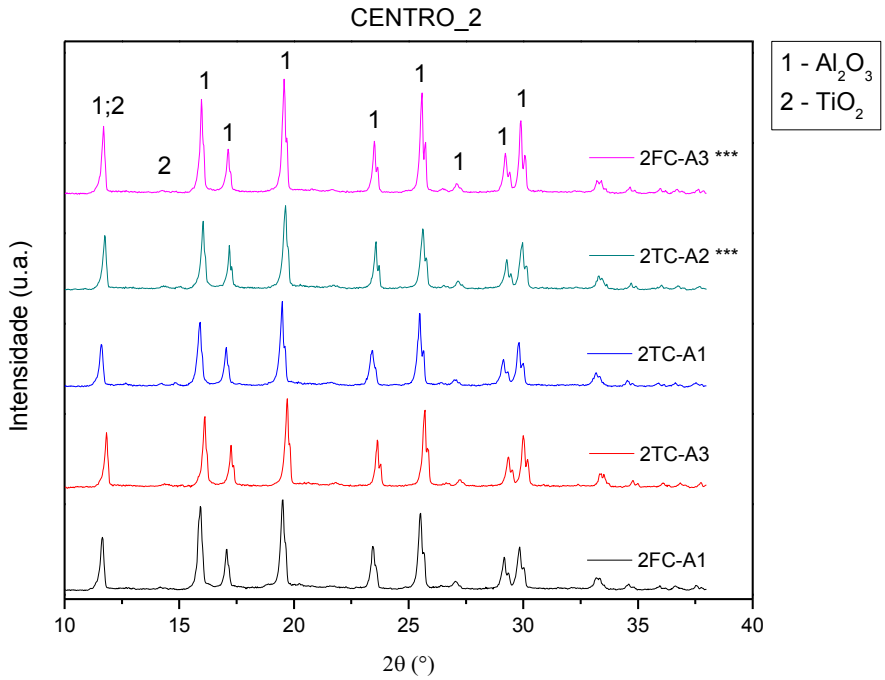
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 51 - Difratogramas de raios X das amostras referente as regiões oeste do bloco #2, determinados pela análise de cluster.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 52 - Difratogramas de raios X das regiões referente ao centro do bloco #2, determinados pela análise de cluster.



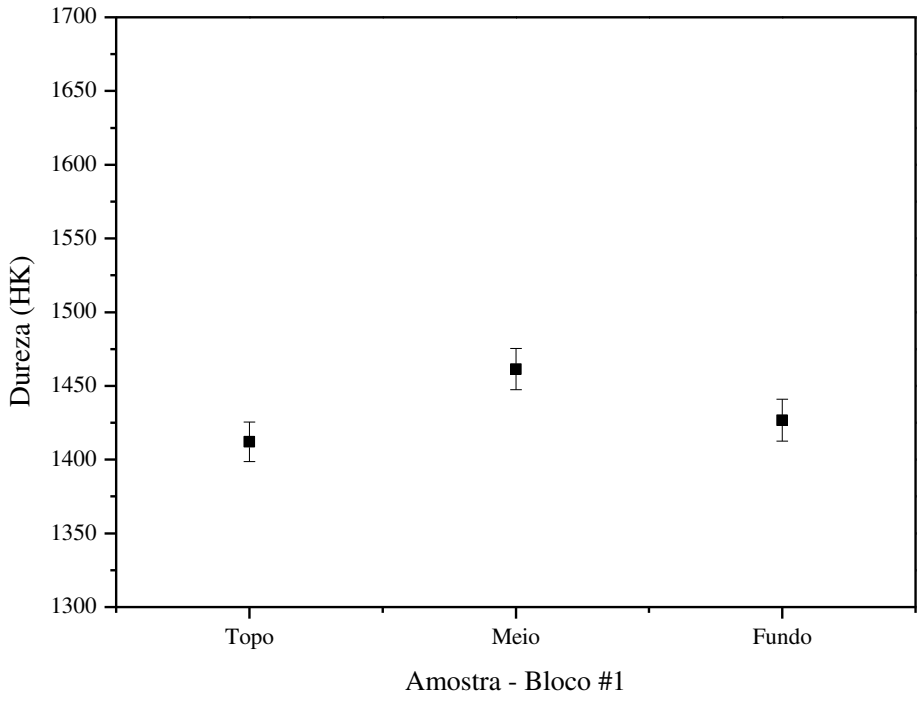
Fonte: Elaborada pelo autor.

5.4.3. Ensaio de dureza Knoop

Os resultados obtidos no ensaio de dureza Knoop, foram transcritos em gráficos da média e desvio padrão, com o intuito de estudar a dispersão da dureza do material por regiões já descritas anteriormente. A chamada microdureza Knoop é uma técnica usada para medição de dureza em áreas pequenas, devido ao tipo de penetrador por possuir forma de uma pirâmide alongada (losango), produzindo uma impressão na ordem de 7:1 em relação a diagonal maior e a diagonal menor. Tal fato, permite precisões de medidas de dureza muito maiores e em distâncias mais curtas quando comparada com a dureza Vickes (SOUZA, 1982)

Na Figura 53, se pode observar nos resultados de desvios padrão, valores semelhantes entre eles de aproximadamente de 14 HK, relativos ao fundo, meio e topo do bloco #1. Contudo, o maior valor de dureza Knoop médio ocorreu nas amostras das regiões do meio do bloco (1.461 HK), sendo o menor no topo (1.412 HK) e o intermediário no fundo (1.428 HK). Através desses resultados se pode evidenciar que não existe dispersão significativa entre as regiões do topo e fundo do bloco #1 em termos de dureza Knoop.

Figura 53 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das regiões relativas ao fundo, meio e topo do bloco #1.

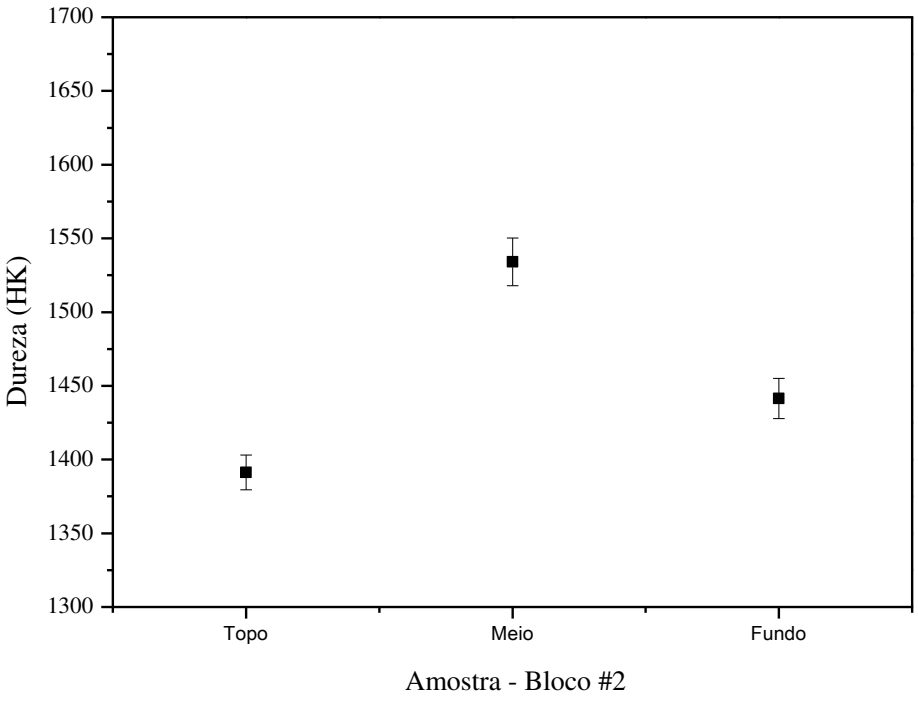


Fonte: Elaborada pelo autor.

Da mesma forma que no ensaio de dureza do bloco #1, os valores de dureza medidos para o bloco #2 também foram realizados nas regiões relacionadas ao fundo, meio e topo do bloco, Figura 54. Pode ser observado que o maior valor de dureza média Knoop, nas regiões relativas ao meio do bloco (1.534 HK), sendo, o menor no topo (1.391 HK) e o intermediário no fundo (1.441 HK), e com desvios padrão, respectivamente de 16, 12 e 14 HK. Tendo em vista esses resultados, se pode observar que as regiões no topo tanto para o bloco #1, quanto ao bloco #2, possuem menores durezas, em comparação as regiões do fundo e meio.

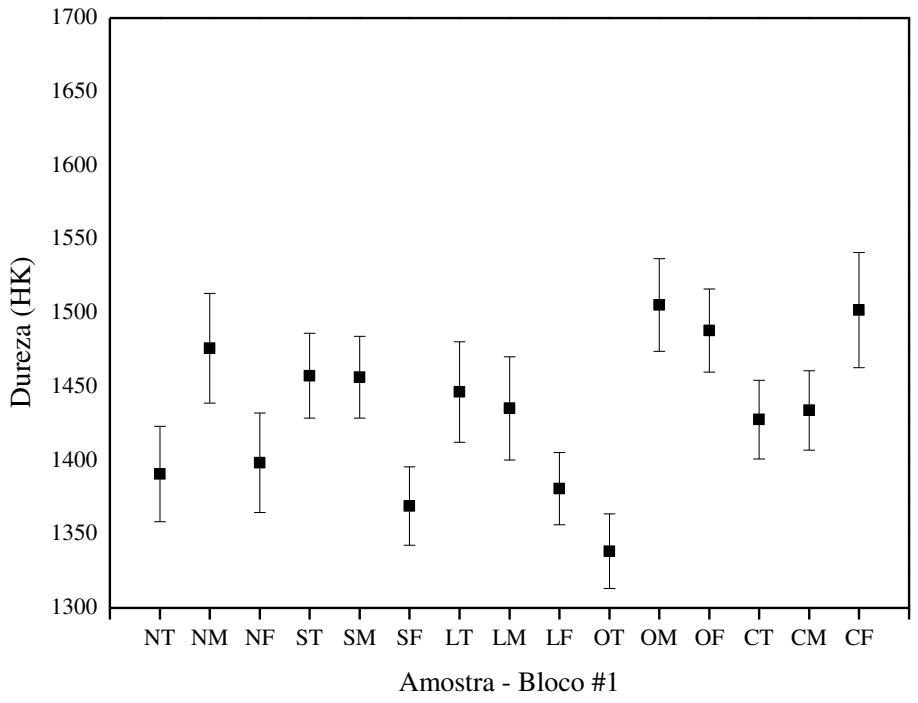
Na sequência as Figuras 55 e 56 apresentam os resultados da média de microdureza Knoop geral para todas as regiões do bloco #1 e #2. Com os resultados desses gráficos, foi observado a presença de uma dispersão generalizada em todas as regiões amostradas. Entretanto, não se pode afirmar algum tipo de tendência desses valores.

Figura 54 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop, das regiões relativas ao fundo, meio e topo do bloco #2.



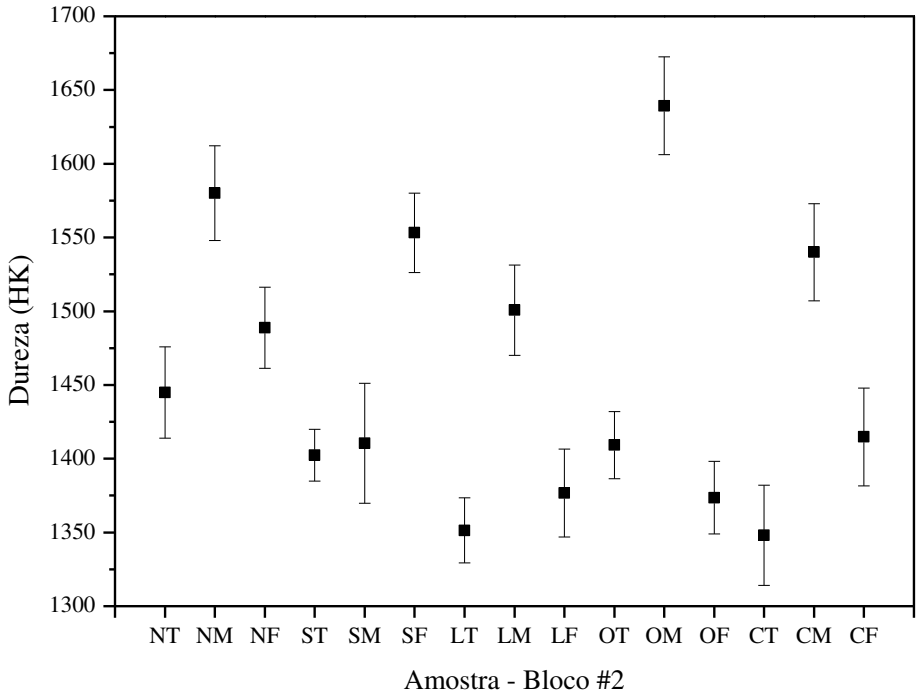
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 55 - Comparação geral da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop, entre todas as regiões pertencentes ao bloco #1.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 56 - Comparação geral da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop, entre todas as regiões pertencentes ao bloco #2.



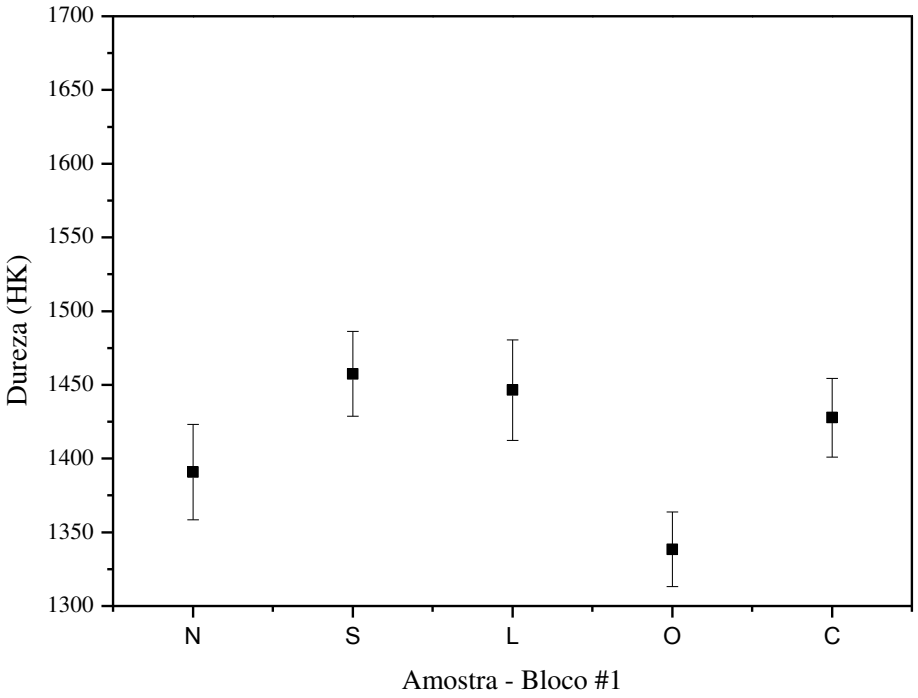
Fonte: Elaborada pelo autor.

Pode ser observado nas Figuras de 57 a 62, os resultados de dureza Knoop com o objetivo de estudar a dispersão dos resultados de dureza em comparação da média e desvio padrão nas regiões centro, norte, sul, leste e oeste, relacionados ao topo, meio e fundo dos blocos #1 e #2.

Como já observado anteriormente, os resultados das durezas médias nas regiões referentes ao meio dos blocos foram maiores, portanto, se pode observar que a maioria dos valores de microdureza por regiões estão aproximadamente acima de 1.425 HK em média, conforme apresentado nas Figuras 58 e 61. Além disso, pode ser observado certa homogeneidade nos valores de dureza na maioria das regiões estudadas do topo, meio e fundo do bloco #1, Figuras 58 a 60. Ressaltando a região oeste que apresentou resultados médios mais heterogêneos em relação as outras regiões ensaiadas.

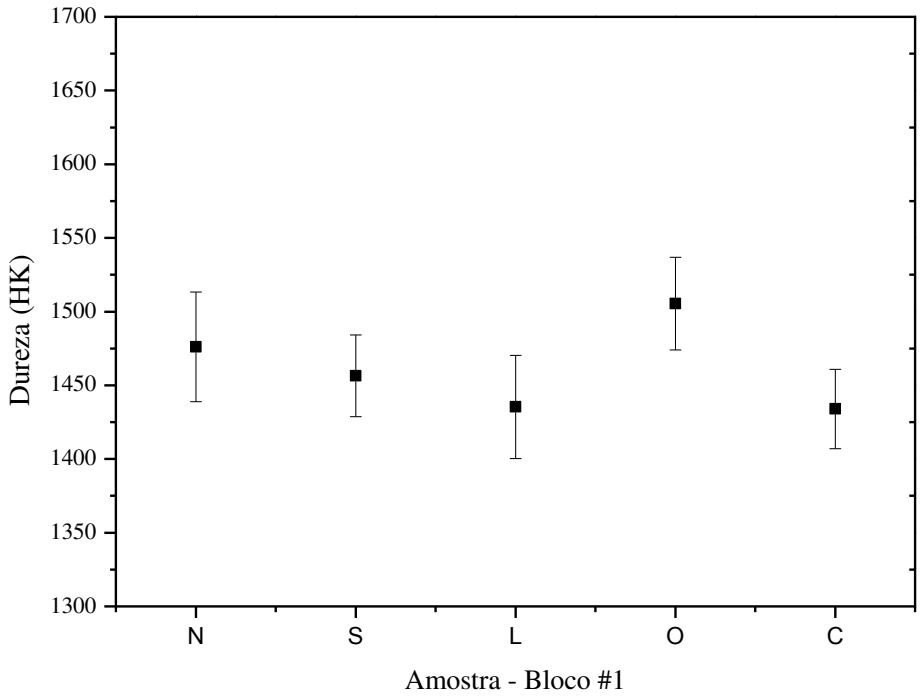
Já nas Figuras de 60 a 62, pode ser evidenciado que o comportamento da microdureza Knoop são semelhantes ao do bloco #1. Contudo, há alguns valores de dureza altos em algumas regiões como por exemplo, a região sul relativa ao meio e fundo do bloco, Figuras 61 e 62. Essas diferenças, podem ter uma relação com a forma de resfriamento dos blocos.

Figura 57 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação topo do bloco #1.



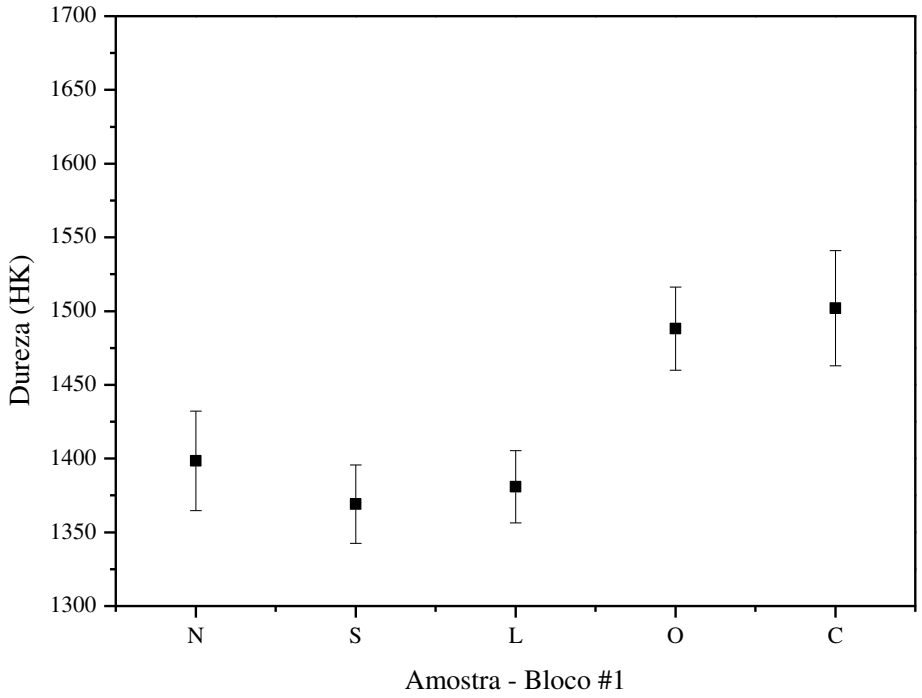
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 58 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação meio do bloco #1.



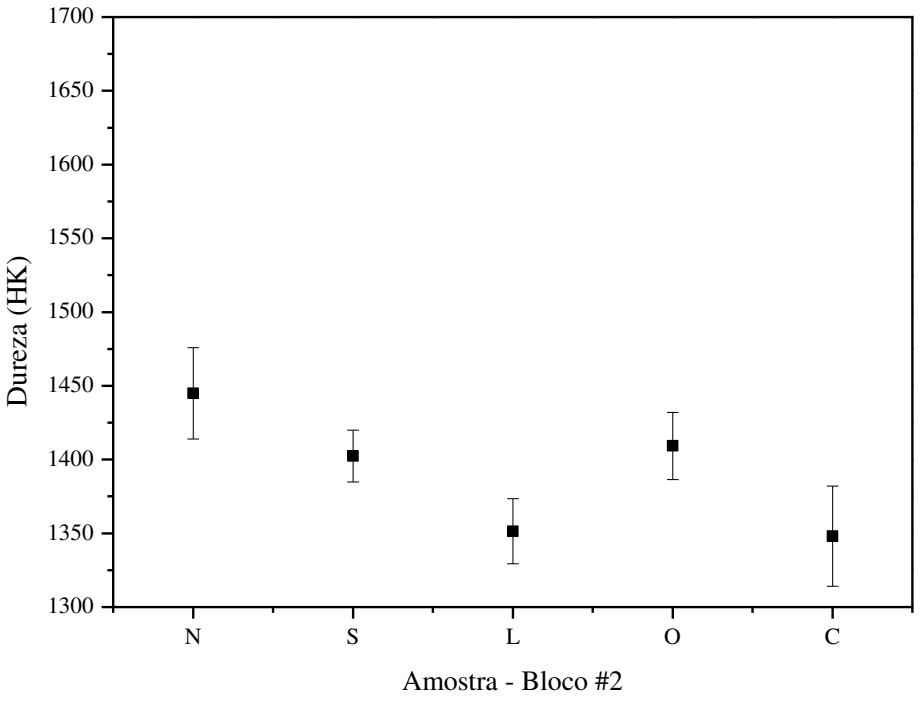
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 59 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras do centro e de todas regiões cardeais da elevação fundo do bloco #1.



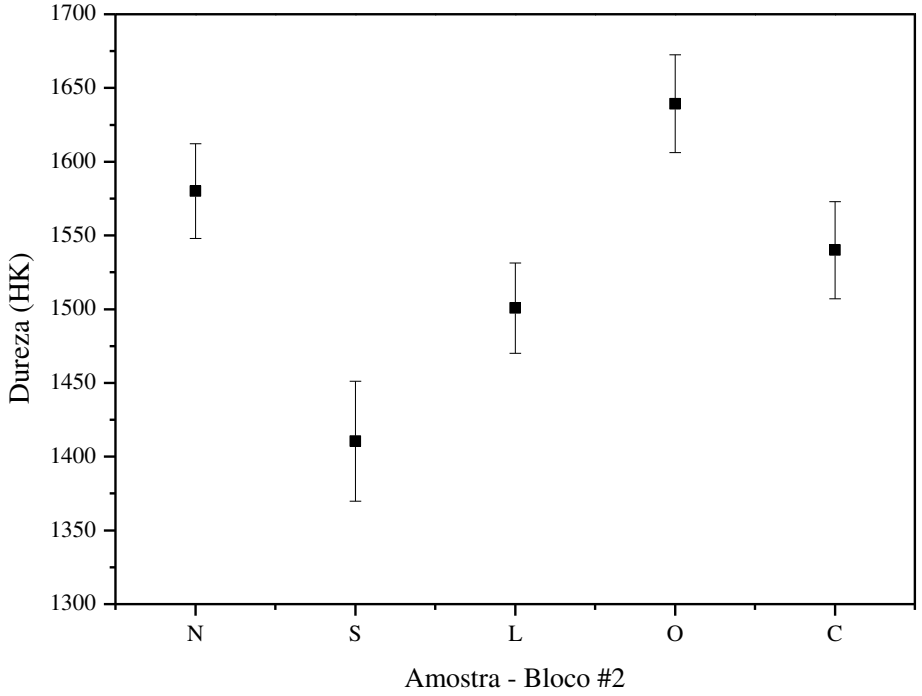
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 60 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação topo do bloco #2.



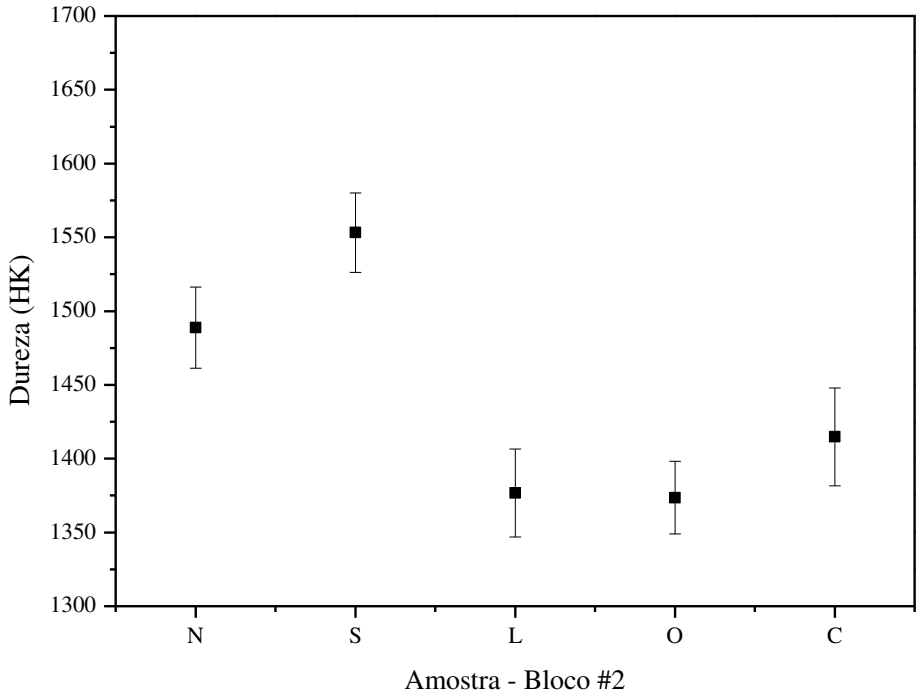
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 61 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras relativas as regiões cardeais e centro na elevação meio do bloco #2.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 62 - Comparação da média e desvio padrão da dureza por penetração Knoop das amostras do centro e de todas regiões cardeais da elevação fundo do bloco #2.



Fonte: Elaborada pelo autor.

5.5 Análise microestrutural via microscópia eletrônica de varredura (MEV) e energia dispersiva de raios X (EDS)

As amostras analisadas por microscopia eletrônica de varredura estão apresentadas nas Figuras de 63 a 77 e os resultados de análise elementar por energia dispersiva de raios X (EDS) são mostrados nas Tabelas de 6 a 20. A técnica de caracterização por EDS, de acordo com a lei de Moseley, é medida pela energia dos fótons emitidos proporcional ao número atômico e com comprimento de onda característico. Essa radiação é dada pelo espalhamento do feixe primário dos elétrons com o núcleo do átomo (PADILHA e AMBROSIO FILHO, 1985). Contudo, vale lembrar que os valores de concentração elementar apontados pela técnica de (EDS) não são quantitativos e sim qualitativos, pois alguns elementos como, o oxigênio e o carbono fluorescem durante esta análise, ou seja, eles recebem energia de raios X de outros átomos mais pesados e emitem um pacote de energia maior aos detectores de raios X, em relação aos fótons que deveriam ser realmente emitidos por eles. Sendo assim, o uso desta técnica colaborou na identificação das impurezas presentes no material analisado.

As principais impurezas encontradas na forma elementar foram Fe, Si, Ca, Mg, Mn, K e Na e Zr e de acordo com Zaigeng (1996), a maioria dos óxidos destes elementos podem ser reduzidos entre as temperaturas de 1800ºC a 1900ºC. Portanto, de acordo com este autor parte dessas impurezas, principalmente os alcalinos terrosos, são teoricamente eliminados na forma de gás, enquanto os elementos Fe Si, Ti e Zr formam ligas que se depositam no fundo do banho. Entretanto, nesta análise se pode observar estas fases em diversas regiões dos blocos #1 e #2.

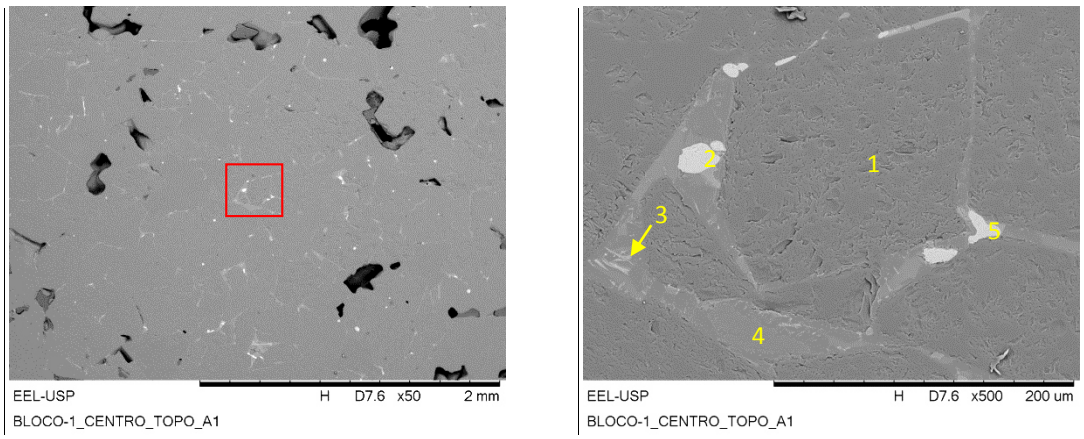
Sobre a escolha das regiões analisadas no MEV, foi dada prioridade por investigar as amostras que correlacionavam principalmente com os resultados de análise química e dureza Knoop, pois, durante o procedimento de microanálise foram observadas similaridades entre as diversas imagens produzidas.

A Figura 63 e a Tabela 6, mostram respectivamente, os resultados da microestrutura e dos principais constituintes elementares por EDS, nas regiões indicadas da amostra 1TC-A1. Particularmente, a concentração de alumina nesta amostra constituiu no maior valor de análise química referentes ao topo do bloco #1. Enquanto, a amostra 1TL-A3 apresentada na Figura 65 e Tabela 8, no menor teor. Porém, não foi possível a observação dessa diferença de concentração na microestrutura. Entretanto, pode-se observar com as análises de energia dispersiva pontual, indicadas nas imagens ampliadas, a presença de fases constituídas com as impurezas de Si, Ti. Ca, Zr, Mn e K nos contornos dos agregados de alumina. Confrontado

com as análises de DRX não pode-se identificar essas fases devido à baixa concentração dos seus constituintes, abaixo de 1%, exceto para o óxido de alumínio fundido, FeSi, titânia e sílica.

Contudo, além da titânia e sílica e baseado na literatura, pôde-se supor que estas fases sejam de titanatos de alumínio, silicatos e inclusões de zircônia.

Figura 63 - Micrografias da amostra 1TC-A1 em ampliações de 50x e 1000x.



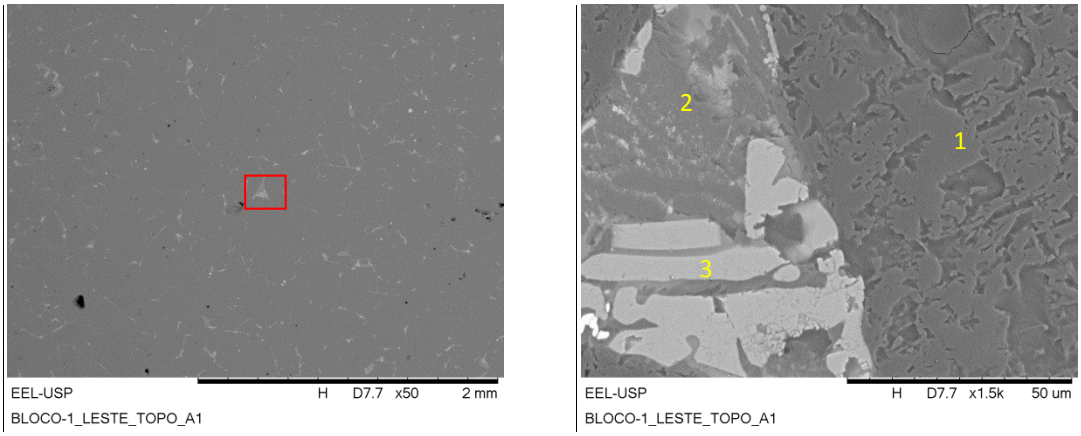
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 6 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1TC-A1 nas regiões indicadas

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Fe
1	44,9	26,0	29,0	-	-	-	-	-	-	-	-
2	1,3	9,6	23,5	-	-	2,1	63,5	-	-	-	-
3	17,5	-	-	2,3	52,5	10,5	-	7,4	6,0	3,7	-
4	16,4	23,0	26,0	-	19,7	2,3	-	12,5	-	-	-
5	10,6	39,3	14,2	2,0	26,6	-	-	3,3	1,9	2,1	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 64 - Micrografias da amostra 1TL-A1 em ampliações de 50x e 1500x.



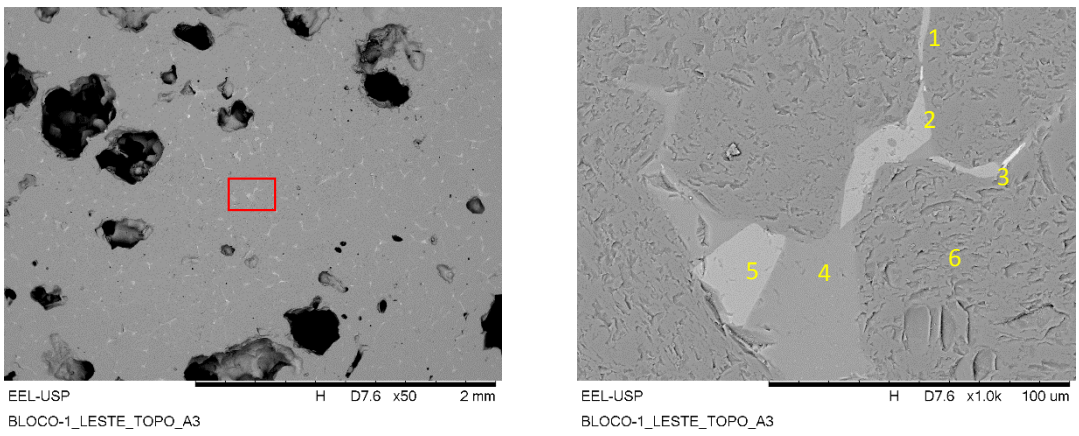
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 7 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1TL-A1 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Fe
1	43,6	31,4	24,9	-	-	-	-	-	-	-	-
2	13,8	31,7	18,5	-	25,7	-	-	9,5	0,8	-	-
3	15,6	27,8	15,3	-	1,9	39,3	-	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 65 - Micrografias da amostra 1TL-A3 em ampliações de 50x e 1000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 8 - Análise elementar (% m) por EDS da amosrtra 1TL-A3 nas regiões indicadas.

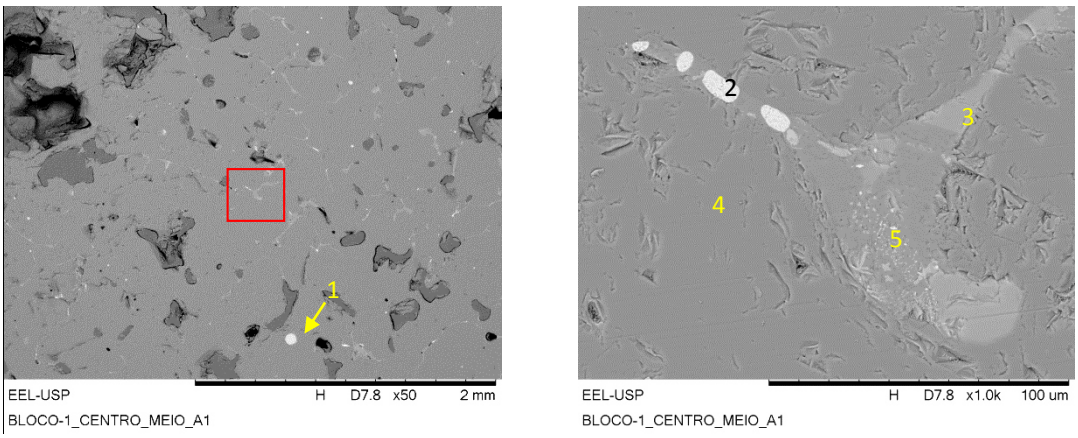
Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Na
1	47,2	30,7	22,1	-	-	-	-	-	-	-	-
2	17,6	26,2	19,4	-	2,3	34,6	-	-	-	-	-
3	17,7	20,1	22,1	-	2,2	37,9	-	-	-	-	-
4	12,0	27,7	24,0	-	28,2	-	-	7,9	0,3	-	-
5	19,0	16,3	21,1	-	1,1	42,5	-	-	-	-	-
6	48,2	24,2	27,6	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisando a Figura 66 com ampliação de 50x, pode-se identificar na região indica por (1) a presença da liga FeSi somada a percentuais baixos de Mn e Ti, Tabela 13. Este arranjo, encontra-se de acordo não somente com Cichy, (1978), mas também com os dados obtido da composição química em porcentagem do FeSi, conferido pela empresa ELFUSA (2016). Além disso, é possível existir outras impurezas no ferro silício, tais como: Ca, Cr, P, Mg, Co e Zr. Observou-se também em diversas outras analises, que o formato do FeSi é esférico ou em gotas, facilitando sua identificação nas micrografias investigadas. E por fim, em confronto com a análise mineralógica, Apêndice, não foi identificada a presença desta fase. Portanto, não foi possível a identificação desta fase, devido à baixa concentração de oxido de ferro e sílica. Na indicação (2) da Figura 66 com ampliação de 1000x, a presença da zircônia foi evidenciada novamente nos contornos mostrado na Tabela 9. Tal fenômeno pode ser observado em diversas outras micrografias deste trabalho.

Já para a Figura 67, a presença de FeSi foi evidenciado por DRX na estequiométrica Fe_5Si_3. Na região indica pelo número (5) é evidenciada a presença de micropartículas de ferro silício, migrando para a superfície da alumina. Percebe-se que talvez está condição seja um incomodo nos procedimentos de classificação dos grãos de alumina eletrofundida.

Figura 66 - Micrografias da amostra 1CM-A1 em ampliações de 50x e 1000x.



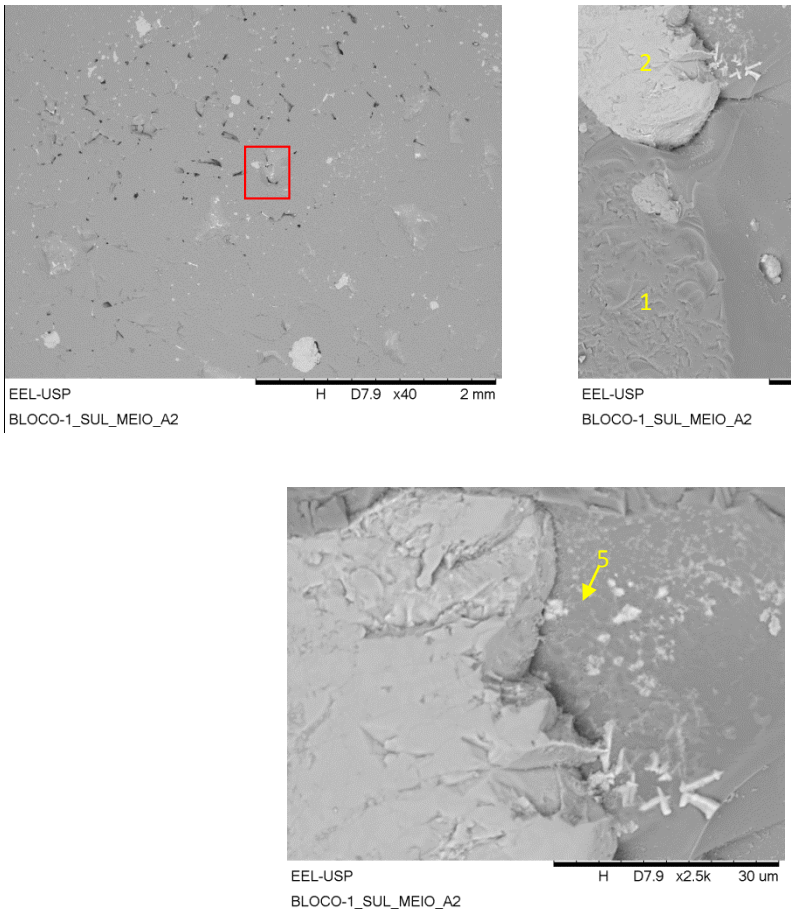
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 9 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1CM-A1 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Fe
1	1,8	-	10,5		14,8	1,8	-	-	-	1,7	69,4
2	1,5	11,4	24,4	-	-	1,0	61,6	-	-	-	-
3	11,2	27,9	22,4	2,1	26,0	2,5	-	5,0	1,4	1,4	-
4	48,2	24,7	27,1	-	-	-	-	-	-	-	-
5	16,9	21,0	29,2	-	20,0	-	-	12,8	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 67 - Micrografias da amostra 1MS-A2 em ampliações de 40x, 1000x e 2500x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 10 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1MS-A2 nas regiões indicadas.

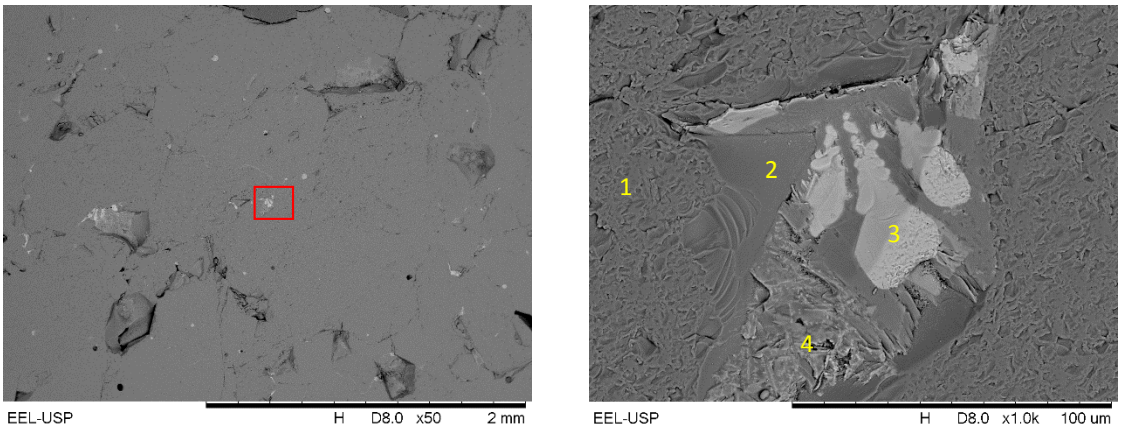
Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Na	Fe
1	37,6	44,6	17,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	2,0	6,1	14,0	-	14,2	26,4	-	-	-	1,7	-	35,5
3	42,2	46,1	-	-	7,72	-	-	3,97	-	-	-	-
4	1,7	23,5	24,6	-	-	-	50,2	-	-	-	-	-
5	22,3	16,0	-	-	2,1	-	-	-	-	-	-	31,4

Fonte: Elaborado pelo autor.

Com o intuito de correlacionar os resultados da dureza Knoop, com as análises microestruturais, relativas ao bloco #1, as Figuras 68 e 69 apresentaram as micrografias nas regiões 1FC-A2 e 1 FO-A2. Os valores médios de dureza para esses materiais, foram de aproximadamente 1.500 HK. Enquanto, os resultados médios de dureza para as amostras 1TO-A1 e 1FS-A2, foram cerca de 1.350 HK. Suas micrografias estão mostradas na Figura 70 e 71 e suas respectivas análises de EDS apresentadas nas Tabela 13 e 14.

Pode-se observar em relação as regiões indicadas por análise de EDS e para as amostras com maiores valores de dureza, a presença majoritária de fases contendo zircônia na matriz de sílica, e uma fração menor de fases contendo titânia fora da matriz. Já para as amostras com menores valores de dureza, não foi identificada a presença da zircônia nas regiões indicadas por EDS. Ao contrário, as frações de titânio para as apresentadas nas Tabelas 13 e 14, foram majoritárias neste caso. Com isso, em relação as informações da literatura, o aumento do teor de titânia na alumina, resulta numa maior tenacidade do material, reduzindo assim a sua dureza. Enquanto que o aumento da zircônia na alumina, resulta numa maior resistência mecânica, aumentando com isso a sua dureza. Evidenciando a corroboração dos resultados de dureza com as suas respectivas micrografias.

Figura 68 - Micrografias da amostra 1FC-A2 em ampliações de 50x e 1000x.



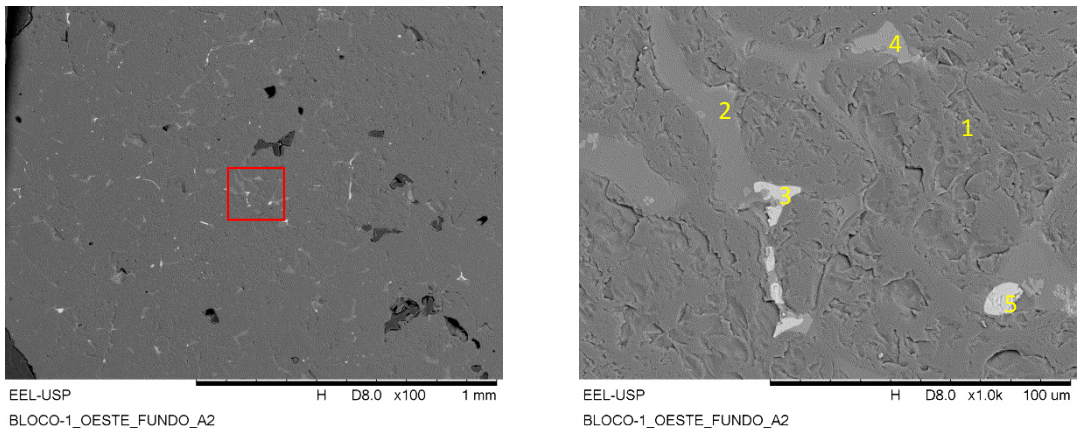
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 11 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1FC-A2 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Fe	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mg	Na
1	63,5	18,1	18,4	-	-	-	-	-	-	-	-
2	100,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	1,3	22,7	16,1	-	-	-	59,9	-	-	-	-
4	19,6	16,9	-	-	35,5	-	-	14,4	11,3	0,9	1,3

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 69 - Micrografias da amostra 1FO-A2 em ampliações de 100x e 1000x.



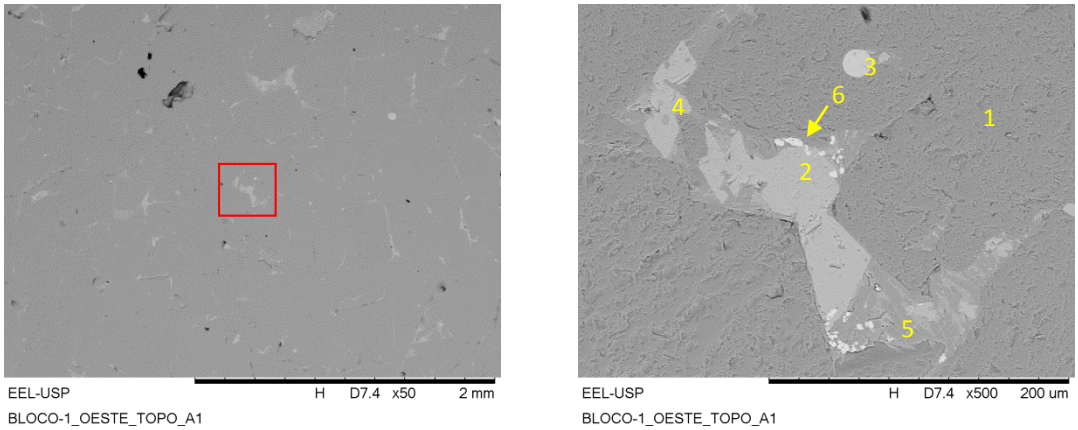
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 12 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1FO-A2 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Na	Cu
1	41,8	29,2	27,5	-	-	-	-	-	-	-	-	1,6
2	10,3	24,3	29,5	1,0	24,2	1,0	-	8,6	1,1	-	-	-
3	1,1	15,2	24,3	-	-	2,6	56,7	-	-	-	-	-
4	13,8	25,2	22,8	-	1,1	37,0	-	-	-	-	-	-
5	1,2	13,2	18,5	-	-	1,4	65,7	-	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 70 - Micrografias da amostra 1TO-A1 em ampliações de 50x e 1000x.



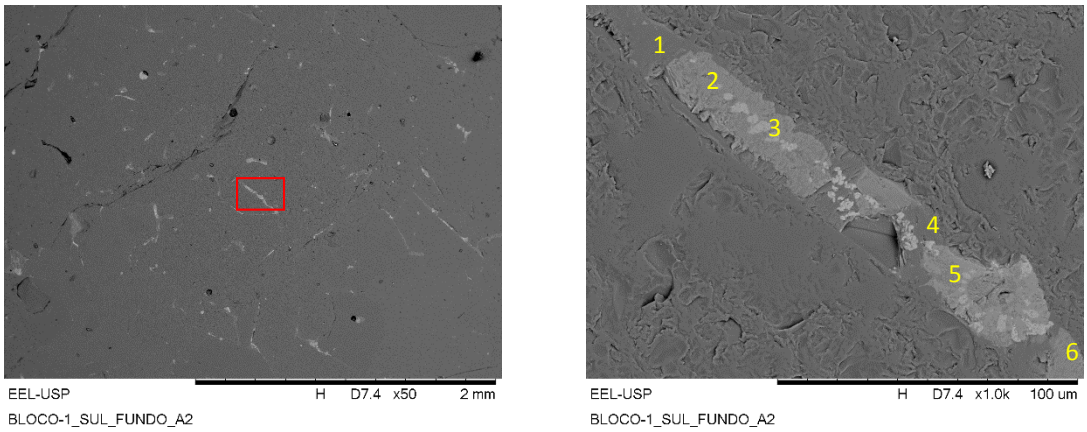
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 13 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1TO-A1 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Fe
1	49,5	27,9	22,5	-	-	-	-	-	-	-	-
2	18,4	18,4	21,5	-	-	41,6	-	-	-	-	-
3	2,8	-	17,8	-	18,4	6,0	-	-	-	7,2	47,8
4	19,0	26,4	18,8	-	-	35,8	-	-	-	-	-
5	9,1	29,7	15,4	8,7	27,2	1,8	-	1,8	6,2	-	-
6	9,0	48,1	31,4	-	4,9	4,4	-	2,3	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 71 - Micrografias da amostra 1FS-A2 em ampliações de 50x e 1000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 14 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 1FS-A2 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Na
1	19,4	22,8	21,2	-	22,4	-	-	14,3	-	-	-
2	16,2	32,4	13,6	-	1,8	35,9	-	-	-	-	-
3	7,2	42,5	17,3	-	-	33,0	-	-	-	-	-
4	16,0	35,0	20,3	-	19,3	-	-	9,3	-	-	-
5	2,9	14,3	10,2	-	18,2	40,3	-	-	-	14,1	-
6	14,0	33,4	14,0	0,6	20,2	13,6	-	2,4	1,7	-	-

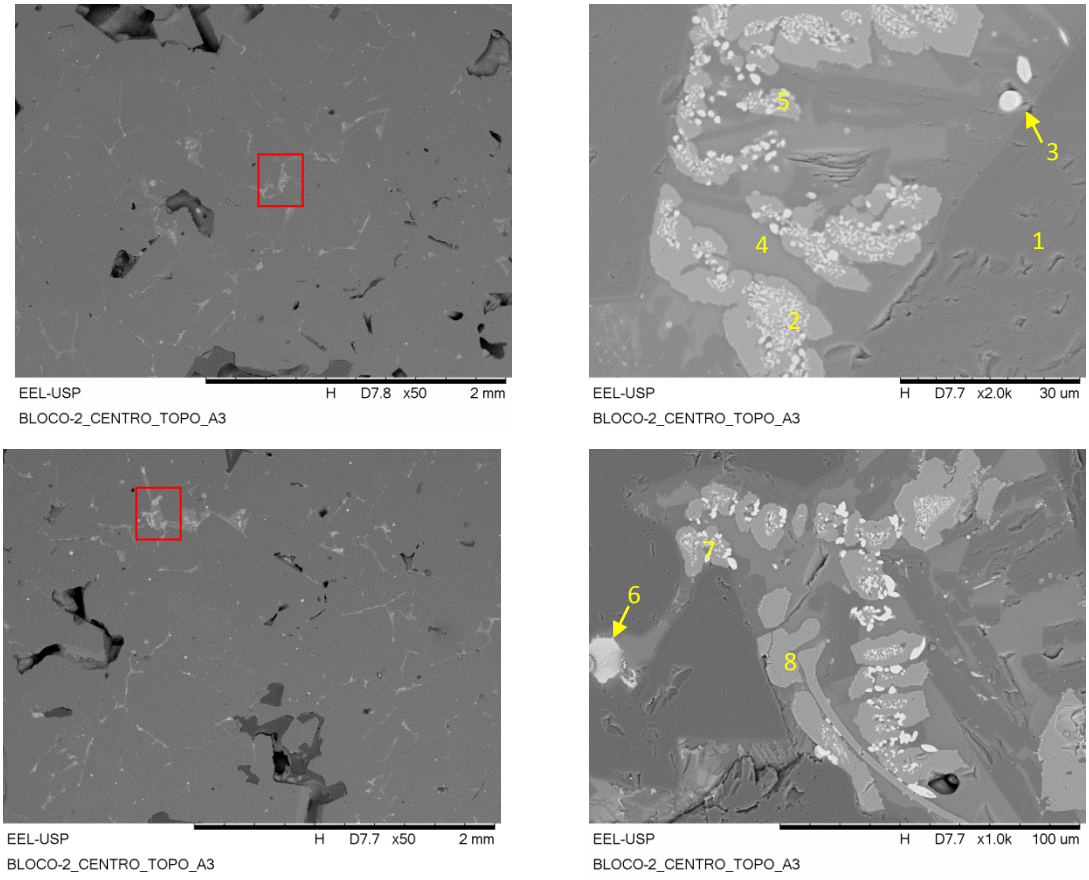
Fonte: Elaborado pelo autor.

Verificou-se nas analises microestruturais (MEV) e energia dispersiva de raios X (EDS) por regiões do bloco #2, comportamentos semelhantes das propriedades composicionais, em comparação ao bloco #1. As Figuras de 72 a 77 e as Tabelas de 15 a 20, apresentam os resultados de microestrutura e analises elementares qualitativas dos principais constituintes das amostras analisadas.

Nas regiões indicadas das amostras 2TC-A3 e 2TN-A1, Figuras 72 e 73, e Tabelas 15 e 16, se pode observar a dispersão da zircônia sobre a matriz de titânio, resultando em valores de dureza próximos de 1.350 HK, ou seja, nesta configuração a zircônia não teve

efeito significativo sobre a dureza. Já para a amostra 2TN-A1, verificou-se a formação de fases de titânia e sílica cerca de cinco vezes maiores, do que comumente observadas. Esse fato a princípio também não contribuiu para maiores valores de dureza. Sabendo, que entre todas as amostras analisadas do bloco #2, quanto do bloco #1, esta possui maior concentração de titânia. Portanto, é esperado para este material baixos valores médios de dureza Knoop, corroborando com os resultados anteriores.

Figura 72 - Micrografias da amostra 2TC-A3 em ampliações de 50x, 1000x e 2000x.



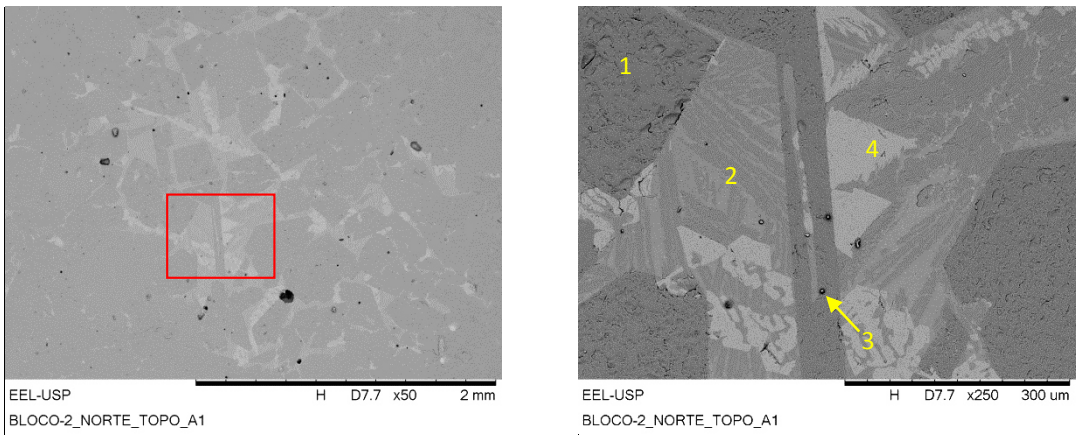
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 15 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2TC-A3 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Fe
1	32,0	28,9	38,5	-	-	0,6	-	-	-	-	-
2	1,7	14,8	37,9	-	-	17,3	28,2	-	-	-	-
3	1,4	16,1	38,8	-	0,4	1,0	41,8	0,4	-	-	-
4	7,0	26,1	41,3	1,0	16,6	1,4	-	3,9	0,6	1,9	-
5	8,8	24,5	36,7	0,4	1,7	27,3	-	0,4	-	-	-
6	1,1	12,0	22,7	-	2,0	-	-	-	-	-	62,2
7	5,7	20,1	32,1	0,2	0,5	22,3	18,8	0,2	-	-	-
8	9,4	22,0	31,2	-	0,5	23,7	13,2	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 73 - Micrografias da amostra 2TN-A1 em ampliações de 50x e 250x.



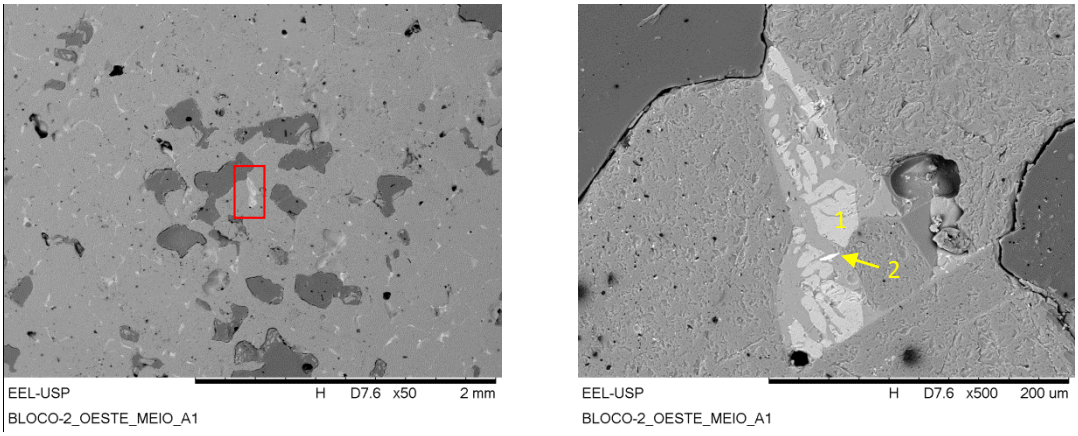
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 16 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2TN-A1 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn
1	40,9	38,1	21,0	-	-	-	-	-	-	-
2	10,6	17,7	35,4	1,7	24,1	-	-	5,3	-	5,2
3	15,8	15,1	33,5	-	23,3	-	-	12,3	-	-
4	16,1	16,9	21,6	-	-	45,4	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 74 - Micrografias da amostra 2MO-A1 em ampliações de 50x e 500x.



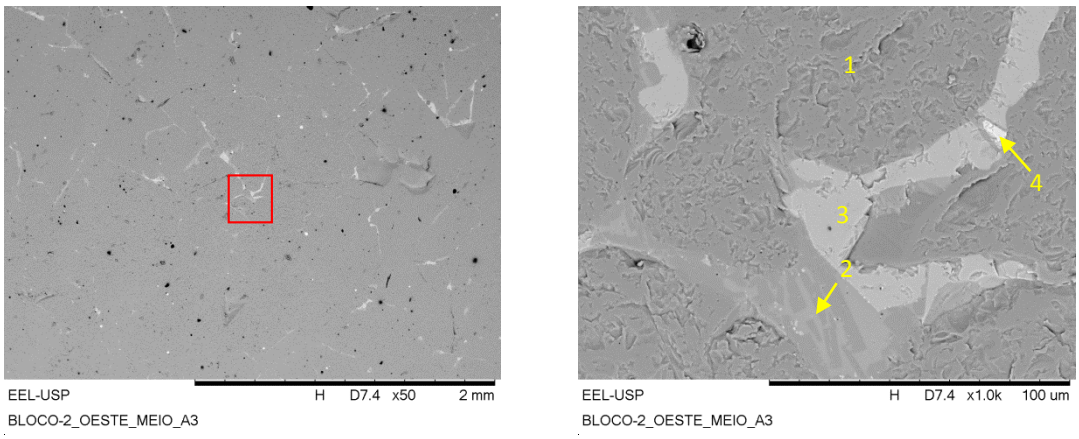
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 17 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2MO-A1 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Fe
1	16,0	31,2	15,3	-	1,5	35,9	-	-	-	-	-
2	1,3	15,6	21,4	-	-	2,7	59,0	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 75 - Micrografias da amostra 2MO-A3 em ampliações de 50x e 1000x.



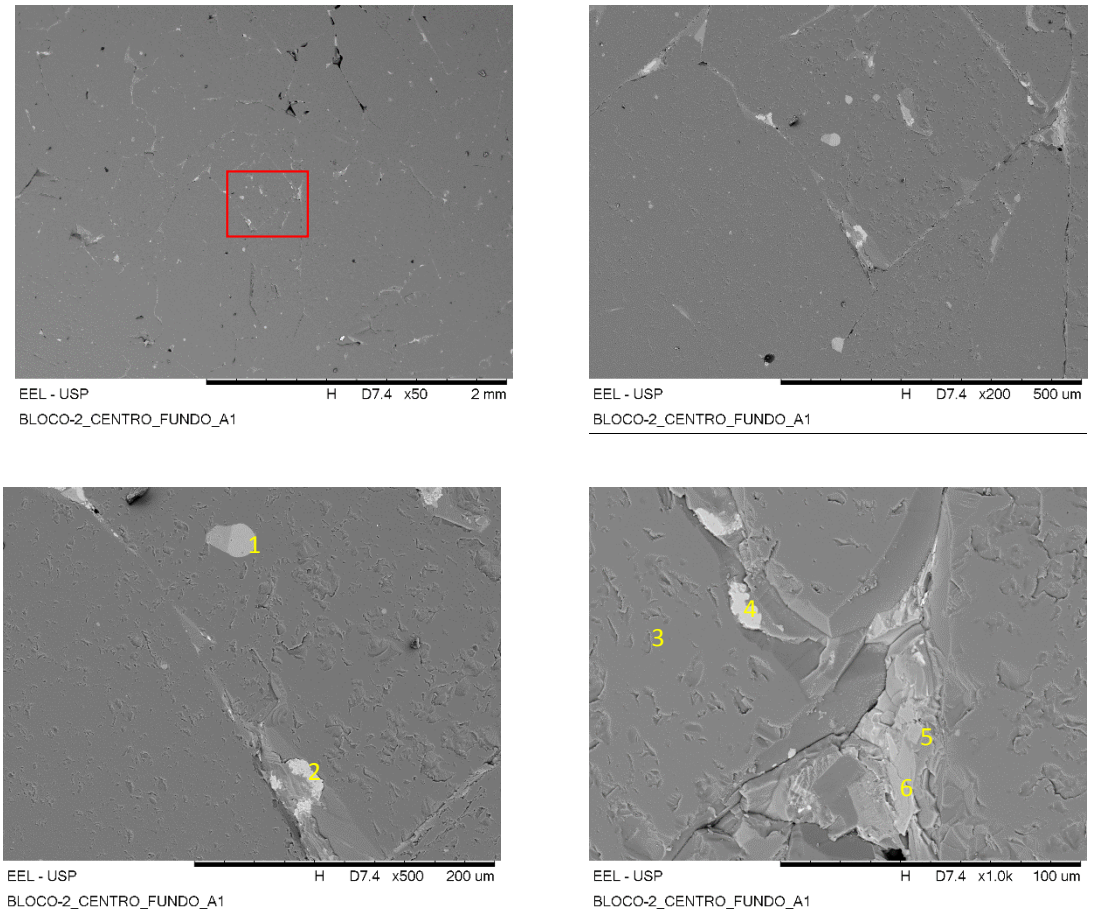
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 18Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2MO-A3 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Fe
1	40,2	32,4	27,5	-	-	-	-	-	-	-	-
2	16,2	20,4	28,6	-	22,8	-	-	12,1	-	-	-
3	18,2	21,9	18,4	-	-	41,5	-	-	-	-	-
4	2,6	17,8	20,0	-	0,6	2,0	56,9	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 76 - Micrografias da amostra 2FC-A1 em ampliações de 50x, 200x, 500x e 1000x.



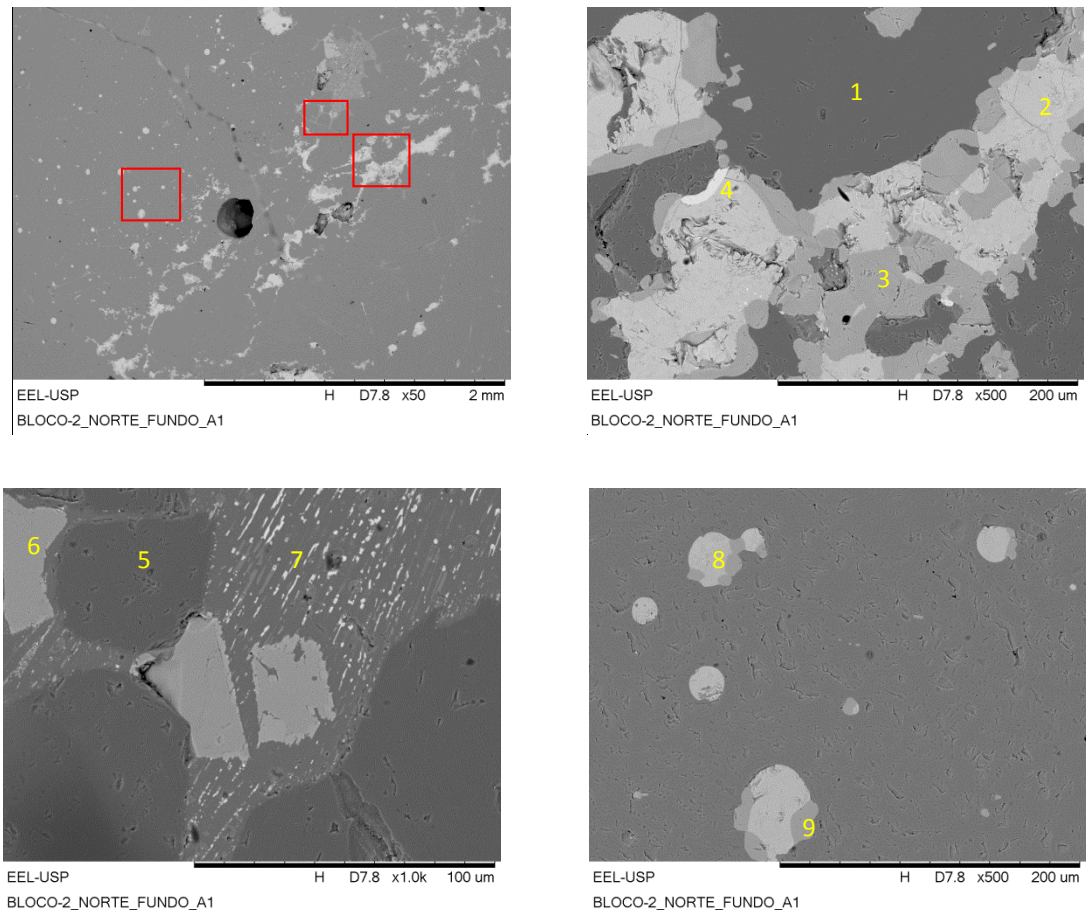
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 19 - Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2FC-A1 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Fe	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Na
1	1,0	2,9	31,6	20,9	-	21,6	18,5	-	-	-	3,5	-
2	3,2	17,5	35,2	-	0,4	0,9	3,6	37,5	1,7	-	-	-
3	34,7	28,4	36,2	-	-	-	0,6	-	-	-	-	-
4	1,1	10,0	37,6	-	-	-	4,9	45,7	0,7	-	-	-
5	10,2	44,0	27,5	-	0,2	6,9	8,1	-	2,6	0,2	-	0,3
6	8,6	22,5	30,5	-	0,4	3,2	32,1	-	2,2	0,3	-	0,2

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 77 - Micrografias da amostra 2FN-A1 em ampliações de 50x, 500x e 1000x.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 20 - Tabela 5.15. Análise elementar (% m) por EDS da amostra 2FN-A1 nas regiões indicadas.

Região	Al	O	C	Mg	Si	Ti	Zr	Ca	K	Mn	Na	Fe
1	67,3	32,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	1,5	-	13,6	-	24,1	17,2	-	-	-	-	-	43,5
3	2,8	-	10,2	-	-	87,0	-	-	-	-	-	-
4	1,8	15,3	-	-	-	1,5	81,5	-	-	-	-	-
5	55,4	29,3	15,3	-	-			-	-	-	-	-
6	16,3	33,6	9,3	-	1,2	37,4	-	0,2	-	-		
7	9,3	36,0	7,5	1,8	23,2	2,0	-	16,4	3,8	-		
8	1,8	-	11,2	-	23,3	3,6	-	-	-	2,4	-	57,8
9	2,2	-	11,2	-	0,1	86,5	-	-	-	-	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor.

6 CONCLUSÕES

O primeiro aspecto a ser analisado é a variação da composição química do principal minério do processo de eletrofusão da alumina marrom, a bauxita. As analises evidenciaram que o teor de Al_2O_3 contido no minério vem diminuindo ao longo dos últimos 5 anos, bem como o do Fe_2O_3. Em contraponto, o teor de SiO_2 vem aumentando. Acarretando redução na produtividade e aumento no custo do processo, por necessitar maiores quantidades de limalha de ferro.

Os resultados de análise química nos dois blocos analisados evidenciaram que os maiores de teores de Al_2O_3 estão localizados próximos do topo, consequentemente os teores de silício e ferro são inferiores as demais elevações, o mesmo comportamento pode-se concluir em relação as amostras localizadas ao centro do bloco, ou seja, as extremidades do bloco possuem menores teores de Al_2O_3.

Os principais contaminantes encontrados são provenientes das impurezas contidas nas matérias-primas, sendo as principais impurezas normalizadas em óxidos: Fe_2O_3, SiO_2, CaO, K_2O, TiO_2 e ZrO_2.

As análises de fases mineralógicas utilizando a técnica de clusters corroborou com os resultados de análises químicas e evidenciou que as principais impurezas, Fe e Si, estão presentes na forma de liga metálica Fe-Si em diversas estequiometrias, tais como FeSi, Fe_3Si e Fe_5Si_3, no entanto as ligas no sistema binário Fe-Si possuem propriedades magnéticas até o limite de 50% molar de Si (MASSALSKI). Portanto, todas as estequiometrias identificadas podem ser removidas pelos separadores magnéticos durante o processo de beneficiamento.

Os maiores valores de microdureza Knoop foram encontradas nas amostras proveniente do centro da elevação central de ambos os blocos de alumina eletrofundida estudados.

Na análise microestrutural foi evidenciado que as impurezas estão localizadas nos contornos de grão de alumina e corroboram com os resultados de análises química, fases e dureza, pois as regiões com maior dureza foi observada a presença de ZrO_2 e as regiões com menor dureza foi observada a presença de TiO_2, condizente com a literatura.

Vale ressaltar que as conclusões contidas nesta dissertação são validas somente para os blocos de alumina eletrofundida marrom analisados, dentro dos parâmetros estabelecidos em sua produção e caracterização.

REFERÊNCIAS

ABAL. **Relatório de sustentabilidade da indústria do alumínio** 2006/2007. São paulo. Associação Brasileira de Alumínio-ABAL, 2007.

ALI, Y. M.; DAVIM, J. P.; HITCHINER, M. P.; HUANG, H.; JACKSON, M. J.; LU, J.; RASIFARD, A.; TAWAKOLI, T. **Machining with abrasives**, M. J. Jackson e J. P. Davim, Eds., New York, Dordrecht, Heidelberg, London: Springer Science+Business Media, 2011.

ANDRADE, M. C. et al. **Rochas e minerais para cerâmica de revestimento**, Rio de Janeiro, p.559-581, dez. 2005.

AQUINO, T. F. **Beneficiamento químico da bauxita de Santa Catarina**. Dissertação (Mestrado e, Engenharia Química) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICAS (ABC). Disponível em: <http://www.abceram.org.br/site/index.php?area=35>. Acesso em: 17 julho. 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS; NBR 15230. **Ferramentas abrasivas - uso, manuseio, segurança, classificação e padronização**, 2 ed., Rio de Janeiro: ABNT, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL). Disponível em: <http://www.abal.org.br>. Acesso em: 17 de Julho. 2015.

BARBOSA, L., LOPES P.S; REGAZZI, A.J., GUIMARÃES S.E.F; TORRES, R.A. Seleção de variáveis de desempenho de suínos por meio da análise de componentes principais **Arq. Bras. Med. Vet. Zootec.**, v.57, n.6, p.805-810, 2005

CABALLERO, AZA, A. S. Efecto del Grado de Molienda Sobre la Microestructura y Propiedades de las Bauxitas Refractarias. **Bol. Soc. Esp. Ceram**. v.27, n.2, p.81-88, 1988.

CETEM. **Comunicação Técnica elaborada para o Livro Usina de Beneficiamento de Minérios do Brasil** (CT2002-183-00). Centro de técnologia mineral. Rio de janeiro, 2002

CICHY, P. **Fused alumina production**. In: Electric furnace Proceedings conference. China, 1972, p. 162-175.

CONSTANTINO, V.R.L.; ARAKI, K.; SILVA, D.O.; OLIVEIRA, W. Preparação de compostos de alumínio a partir da bauxita: considerações sobre alguns aspectos envolvidos em um experimento didático. **Quim. Nova**, v.25, n.3, p490-498, 2002.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL (DNPM). Alumínio. **Sumário Mineral**, v.34, p.31, 2014.

DOMPIERI. M.; SZNELWAR. J. J.; SCALABRIM. R. Relatório Técnico 73 (perfil Abrasivos). Ministério de Minas e energia - MME. Setembro de 2009.

ELFUSA. **Propriedades gerais e análise química típica do FeSi**. Disponível em: http://www.elfusa.com.br/pdf-br/fesi.pdf. Acesso em 20 de Outubro de 2016.

GOBBO, L. A. **Aplicação da difração de raios X e método Rietveld no estudo de cimento Portland**. 2009. 273f. p 49-50 Tese (Doutorado em Recursos Minerais e Hidrogeologia) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

GOVE, P. B. Ed. WEBSTER'S. **Third New International Dictionary**. Springfield:Merriam-Webster, 1986.

HÖHNE, L.; ULLNER. C.; KLEY, G. Crack initiation threshold as a parameter for characterizing fused alumina abrasive grains. **Wear**, v.150, n.1-2, p.195-202, 1991.

HYDRO. Disponível em: <http://www.hydro.com/pt/A-Hydro-no-Brasil/Sobre-o-aluminio/Ciclo-de-vida-do-aluminio/Refino-da-alumina/>. Acesso em 01 de outubro de 2016

ICDER. Disponível em: <http://www.icder.com.br/informacoes-tecnicas/identificacao-de-abrasivos>. Acesso em 08 de outubro de 2016.

KAZAN, S., M. et all. The local environment of Cr 3+ impurities in normal and x-rays irradiated carbon doped ruby: An electron paramagnetic resonance (EPR) study. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v.373, p.244-249, 2015.

KELLER, H. **Dictionary of engineering materials**. [sl]: John Wiley, 2004.

KLOCK, F. **Manufacturing processes 2**, grinding, honing, lapping. Berlin: Springer, 2009.

LINS, A. B. Panorama da produção e consumo de rochas minerais e industriais. In: Luz, Adão Benvindo da. **Rochas & minerais industriais**: usos e especificações. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. Parte 1. p.3-23.

LUNGHOFER, E.P.; WOLFE, L.A. **Quatlity considerations when specifying brown fused alumina**. Industrial Minerals, p. 47-51, May 2000.

LUZ, F. A. F.; LIZ, A. B. **Rochas & minerais industriais**. 2 ed. Rio de janeiro: CETEM/MCT, 2008.

MASSALSKI, T.B. **Binary alloy diagrams**. Metals Park: American Society for Metal, 1986.

NORTON. **Handbook in abrasives and grinding wheels**. 4th ed. California: Norton Company, 1961.

PADILHA, A. F.; AMBROSIO FILHO, F.**Técnicas de análise microestruturais**. São Paulo: Hemus, 2004.

PASCOAL, C.; PANDOLFELLI, V. C. Bauxitas refratárias: composição química, fases e propriedades - parte I. **Cerâmica**, v.46, 299, p.131-133, 2000.

PASSOS, E. R.; RODRIGUES, J. A. The influence of titanium and iron oxides on the coloring and friability of the blue fired aluminum oxide as an abrasive material. **Cerâmica**, v. 62. p 38-44, 2016.

PINHO, L. C. A. B. **Materiais magnéticos e suas aplicações**. 2009. 83f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Eletrotecnoca e de Computadores Major Energia) - Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto, Porto, 2009.

QUARESMA, D. S. **Estudo hidrometalúrgico de compostos de titânio proviniente do resíduo do processo Bayer**. 2012. 107f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, 2012.

QUARESMA, L. F. MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA-MME. Relatório técnico 22 Perfil da mineração de bauxita. Setembro, 2009.

SAINT-GOBAIN abrasivos (Brasil). Disponível em: <http://prod.sga-br.saint-gobain.com/abrasivos.aspx>. Acesso em: 23 junho. 2015.

SAMPAIO, J. A.; ANDRADE, M. C.; DUTRA, A. J. B. Bauxita. In: Luz, Adão Benvindo da. **Rochas & Minerais Industriais**: usos e especificações. rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. Capítulo 14. p.311-337.

SOUZA, S. A. **Ensaios mecânicos de materiais metálicos**: fundamentos teóricos e práticos. 5.ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1985. p.130-131.

VALOR ECONÔMICO. Disponível em:<http://www.valor.com.br/empresas/4589737/exportacoes-de-bauxita-e-alumina-garantem-superavit>. Acesso em 03 de outubro de 2016.

WOLFE, L.A.; LUNGHOFER, E.P. New fused alumina production in south Korea and Australia. In: INDUSTRIAL MINERALS INTERNATIONAL CONGRESS, 13., 1998, Kuala Lumpur. **Proceedings**… Kuala Lumpur: [s.n.], 1998.

ZAIGENG, L. *et al*. Development and application of corundum by direct fusion of bauxite. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON REFRACTORIES, 1996, Haikou. Proceedings… Haikou: Li Nan and Zhong Xiangchong, 1996. p. 444-449.

APÊNDICE A – Fluorescência de raios X (FRX)

A.1 - Análise química

A.1.1 - Análise química do bloco #1

Tabela 21 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao topo do bloco #1. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%.

Amostra	BLOCO 1 – TOPO						
	Concentração [%m]						
	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	K_2O	SiO_2	TiO_2	ZrO_2
1TN – A1	95,51	0,62	0,63	0,05	1,30	1,40	0,48
1TN – A2	95,75	0,55	0,61	0,05	1,24	1,34	0,46
1TN – A3	94,56	0,75	0,74	0,06	1,61	1,68	0,59
1TS – A1	96,80	0,38	0,50	0,04	0,92	1,05	0,31
1TS – A2	95,96	0,55	0,47	0,05	1,25	1,29	0,43
1TS – A3	94,95	0,63	0,99	0,06	1,36	1,51	0,50
1TL – A1	93,32	0,73	1,76	0,07	1,79	1,75	0,57
1TL – A2	90,34	0,57	3,54	0,07	3,32	1,74	0,42
1TL – A3	82,10	0,65	8,98	0,13	5,15	2,55	0,44
1TO – A1	96,81	0,42	0,24	0,04	1,09	1,08	0,32
1TO – A2	95,37	0,60	0,39	0,07	1,63	1,47	0,46
1TO – A3	95,61	0,56	0,76	0,03	1,43	1,19	0,42
1TC – A1	96,97	0,40	0,34	0,04	0,93	1,01	0,31
1TC – A2	96,57	0,45	0,43	0,04	0,97	1,18	0,36
1TC – A3	95,49	0,68	0,13	0,06	1,44	1,66	0,54

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 22 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao meio do bloco #1. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%.

Amostra	BLOCO 1 – MEIO						
	Concentração [%m]						
	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	K_2O	SiO_2	TiO_2	ZrO_2
1MN – A1	92,25	0,49	2,55	0,05	2,37	1,92	0,38
1MN – A2	96,83	0,37	0,35	0,04	0,96	1,14	0,31
1MN – A3	96,56	0,37	0,65	0,04	1,02	1,05	0,31
1MS – A1	96,45	0,31	1,11	0,03	0,89	0,95	0,26
1MS – A2	83,52	0,28	9,73	0,03	4,99	1,22	0,23
1MS – A3	91,38	0,3	2,51	0,03	4,34	1,17	0,26
1ML – A1	95,73	0,48	0,80	0,03	1,08	1,45	0,42
1ML – A2	94,07	0,43	1,80	0,04	2,00	1,32	0,33
1ML – A3	97,33	0,33	0,27	0,03	0,90	0,89	0,25
1MO – A1	88,58	0,88	4,73	0,05	3,58	1,72	0,49
1MO – A2	92,53	0,42	3,61	0,04	1,89	1,19	0,33
1MO – A3	95,56	0,57	0,73	0,05	1,28	1,37	0,44
1MC – A1	97,69	0,27	0,48	0,02	0,6	0,75	0,18
1MC – A2	83,20	0,31	9,10	0,03	5,55	1,61	0,2
1MC – A3	83,04	0,30	10,0	0,03	5,17	1,26	0,21

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 23 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao fundo do bloco #1. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%.

Amostra	BLOCO 1 – FUNDO						
	Concentração [%m]						
	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	K_2O	SiO_2	TiO_2	ZrO_2
1FN – A1	90,33	0,54	3,22	0,03	2,68	2,91	0,29
1FN – A2	95,88	0,30	0,86	0,02	1,07	1,60	0,25
1FN – A3	96,89	0,35	0,80	0,03	0,70	1,01	0,22
1FS – A1	95,33	0,37	1,31	0,03	1,07	1,58	0,31
1FS – A2	97,28	0,32	0,31	0,03	0,75	1,03	0,27
1FS – A3	95,81	0,29	1,43	0,03	1,25	0,95	0,23
1FL – A1	92,62	0,31	2,82	0,03	2,67	1,30	0,25
1FL – A2	93,24	0,36	2,64	0,04	2,24	1,18	0,29
1FL – A3	96,65	0,30	0,8	0,03	1,02	0,96	0,23
1FO – A1	92,55	0,45	3,27	0,05	2,3	1,06	0,30
1FO – A2	87,22	0,38	4,34	0,09	6,17	1,49	0,30
1FO – A3	91,50	0,48	3,51	0,04	2,58	1,58	0,31
1FC – A1	96,99	0,21	0,64	0,02	0,81	1,16	0,17
1FC – A2	97,14	0,13	1,02	0,01	0,78	0,76	0,11
1FC – A3	97,10	0,19	1,14	0,02	0,63	0,77	0,15

Fonte: Elaborada pelo autor.

A.1.2 - Análise química do bloco #2

Tabela 24 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao topo do bloco #2. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%.

Amostra	BLOCO 2 – TOPO						
	Concentração [%m]						
	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	K_2O	SiO_2	TiO_2	ZrO_2
2TN – A1	92,19	0,94	1,03	0,07	2,63	2,46	0,67
2TN – A2	94,46	0,75	0,33	0,06	1,88	1,96	0,55
2TN – A3	94,67	0,49	1,12	0,06	1,80	1,52	0,35
2TS – A1	93,44	0,96	0,15	0,07	2,29	2,40	0,68
2TS – A2	94,58	0,77	0,21	0,06	1,88	1,97	0,56
2TS – A3	93,93	0,92	0,11	0,07	2,15	2,17	0,65
2TL – A1	93,78	0,93	ND	0,07	2,27	2,27	0,68
2TL – A2	95,11	0,69	0,03	0,06	1,71	1,88	0,51
2TL – A3	94,81	0,75	0,24	0,05	1,84	1,78	0,53
2TO – A1	93,52	0,96	ND	0,08	2,33	2,40	0,70
2TO – A2	95,45	0,44	1,01	0,04	1,42	1,34	0,29
2TO – A3	94,50	0,79	0,13	0,06	1,95	1,99	0,57
2TC – A1	93,59	0,83	0,44	0,08	2,34	2,11	0,61
2TC – A2	93,36	0,91	0,56	0,07	2,19	2,25	0,65
2TC – A3	95,36	0,47	1,09	0,04	1,38	1,33	0,33

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 25 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao meio do bloco #2. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%.

Amostra	BLOCO 2 – MEIO						
	Composto [%]						
	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	K_2O	SiO_2	TiO_2	ZrO_2
2MN – A1	95,92	0,54	0,32	0,05	1,42	1,35	0,39
2MN – A2	94,73	0,57	0,77	0,06	1,86	1,61	0,40
2MN – A3	90,99	0,52	3,69	0,07	2,68	1,66	0,39
2MS – A1	94,74	0,78	0,34	0,06	1,73	1,82	0,51
2MS – A2	95,22	0,66	0,46	0,05	1,53	1,62	0,46
2MS – A3	91,85	0,75	2,32	0,05	2,35	2,21	0,46
2ML – A1	96,03	0,45	0,41	0,04	1,29	1,43	0,33
2ML – A2	96,37	0,47	0,27	0,04	1,14	1,38	0,34
2ML – A3	94,39	0,57	1,32	0,05	1,62	1,66	0,40
2MO – A1	86,78	0,62	4,23	0,09	5,94	1,93	0,42
2MO – A2	95,94	0,43	0,82	0,04	1,13	1,34	0,31
2MO – A3	93,26	0,29	3,16	0,03	1,81	1,23	0,23
2MC – A1	96,13	0,39	0,81	0,04	1,13	1,19	0,29
2MC – A2	95,19	0,36	1,33	0,03	1,57	1,22	0,3
2MC – A3	96,03	0,26	1,26	0,03	1,28	0,94	0,19

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 26 – Análise química das regiões norte, sul, leste oeste e centro, referente ao meio do bloco #2. Resultados expressos em percentual em massa de compostos, normalizados a 100%.

Amostra	BLOCO 2 – FUNDO						
	Composto [%]						
	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	K_2O	SiO_2	TiO_2	ZrO_2
2FN – A1	87,91	1,07	3,67	0,05	3,17	3,48	0,63
2FN – A2	95,61	0,49	0,90	0,04	1,28	1,35	0,31
2FN – A3	92,22	0,32	3,60	0,04	2,52	1,09	0,19
2FS – A1	92,42	0,72	1,33	0,05	2,30	2,62	0,55
2FS – A2	92,33	0,55	2,53	0,04	2,20	1,95	0,38
2FS – A3	94,77	0,51	1,40	0,04	1,52	1,42	0,34
2FL – A1	95,19	0,49	0,90	0,04	1,47	1,57	0,34
2FL – A2	96,21	0,46	0,37	0,04	1,2	1,4	0,31
2FL – A3	93,91	0,40	2,16	0,04	1,81	1,43	0,25
2FO – A1	92,55	0,38	2,68	0,03	2,24	1,69	0,42
2FO – A2	93,19	0,37	2,60	0,04	2,31	1,24	0,23
2FO – A3	96,69	0,35	0,5	0,04	0,98	1,16	0,27
2FC – A1	94,46	0,45	1,01	0,03	1,59	2,05	0,41
2FC – A2	94,50	0,51	1,54	0,05	1,59	1,49	0,31
2FC – A3	95,62	0,43	0,36	0,03	0,93	1,28	0,31

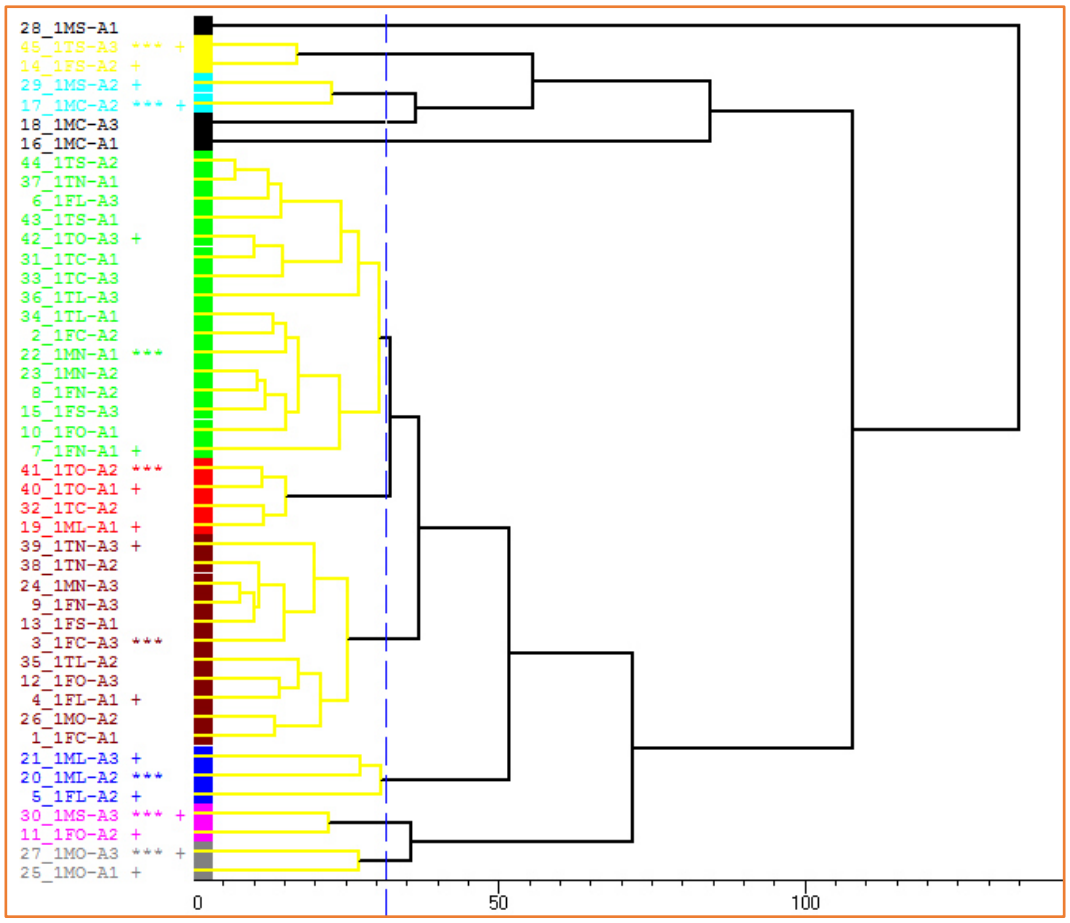
Fonte: Elaborada pelo autor.

APÊNDICE B – Difratometria de raios X (DRX)

B.1 - Análise de cluster

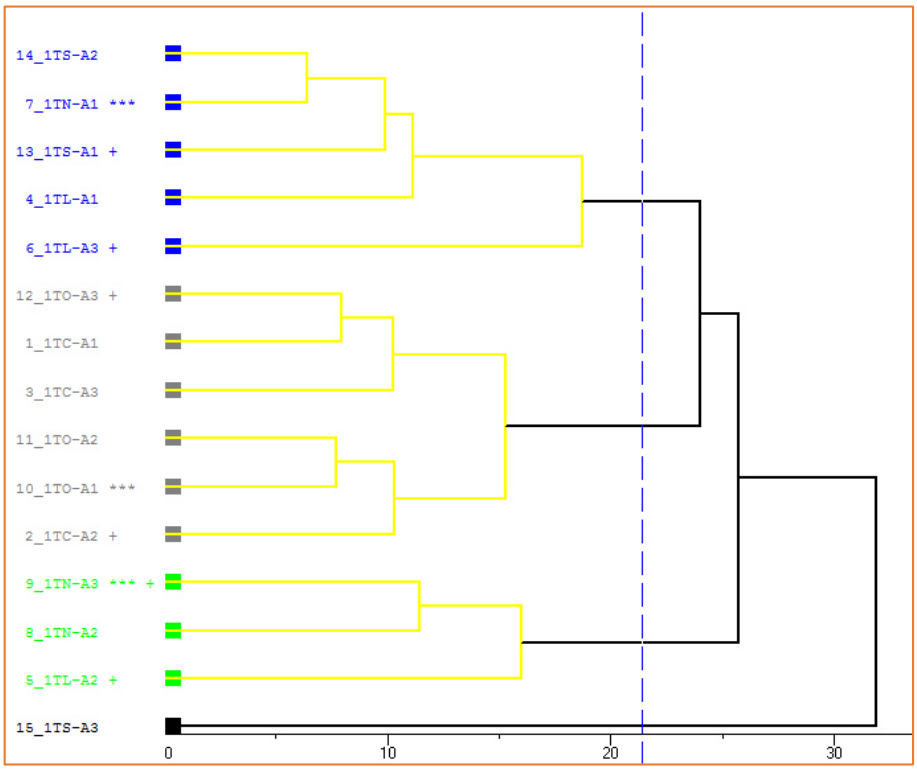
B.1.1 - Análise de cluster do bloco #1

Figura 78 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Geral.



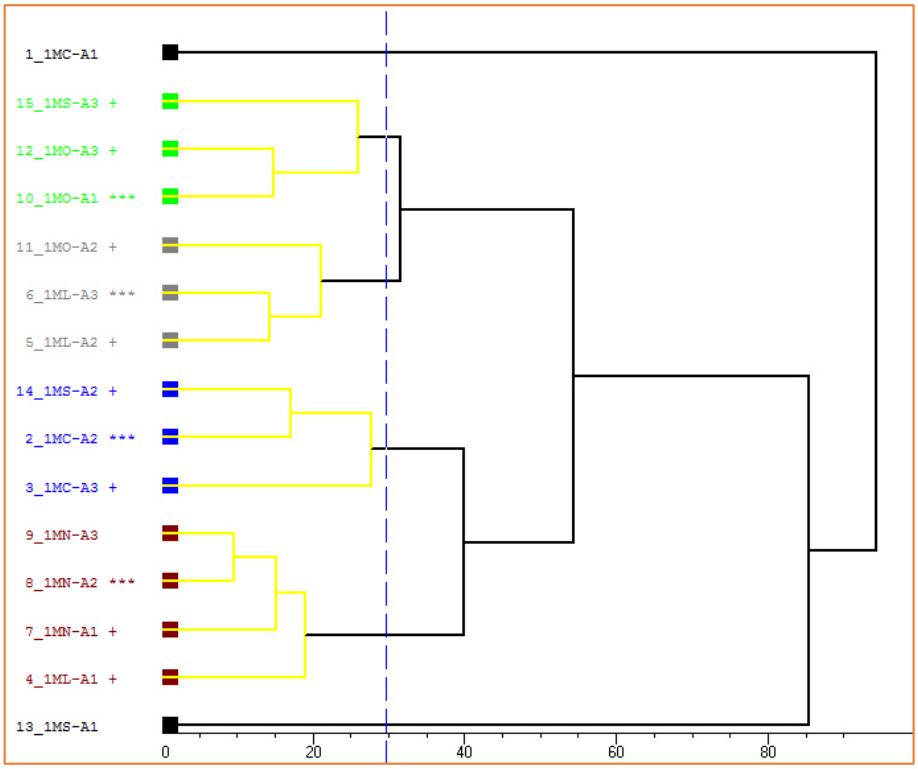
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 79 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região do topo.



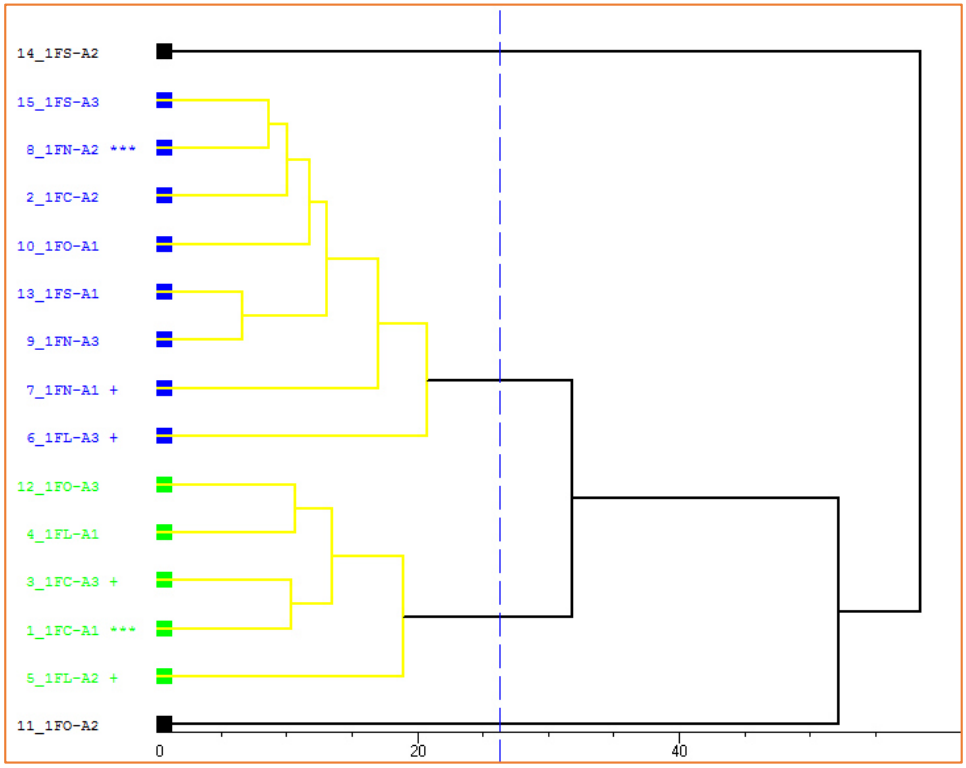
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 80 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do meio.



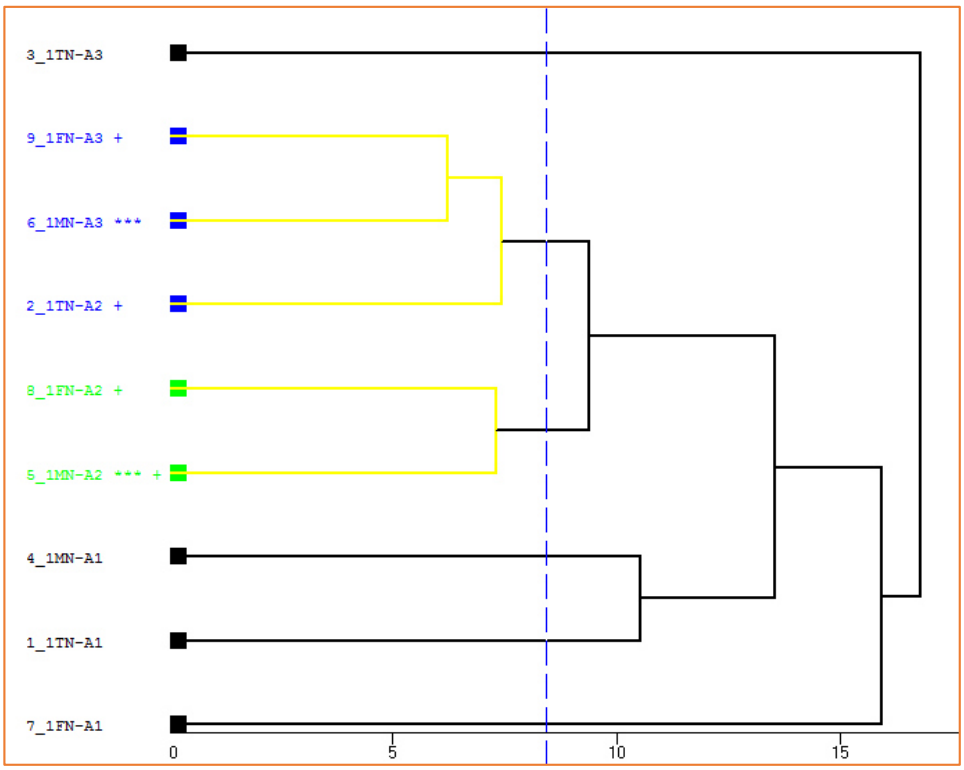
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 81 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do fundo.



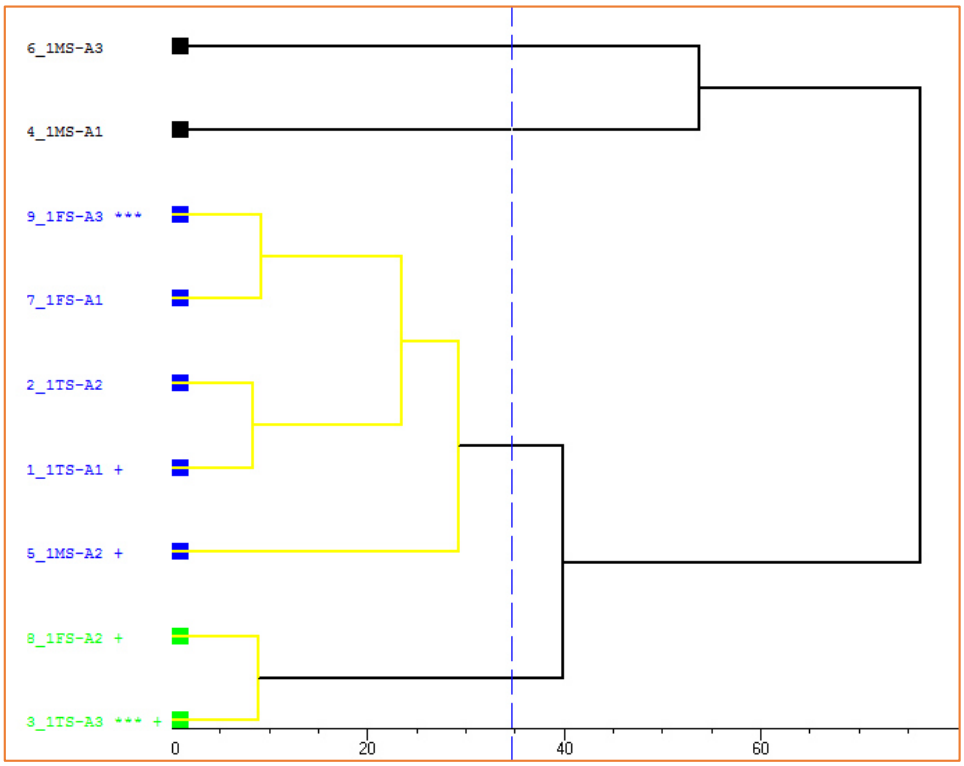
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 82 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região norte.



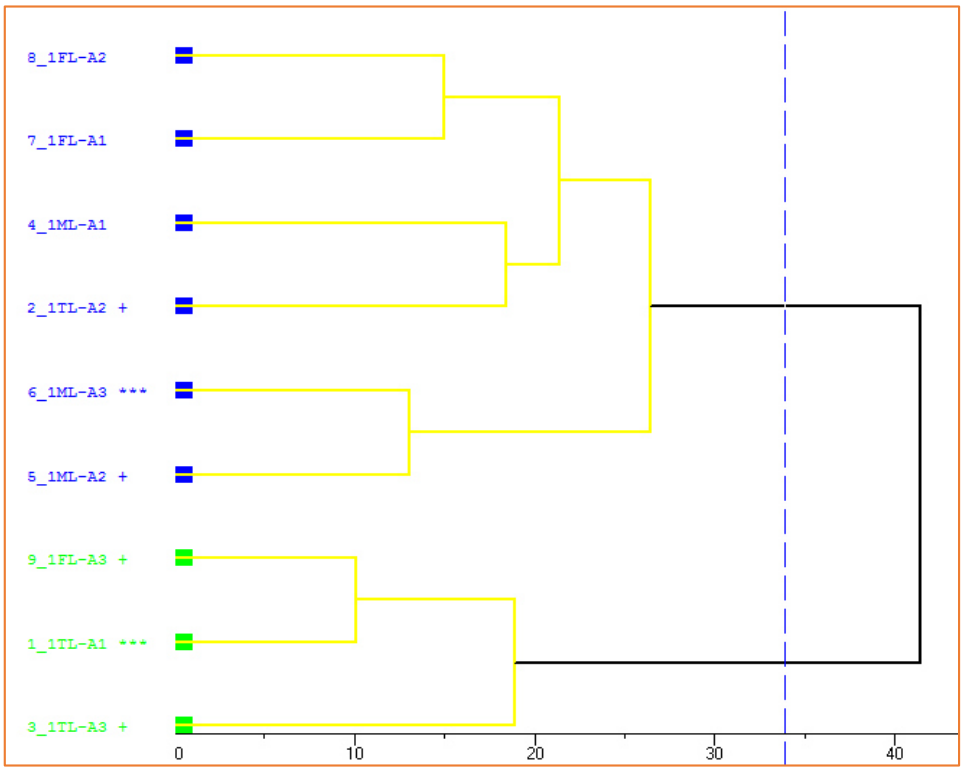
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 83 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região sul.



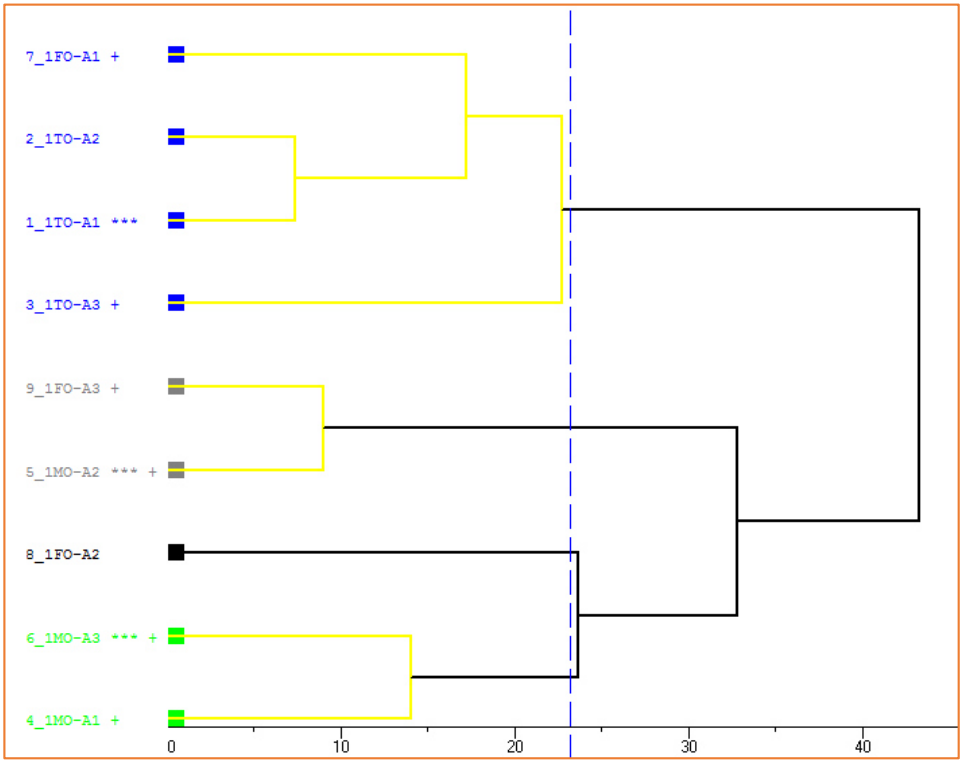
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 84 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região leste.



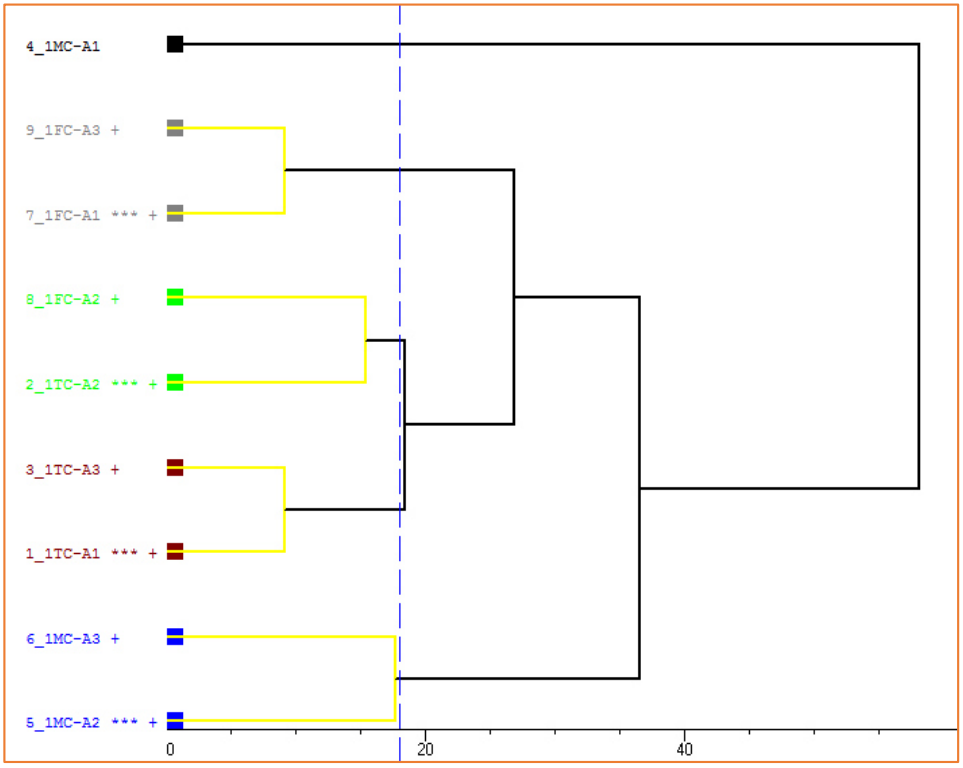
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 85 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região oeste.



Fonte: Elaborado pelo autor.

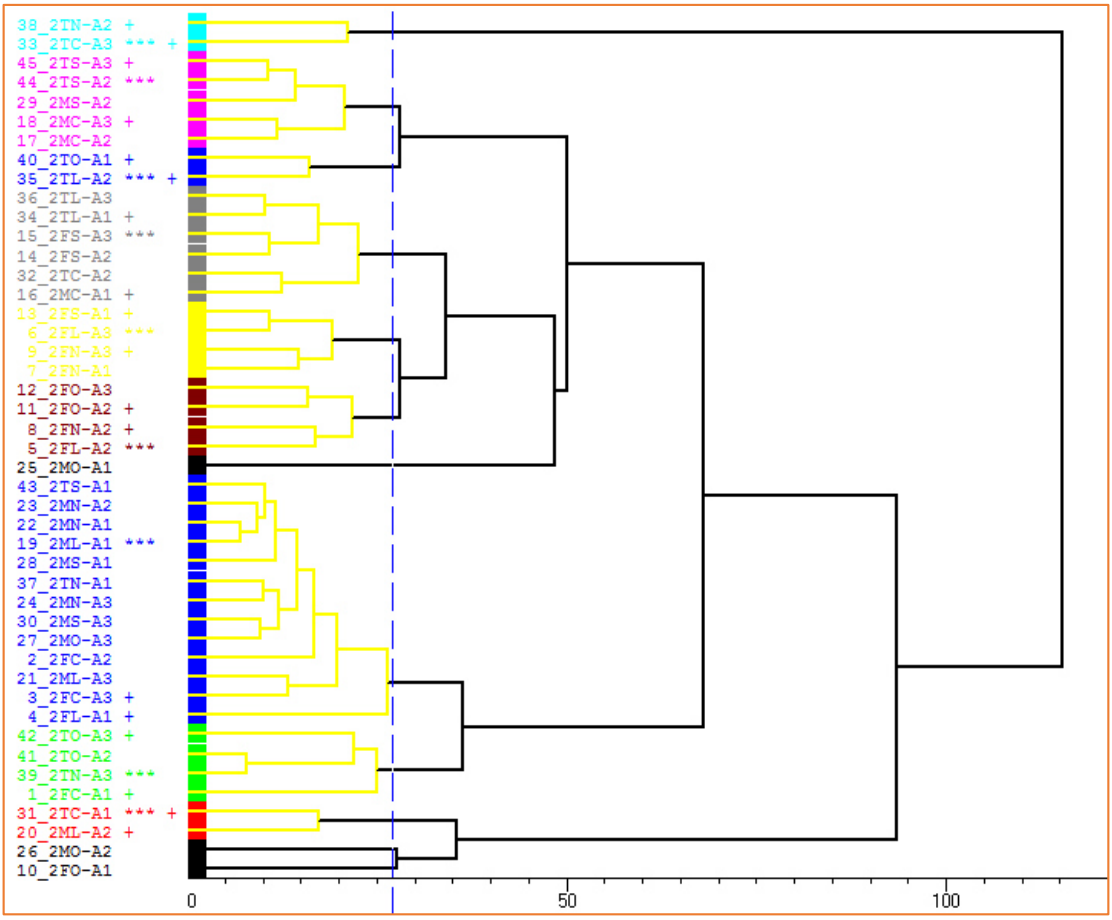
Figura 86 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região centro.



Fonte: Elaborado pelo autor.

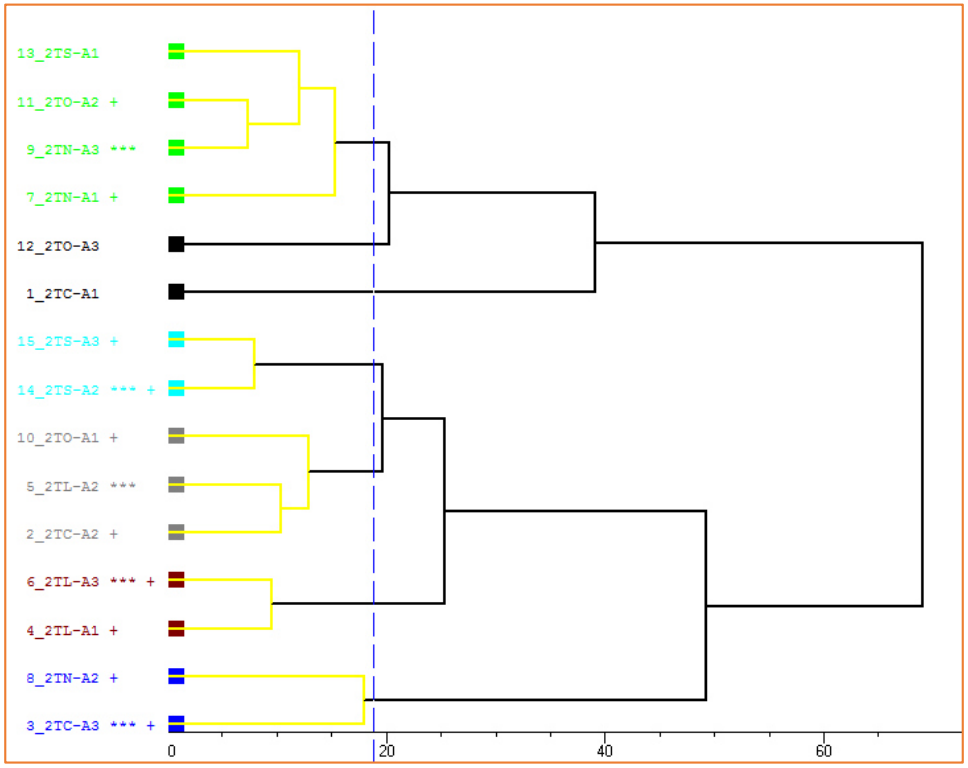
B.1.2 - Análise de cluster do bloco #2

Figura 87 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Geral.



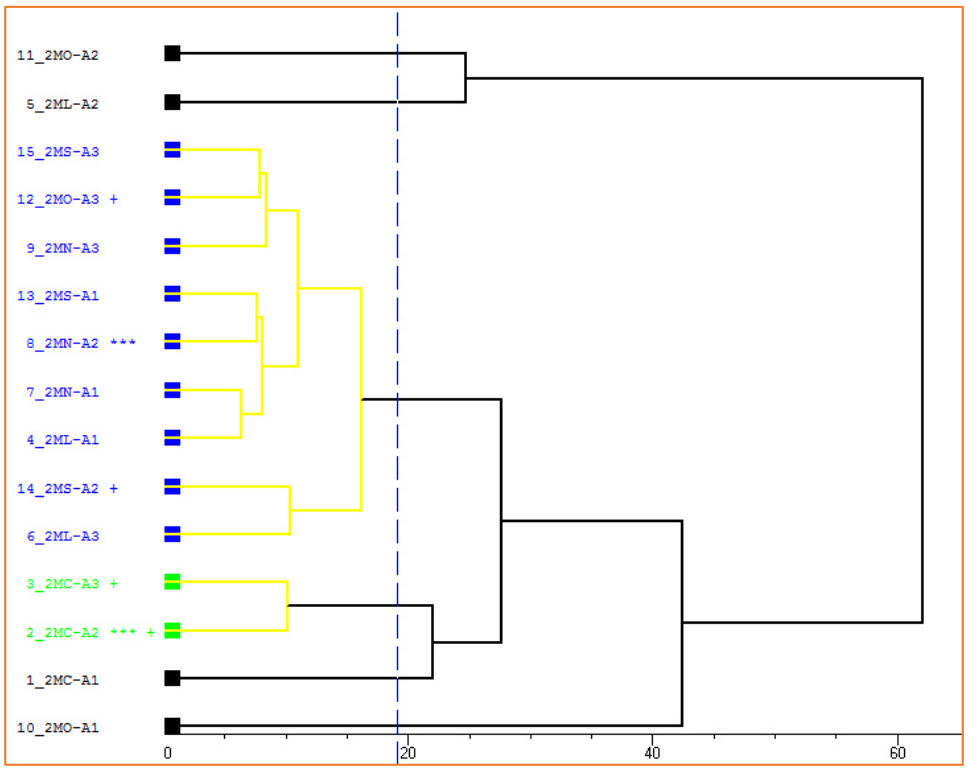
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 88 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região do topo.



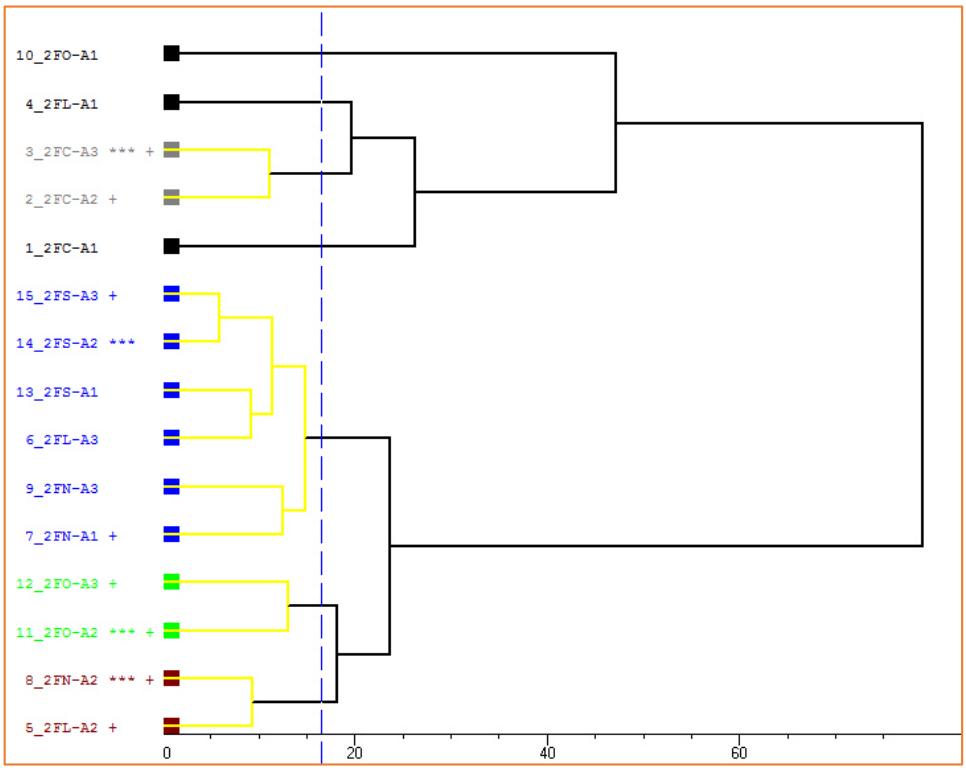
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 89 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do meio.



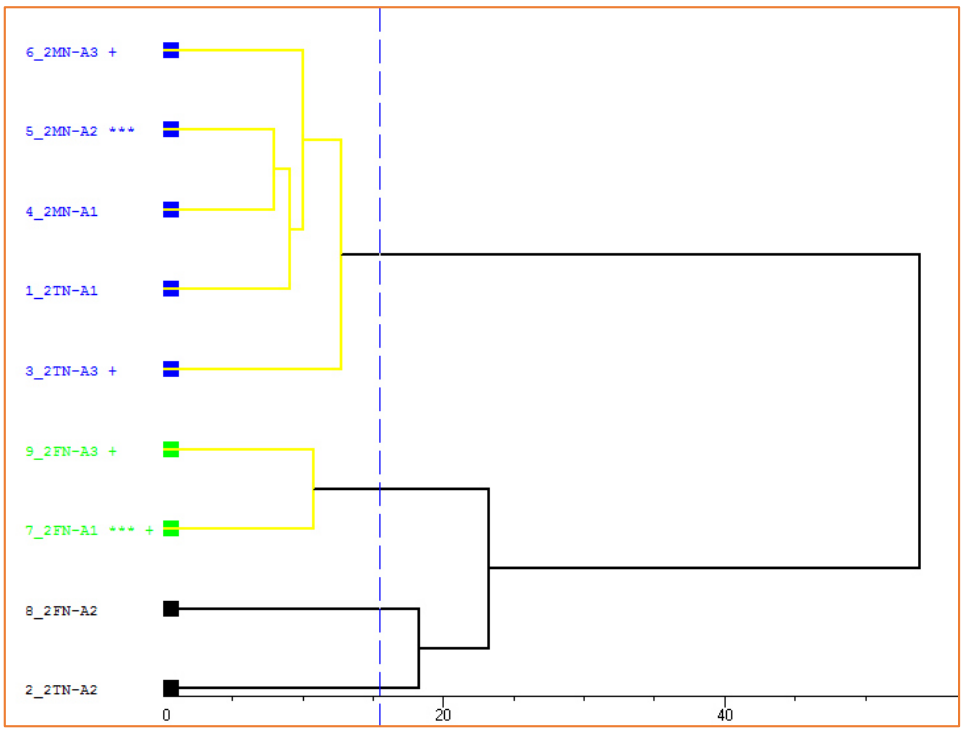
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 90 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região do fundo.



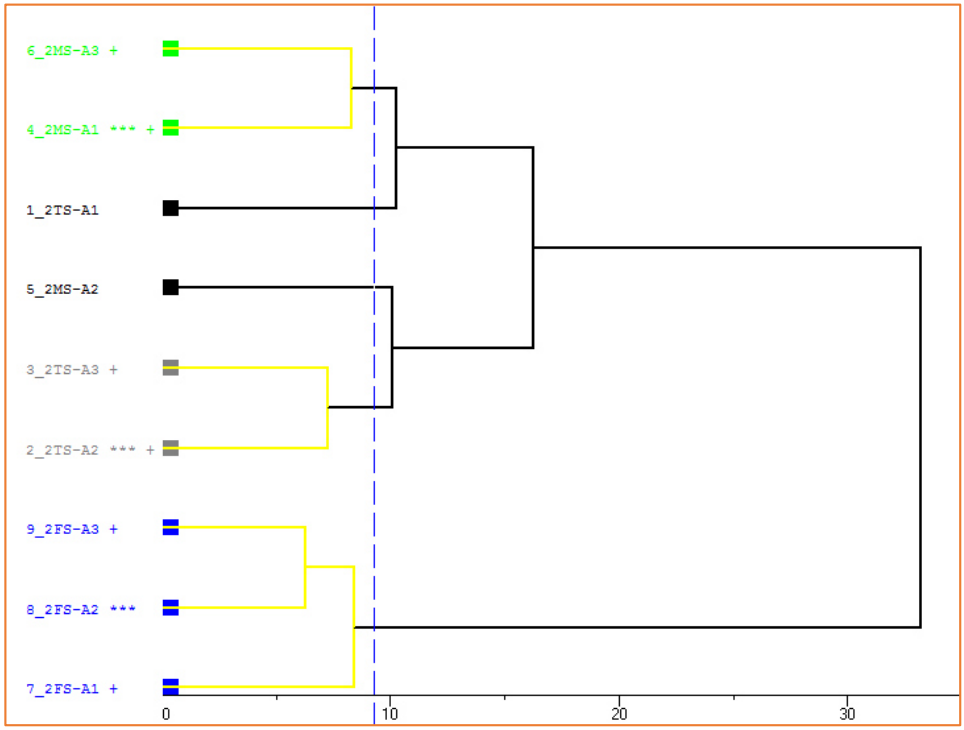
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 91 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região norte.



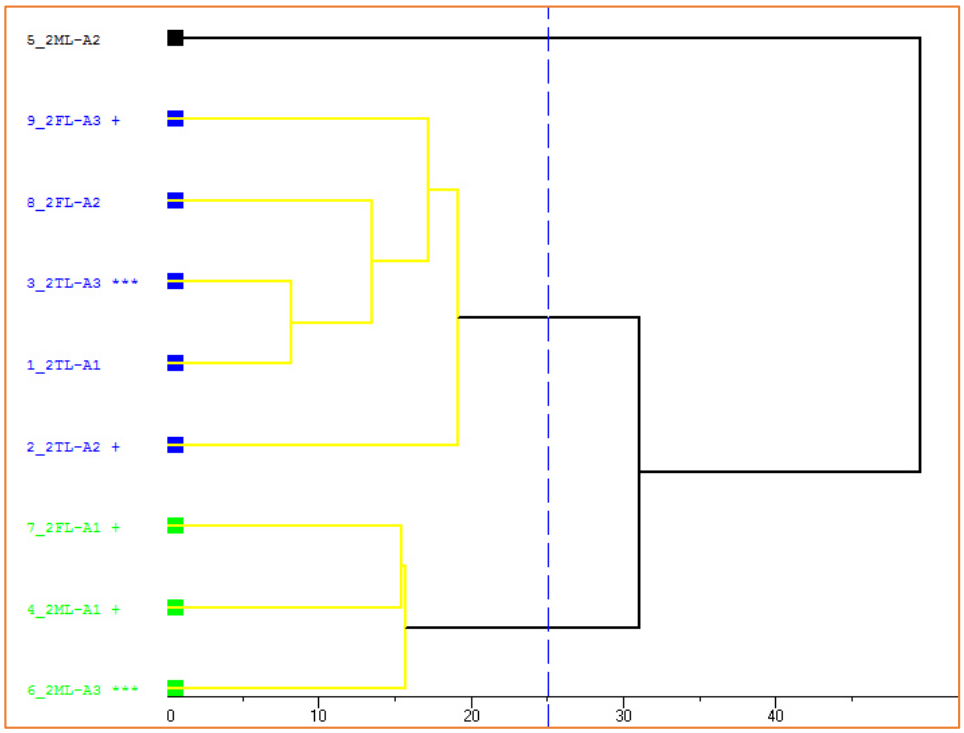
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 92 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região sul.



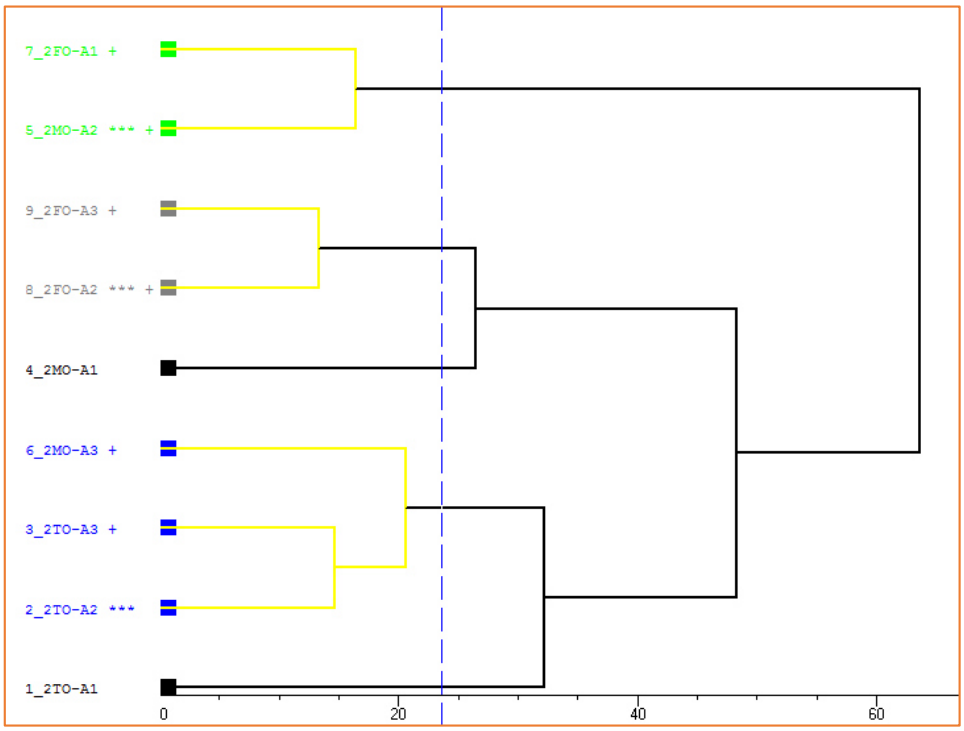
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 93 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região leste.



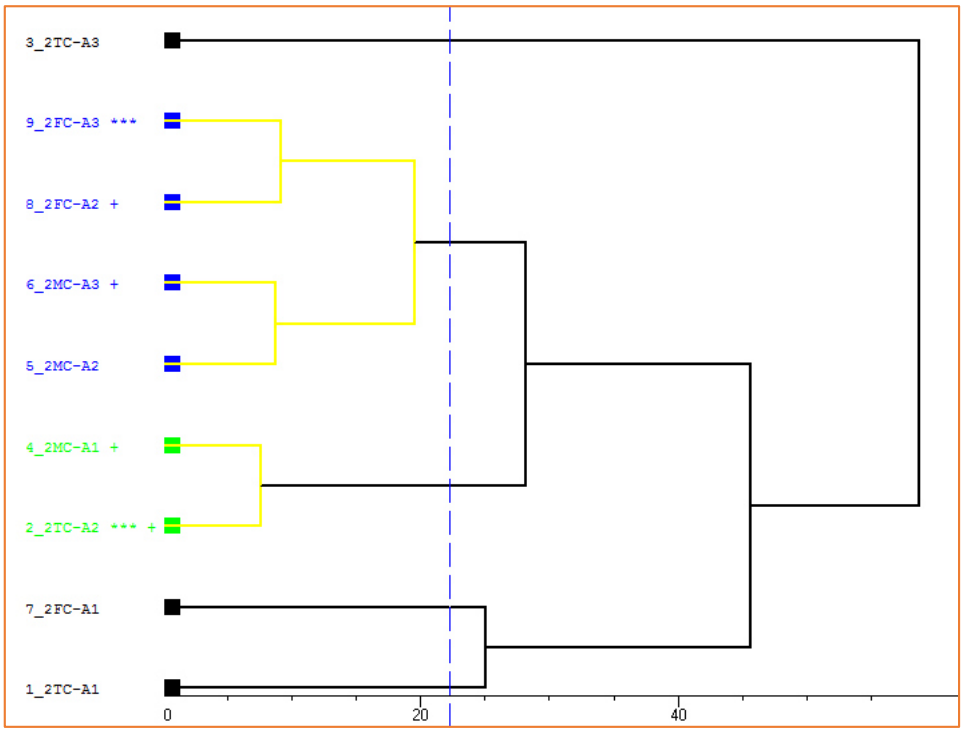
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 94 – Análise de cluster de alumina eletrofundida marrom: Região oeste.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 95 – Análise de cluster da alumina eletrofundida marrom: Região centro.

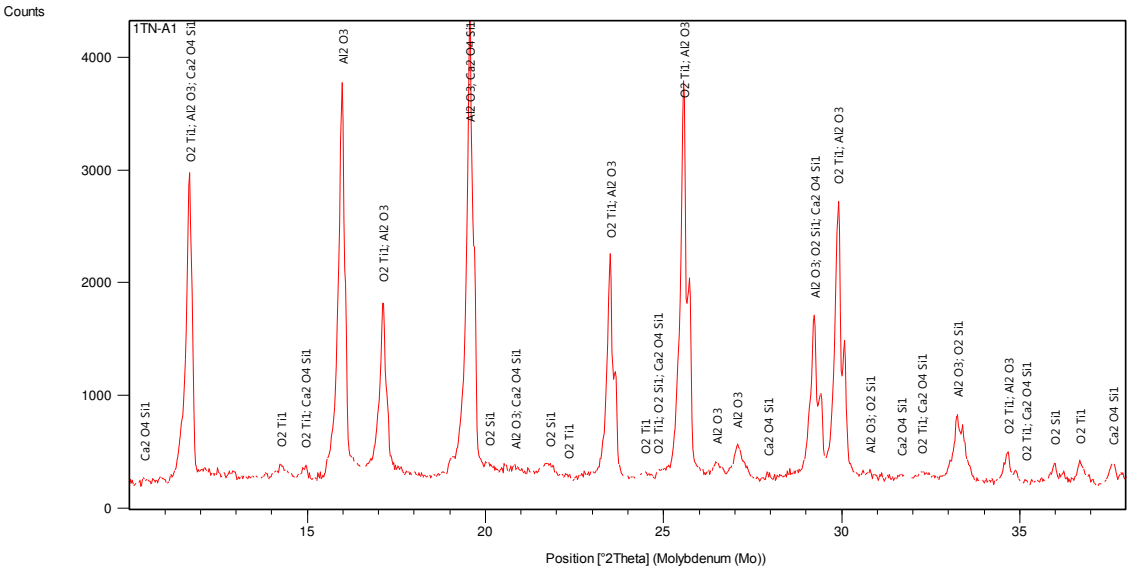


Fonte: Elaborado pelo autor.

B.2 - Análise de fases mineralógicas do bloco #1 e do bloco #2

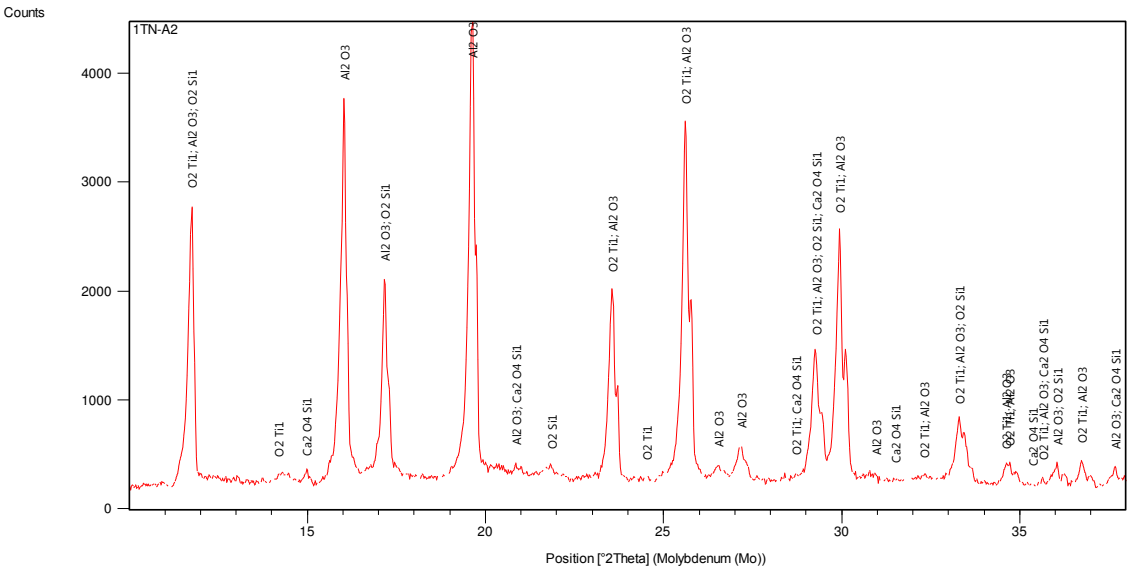
B.2.1 - Análise de fases mineralógicas de todas as elevações e posições do bloco #1

Figura 96 - Difratograma da amostra 1 da região norte do topo do bloco 1 (1TN-A1).



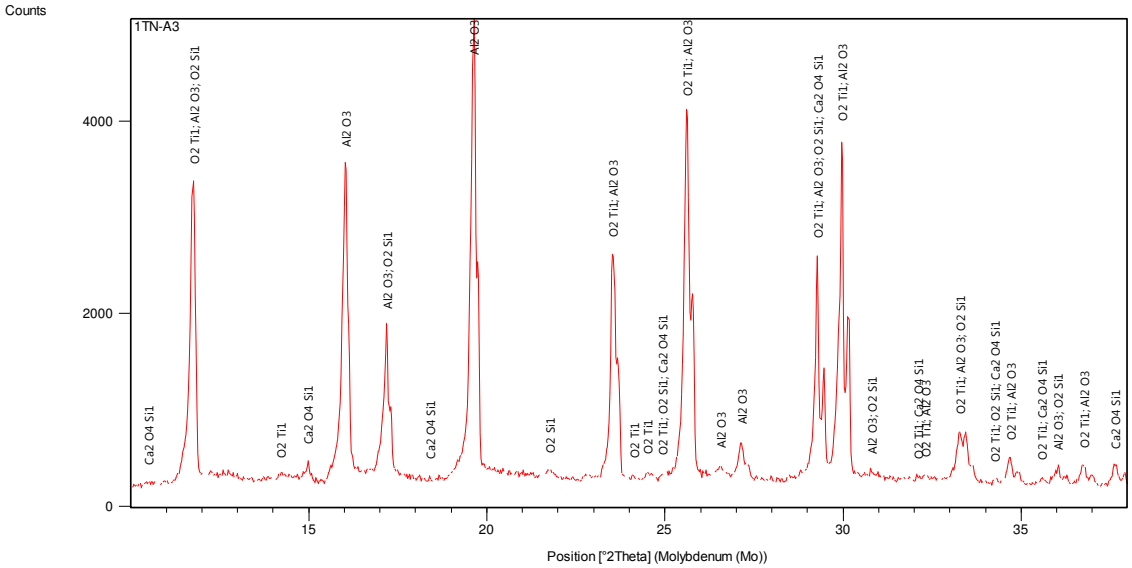
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 97 - Difratograma da amostra 2 da região norte do topo do bloco 1 (1TN-A2).



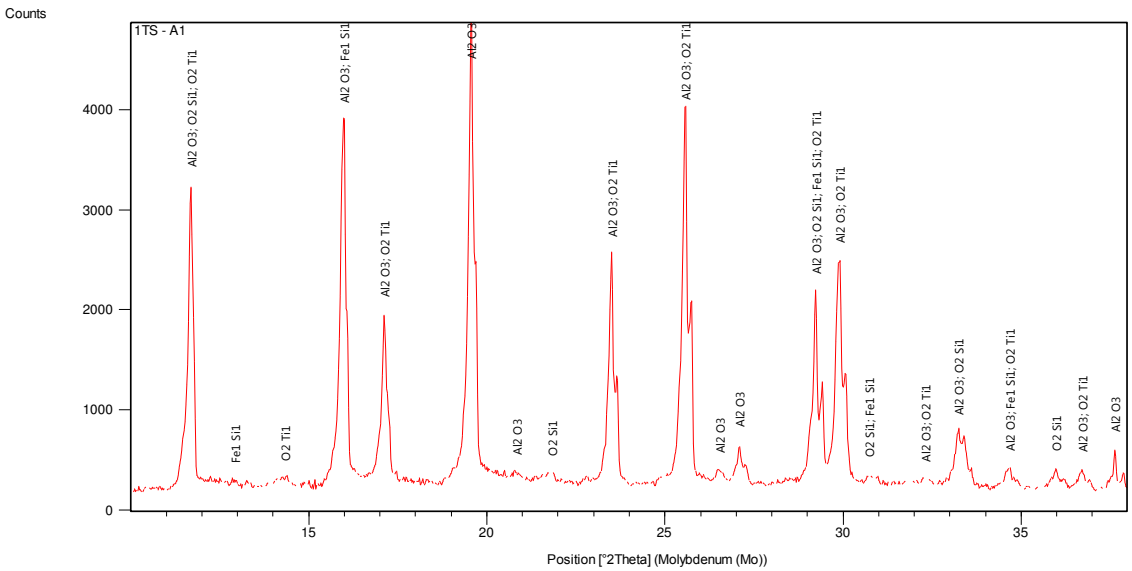
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 98 - Difratograma da amostra 3 da região norte do topo do bloco 1 (1TN-A3).



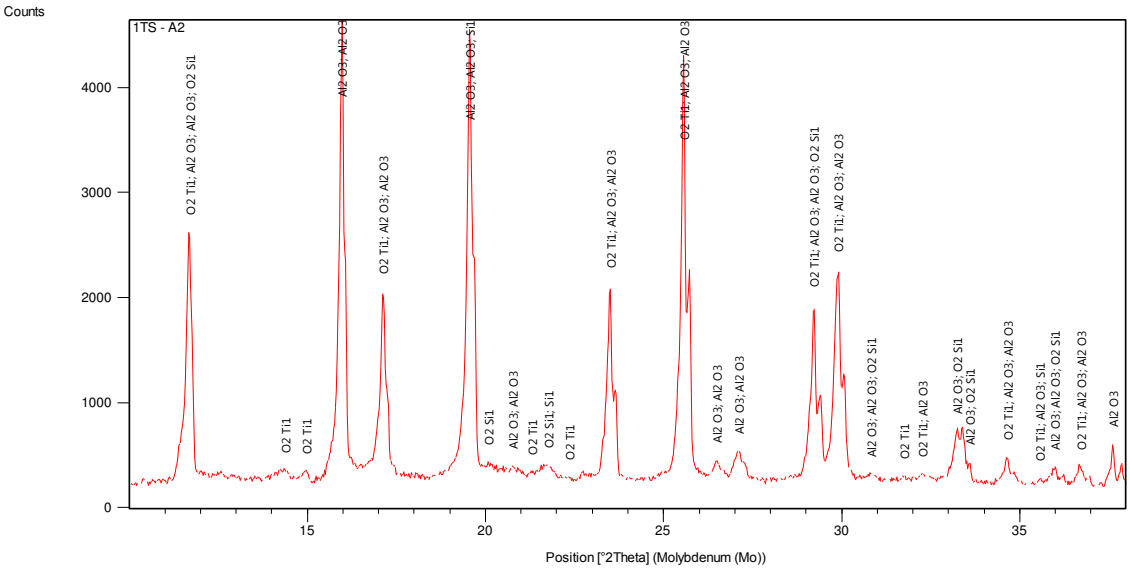
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 99 - Difratograma da amostra 1 da região sul do topo do bloco 1 (1TS-A1).



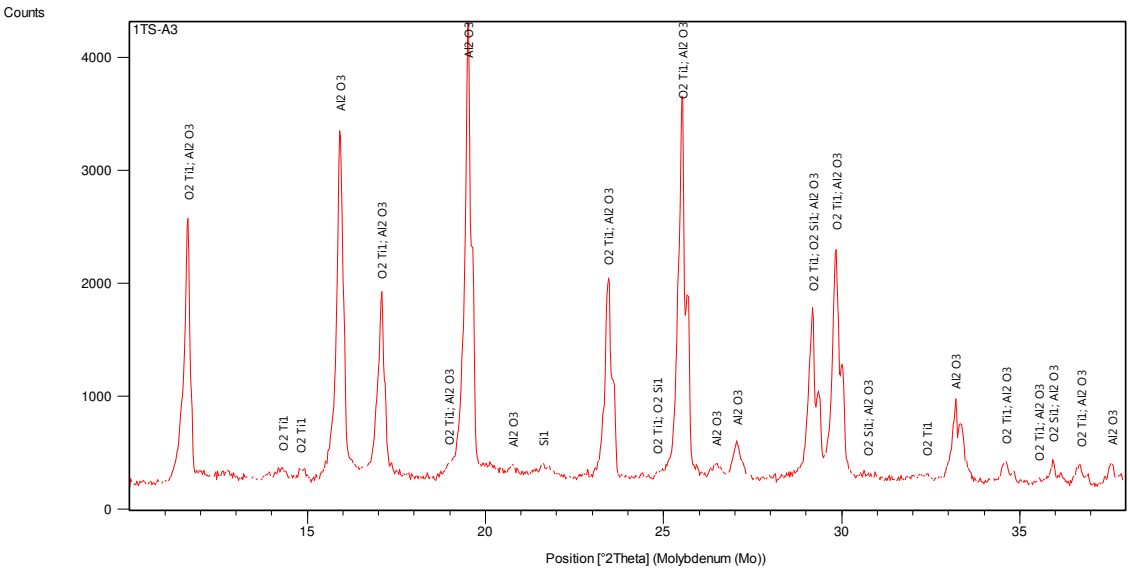
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 100 - Difratograma da amostra 2 da região sul do topo do bloco 1 (1TS-A2).



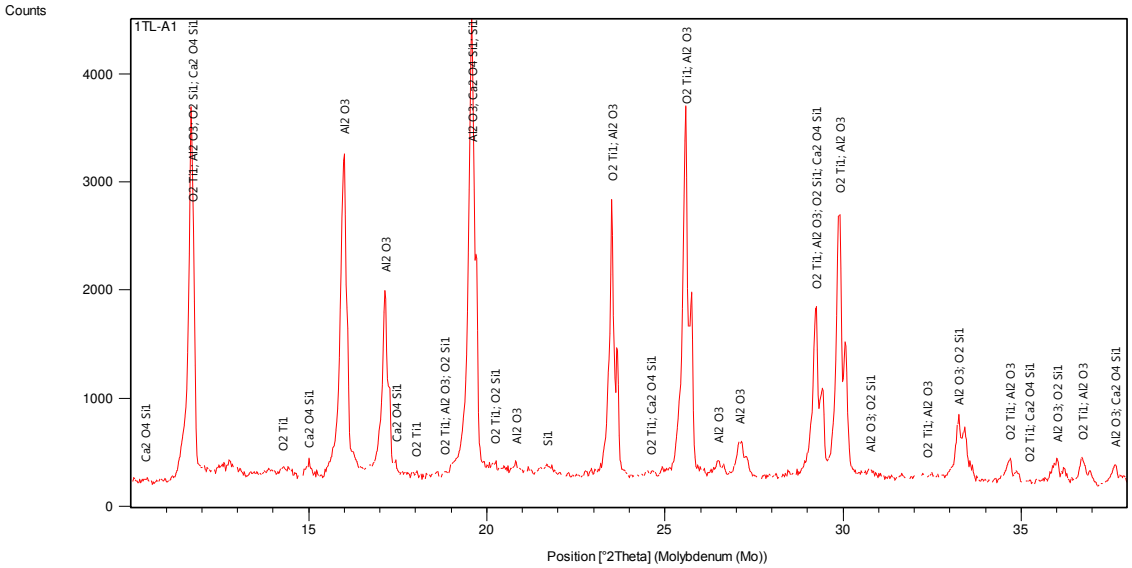
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 101 - Difratograma da amostra 3 da região sul do topo do bloco 1 (1TS-A3).



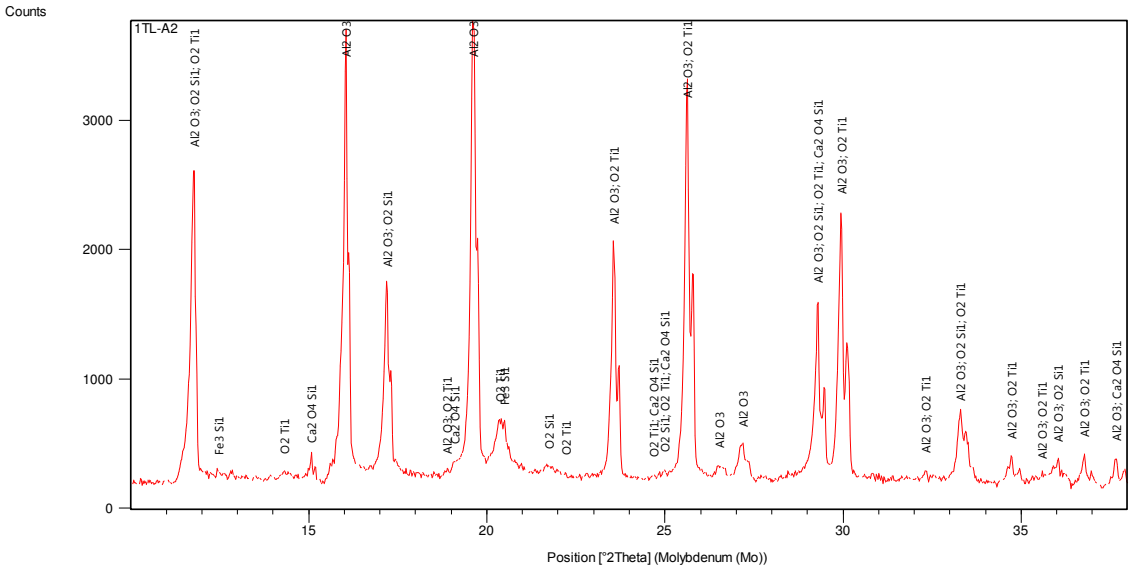
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 102 - Difratograma da amostra 1 da região leste do topo do bloco 1 (1TL-A1).



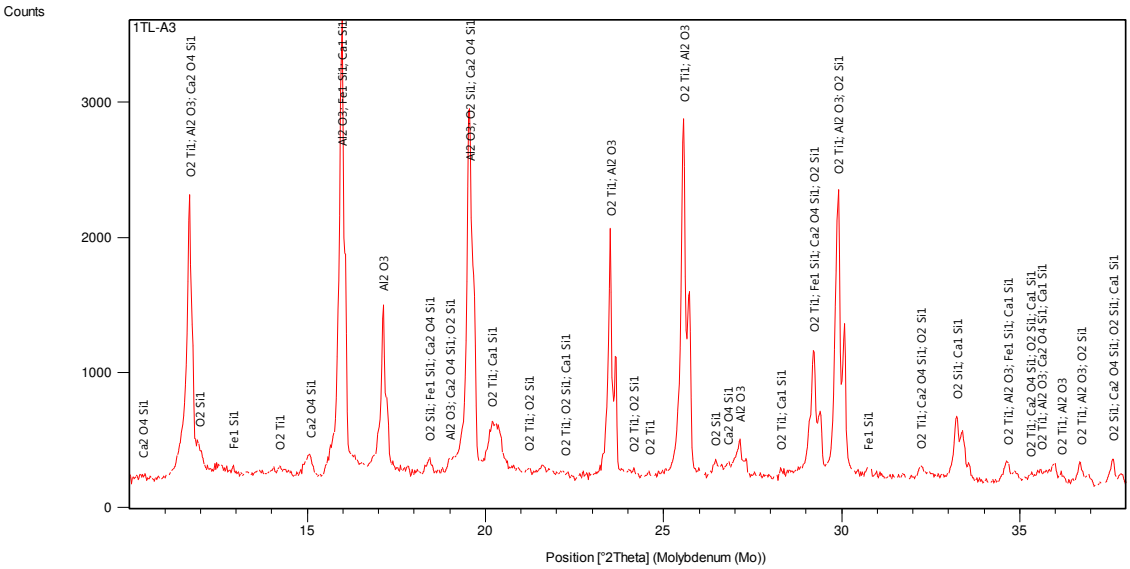
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 103 - Difratograma da amostra 2 da região leste do topo do bloco 1 (1TL-A2).



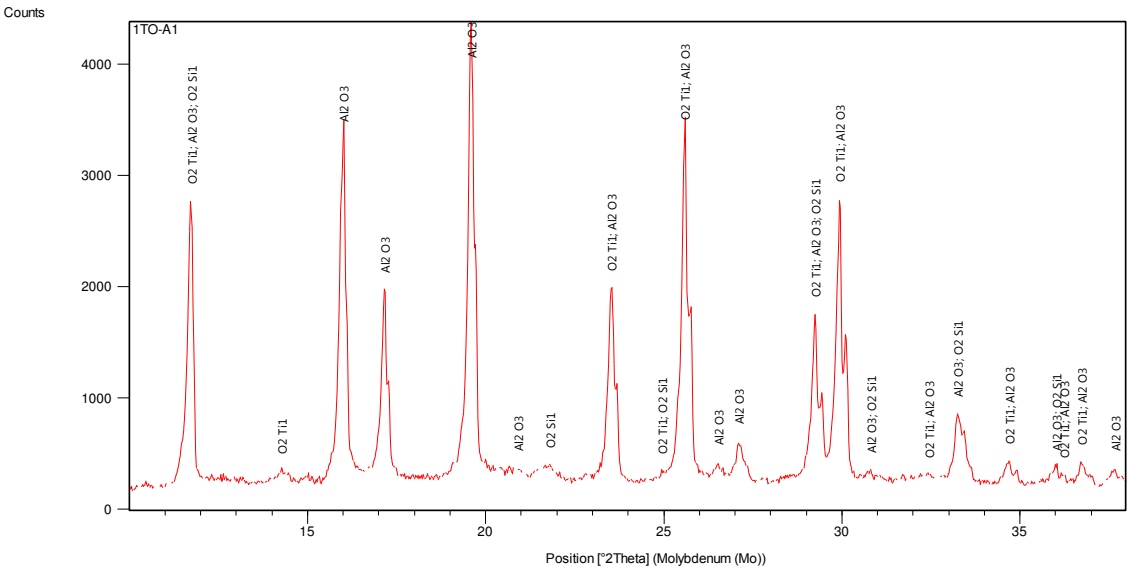
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 104 - Difratograma da amostra 3 da região leste do topo do bloco 1 (1TL-A3).



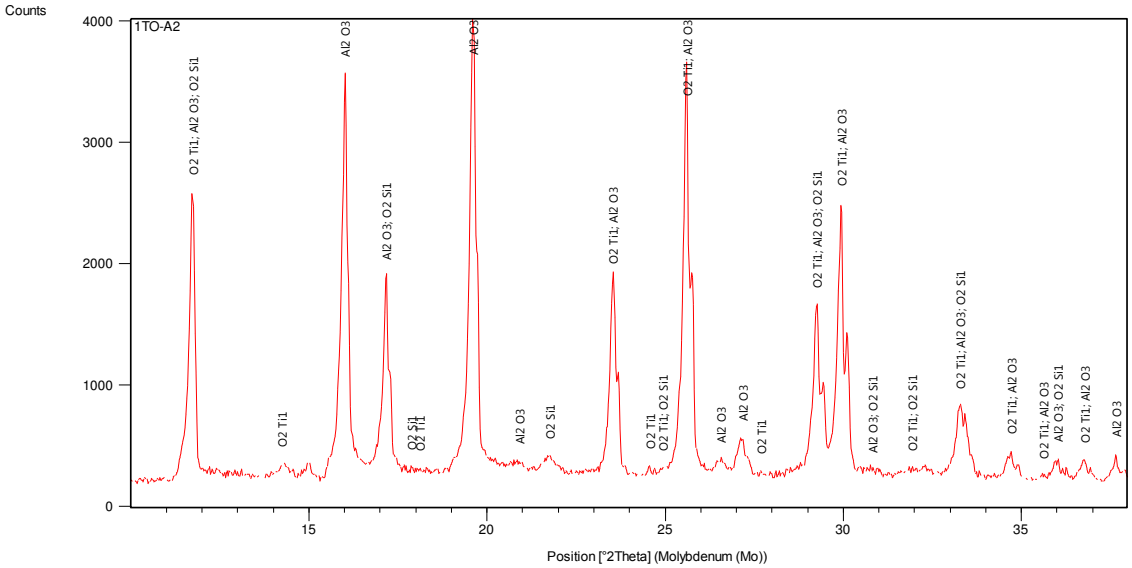
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 105 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do topo do bloco 1 (1TO-A1).



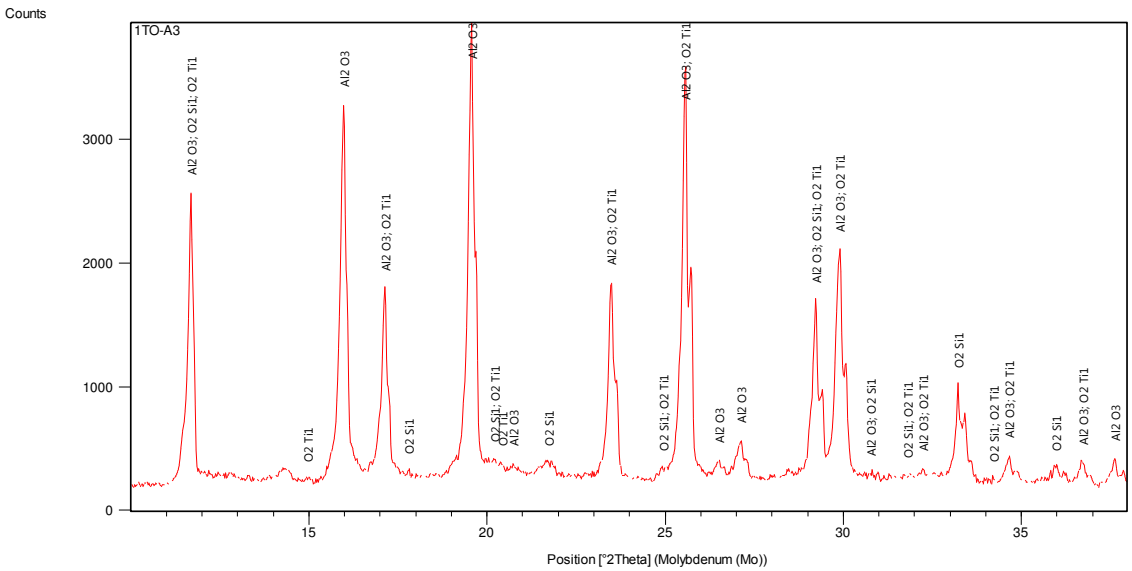
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 106 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do topo do bloco 1 (1TO-A2).



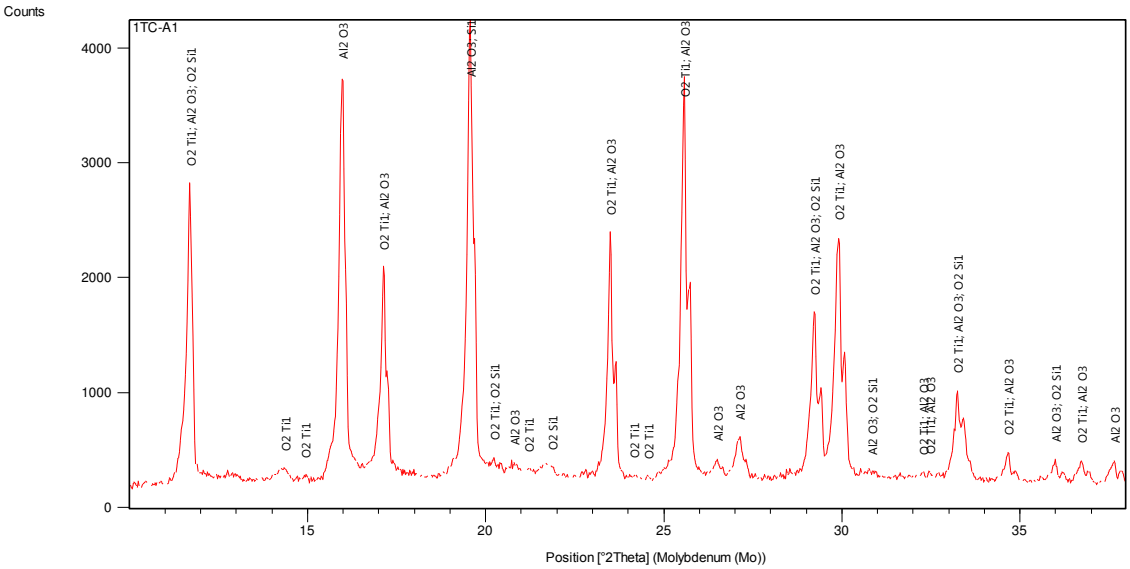
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 107 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do topo do bloco 1 (1TO-A3).



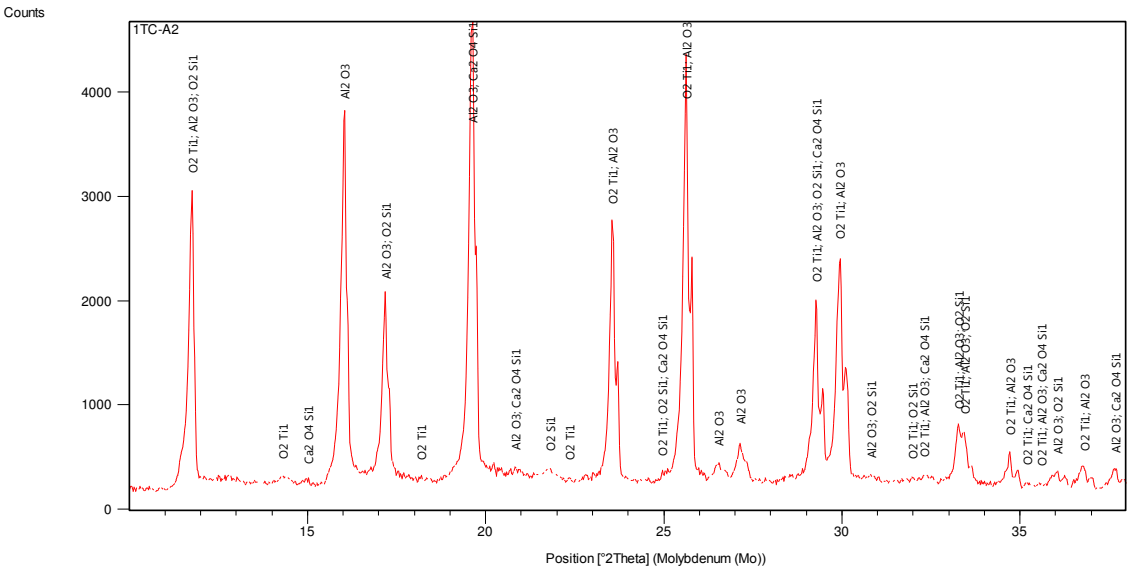
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 108 - Difratograma da amostra 1 da região centro do topo do bloco 1 (1TC-A1).



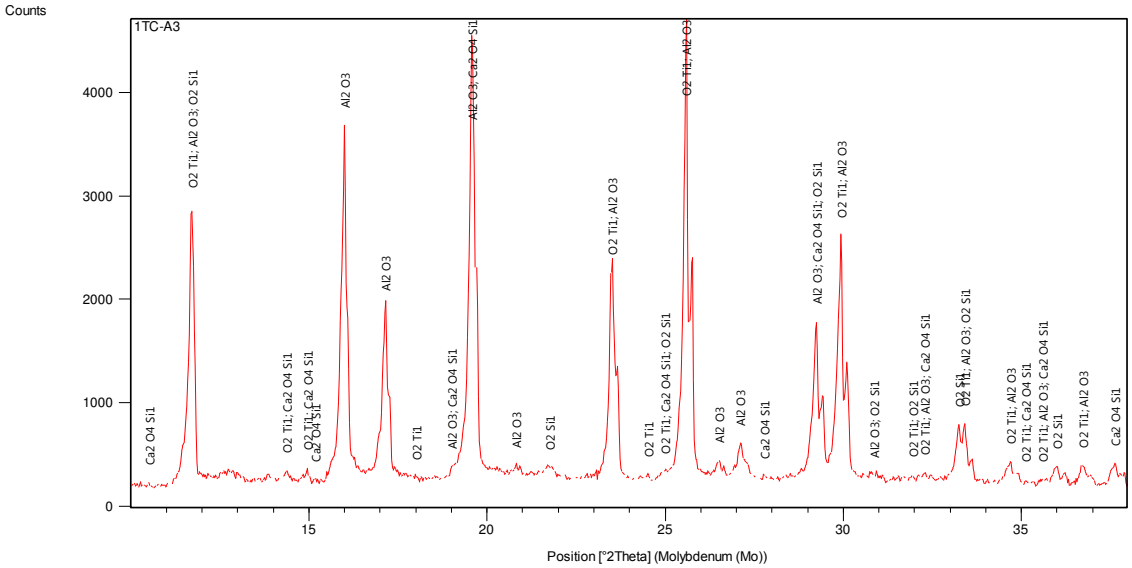
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 109 - Difratograma da amostra 2 da região centro do topo do bloco 1 (1TC-A2).



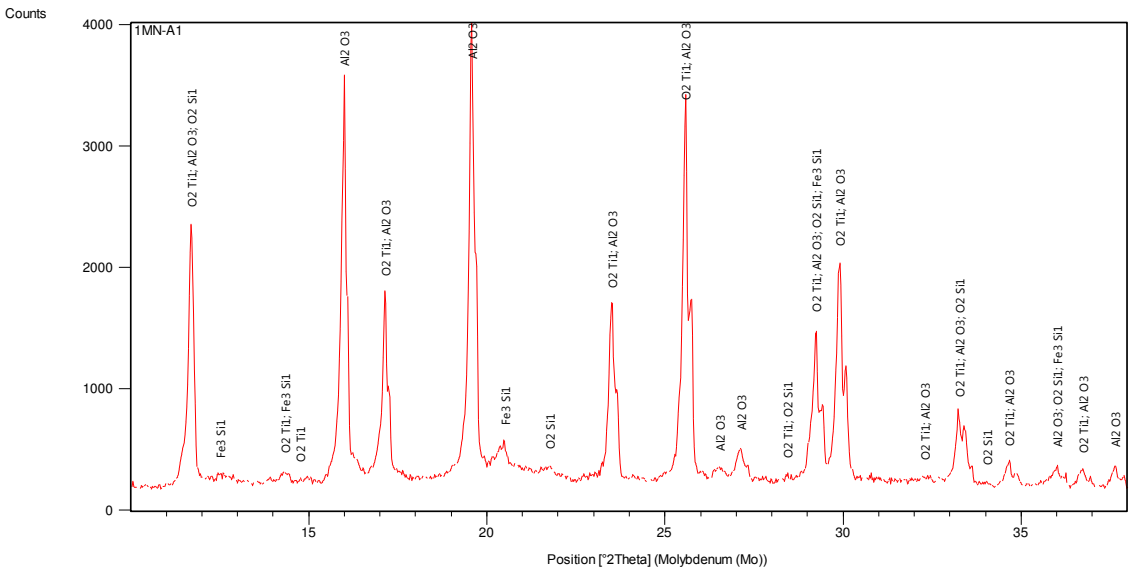
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 110 - Difratograma da amostra 3 da região centro do topo do bloco 1 (1TC-A3).



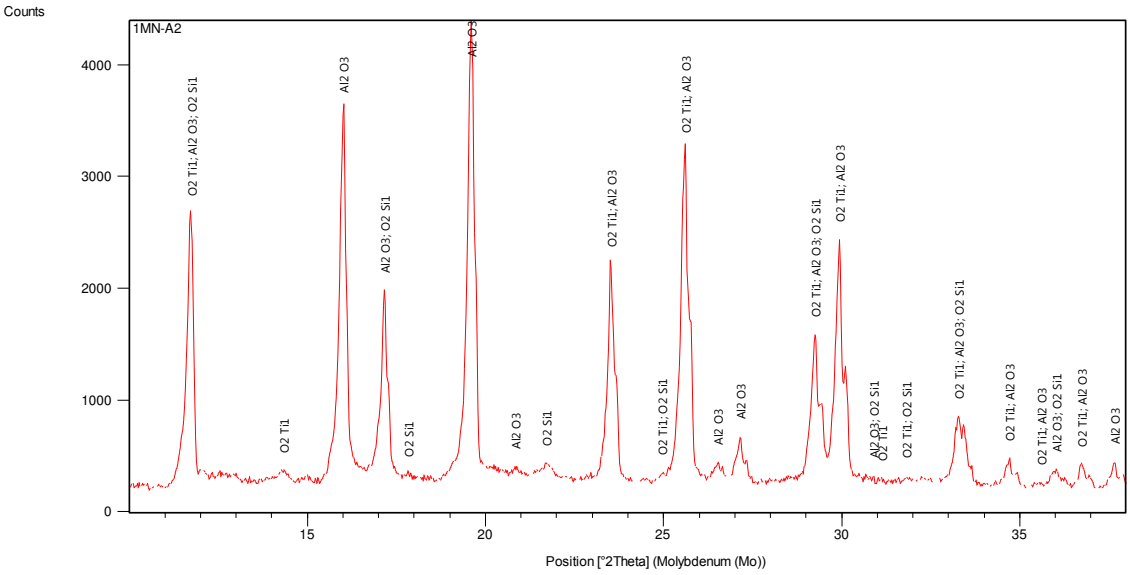
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 111 - Difratograma da amostra 1 da região norte do meio do bloco 1 (1MN-A1).



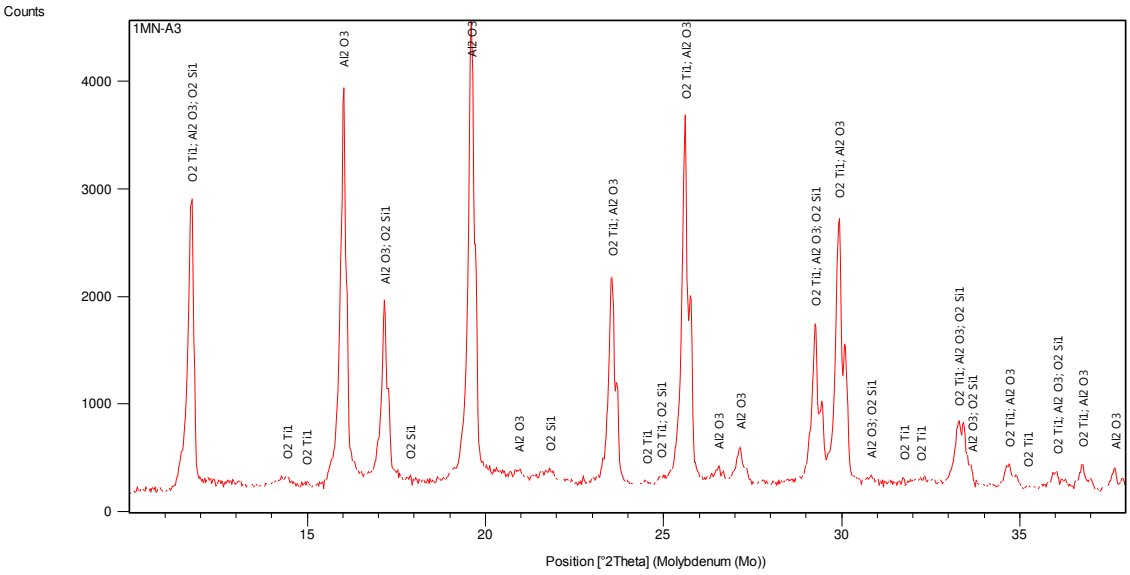
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 112 - Difratograma da amostra 2 da região norte do meio do bloco 1 (1MN-A2).



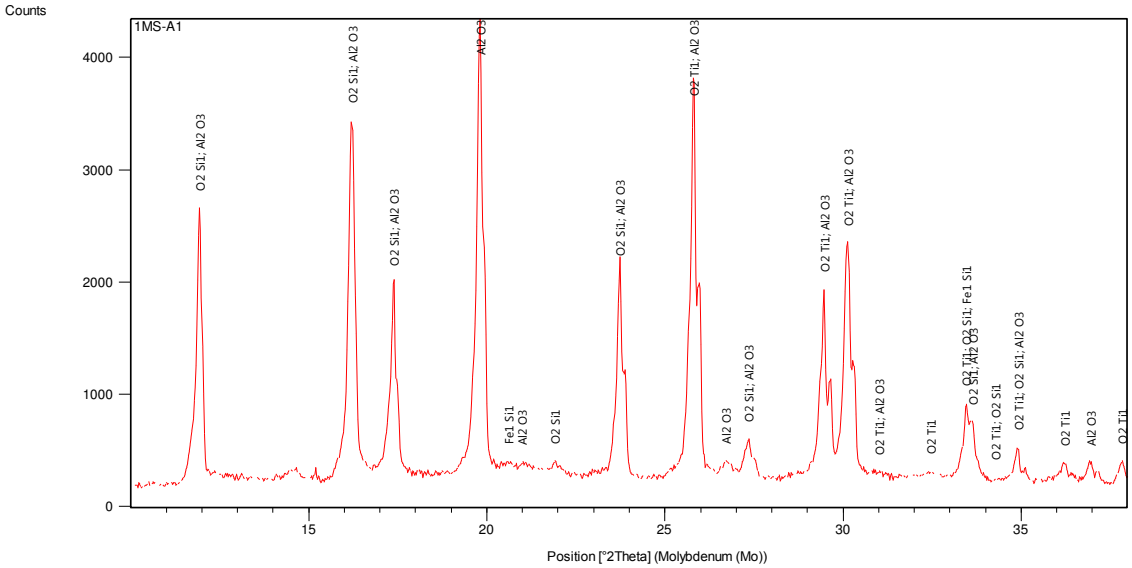
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 113 - Difratograma da amostra 3 da região norte do meio do bloco 1 (1MN-A3).



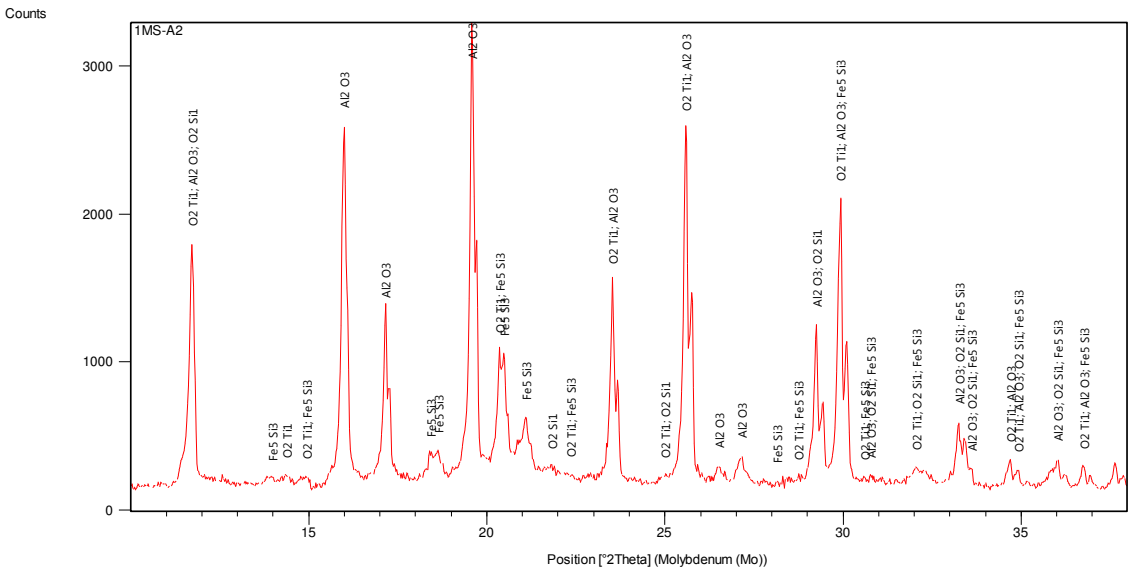
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 114 - Difratograma da amostra 1 da região sul do meio do bloco 1 (1MS-A1).



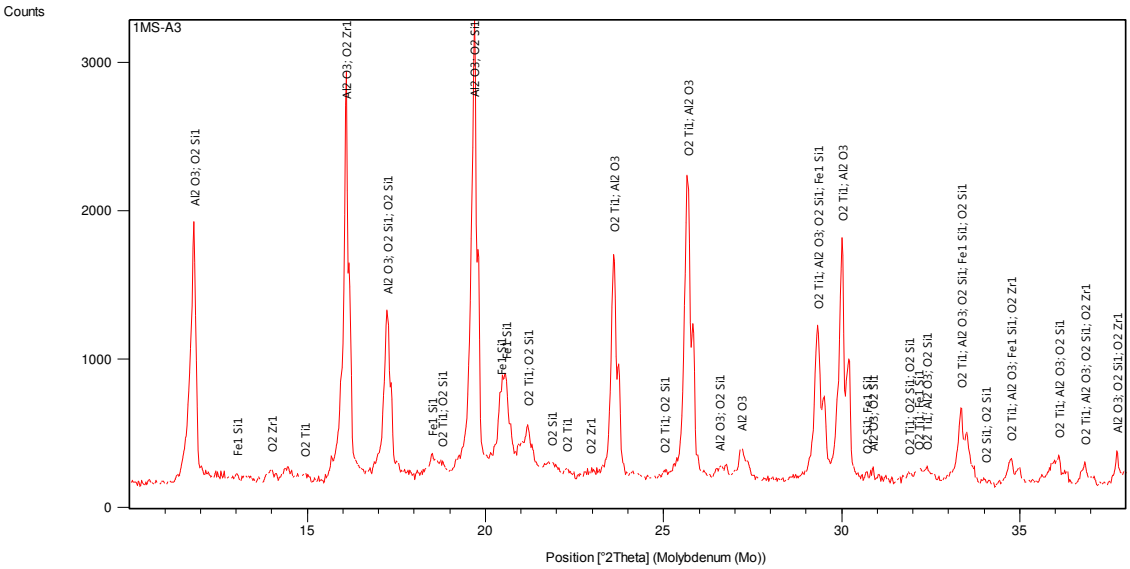
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 115 - Difratograma da amostra 2 da região sul do meio do bloco 1 (1MS-A2).



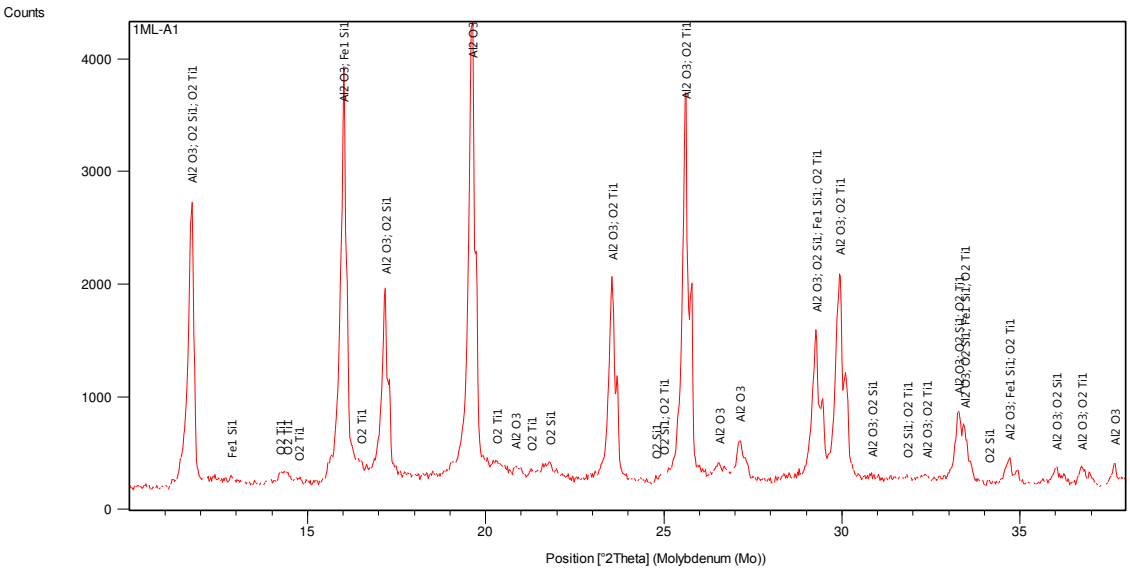
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 116 - Difratograma da amostra 3 da região sul do meio do bloco 1 (1MS-A3).



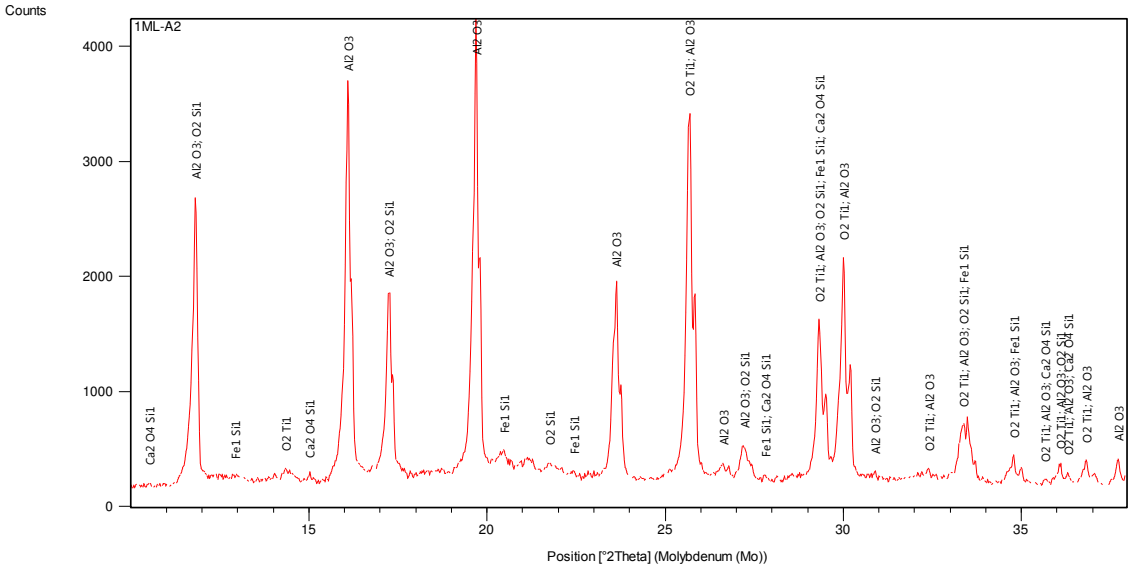
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 117 - Difratograma da amostra 1 da região leste do meio do bloco 1 (1ML-A1).



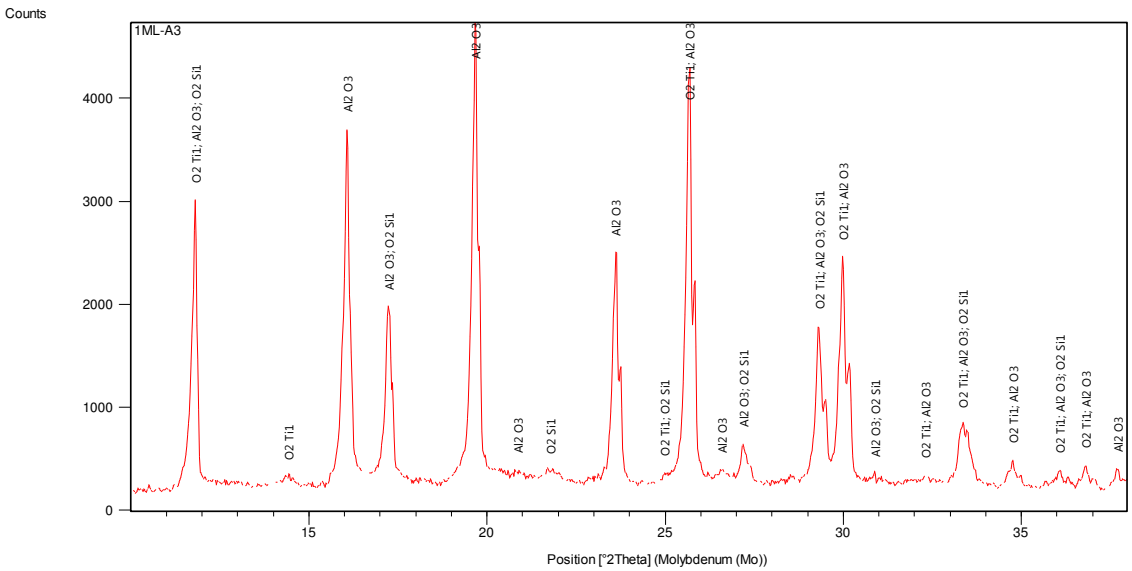
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 118 - Difratograma da amostra 2 da região leste do meio do bloco 1 (1ML-A2).



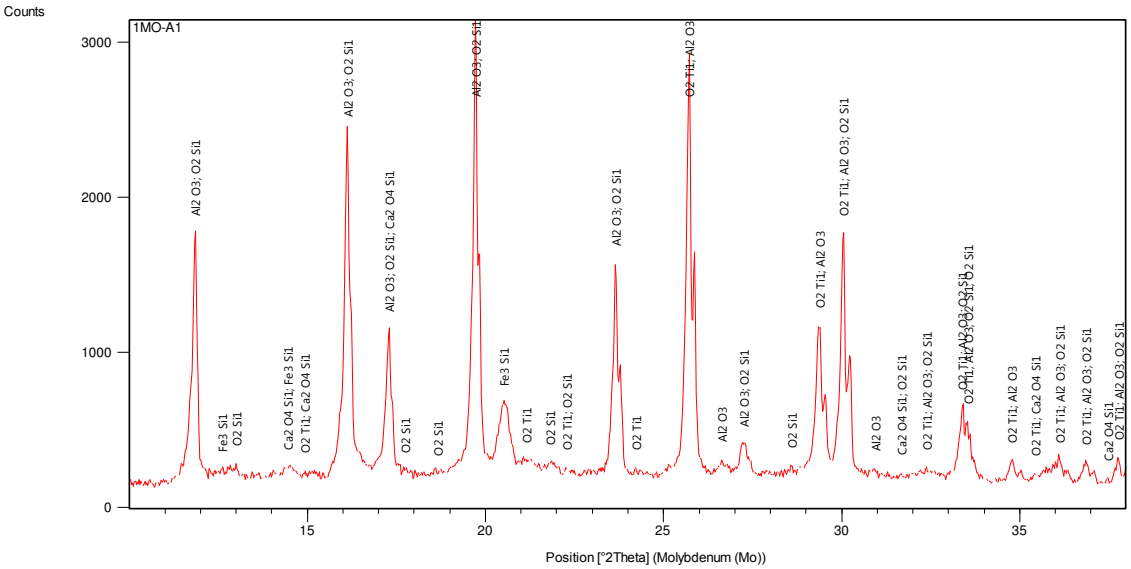
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 119 - Difratograma da amostra 3 da região leste do meio do bloco 1 (1ML-A3).



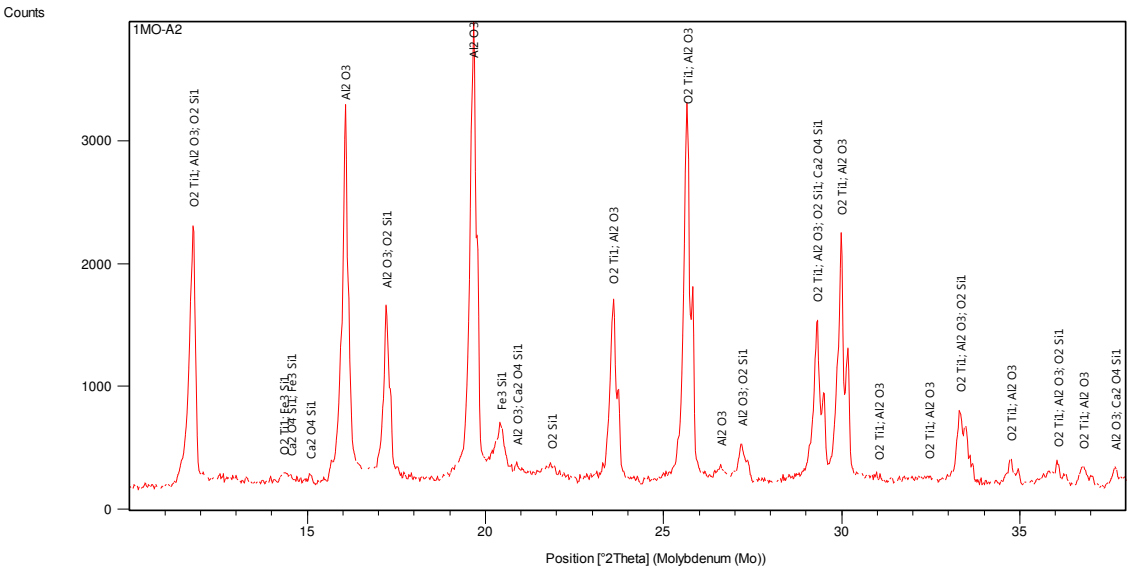
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 120 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do meio do bloco 1 (1MO-A1).



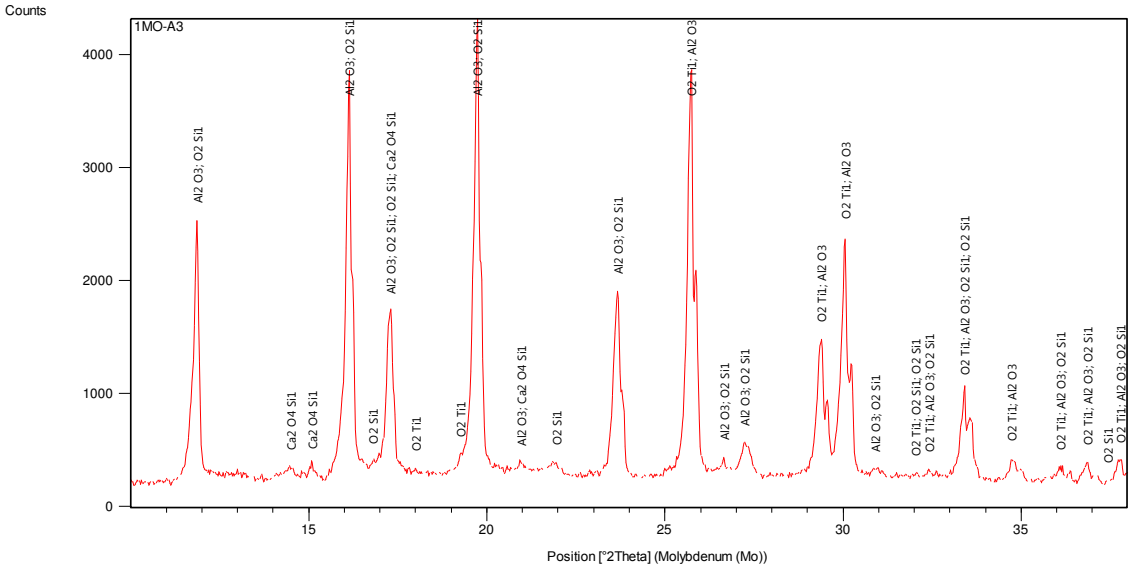
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 121 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do meio do bloco 1 (1MO-A2).



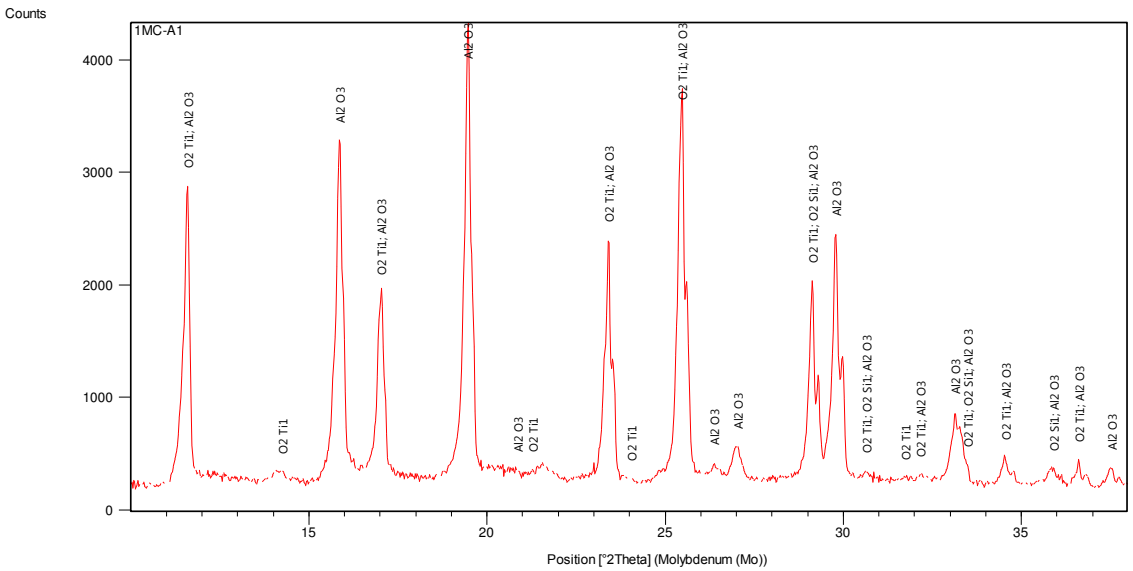
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 122 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do meio do bloco 1 (1MO-A3).



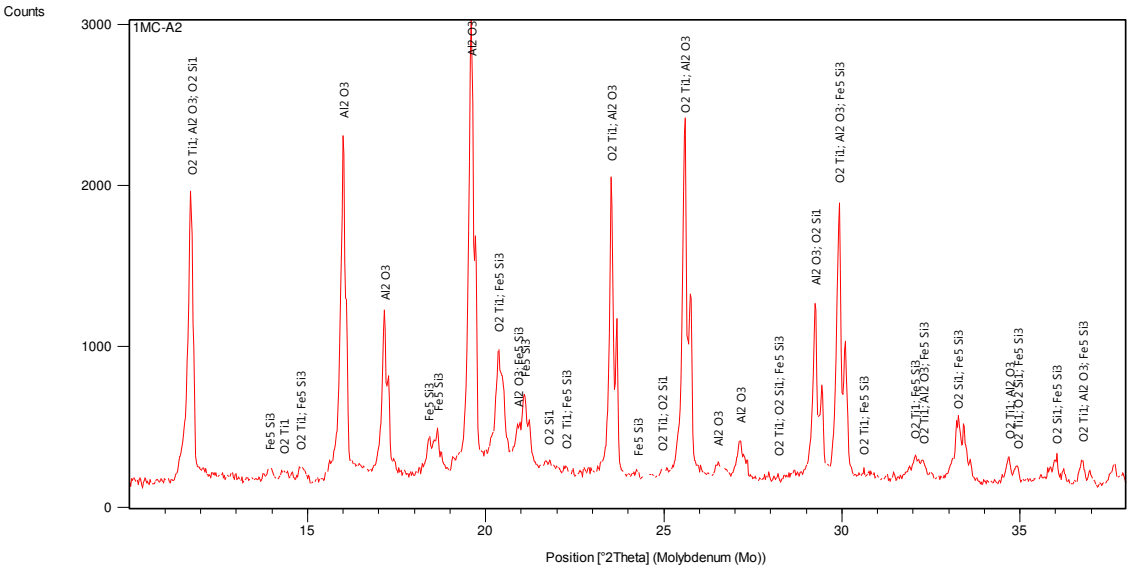
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 123 - Difratograma da amostra 1 da região centro do meio do bloco 1 (1MC-A1).



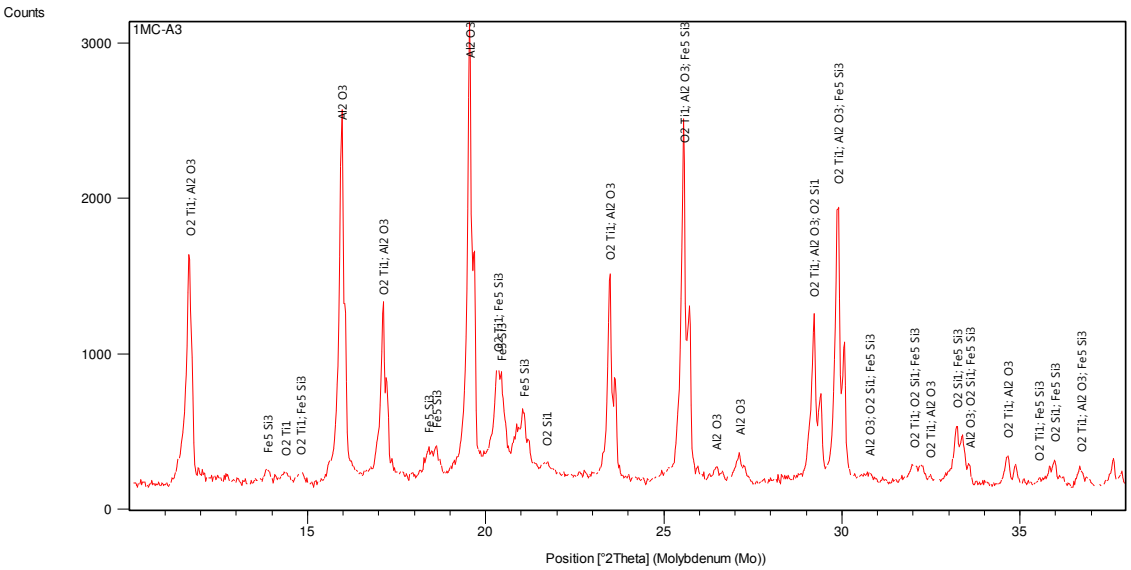
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 124 - Difratograma da amostra 2 da região centro do meio do bloco 1 (1MC-A2).



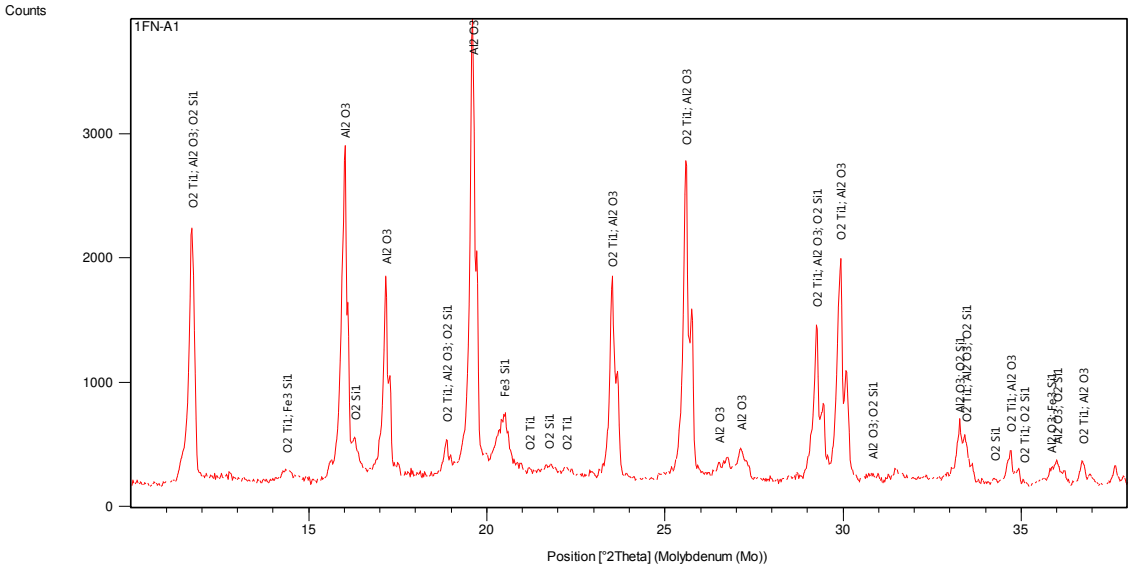
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 125 - Difratograma da amostra 3 da região centro do meio do bloco 1 (1MC-A3).



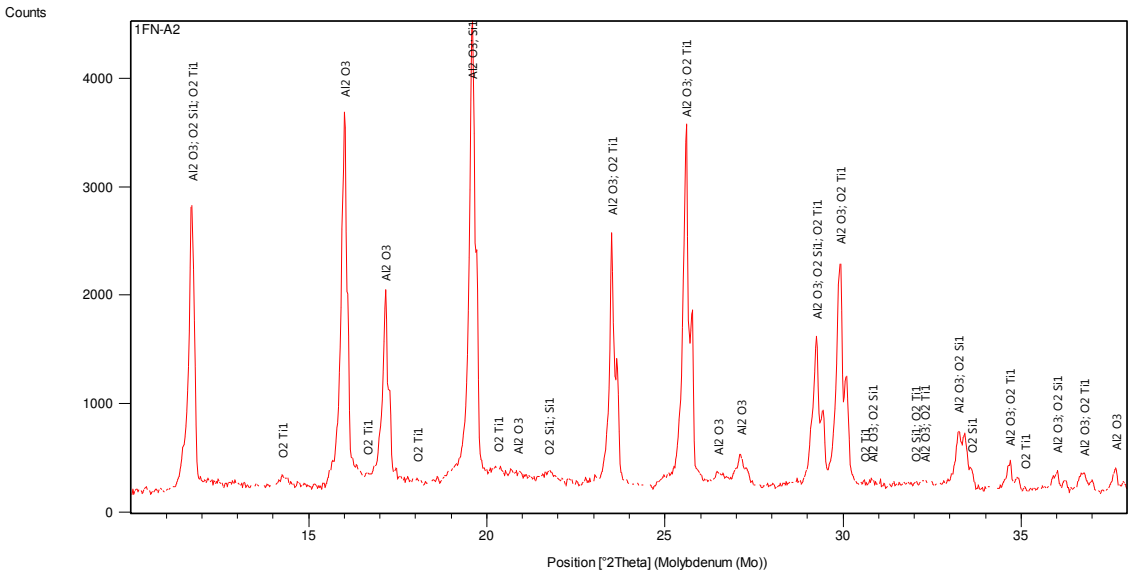
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 126 - Difratograma da amostra 1 da região norte do fundo do bloco 1 (1FN-A1).



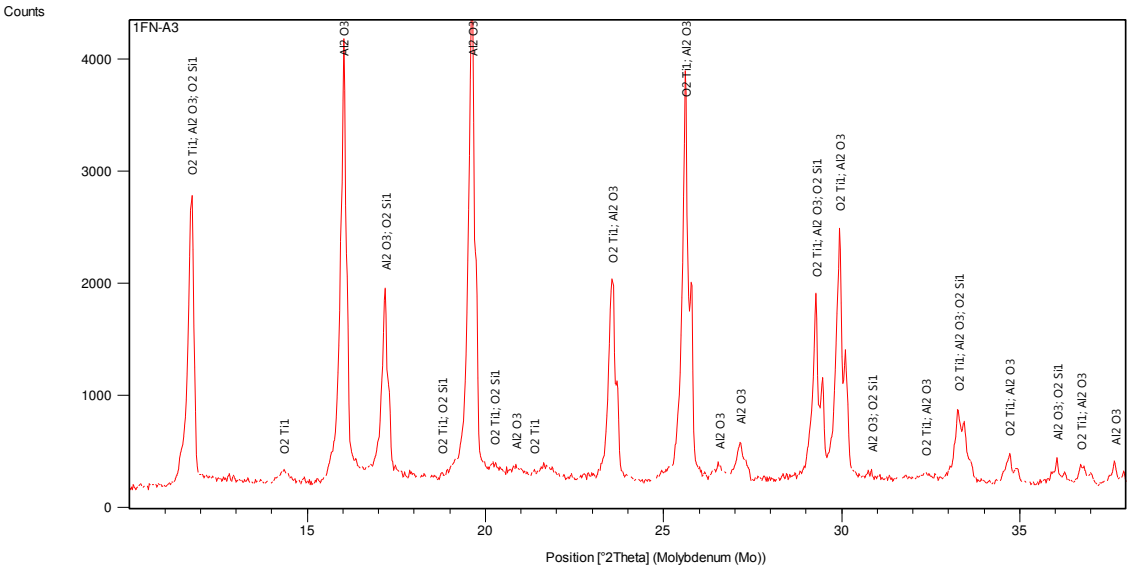
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 127 - Difratograma da amostra 2 da região norte do fundo do bloco 1 (1FN-A2).



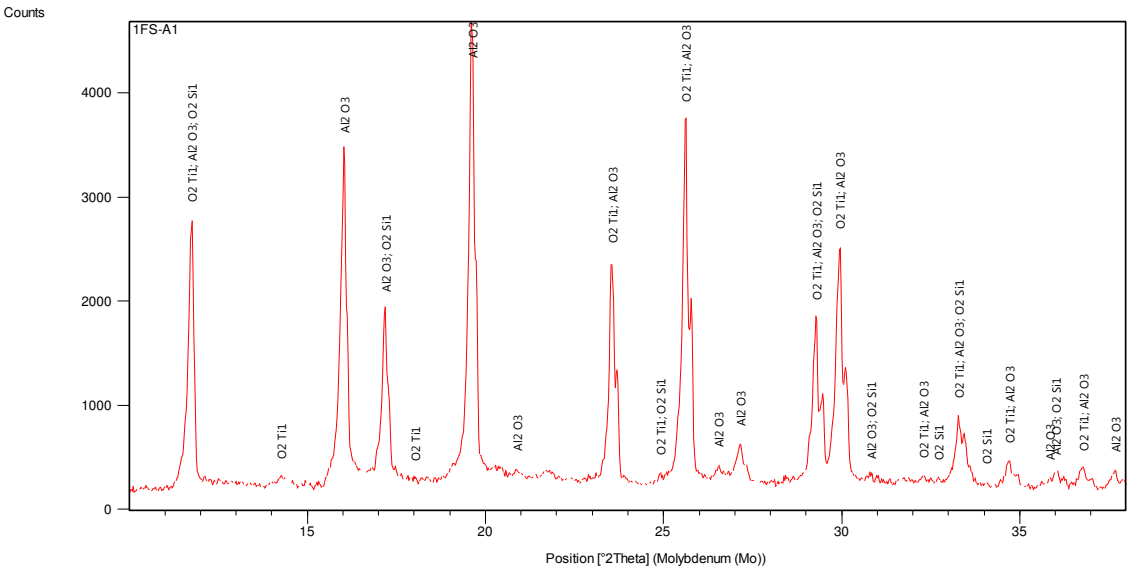
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 128 - Difratograma da amostra 3 da região norte do fundo do bloco 1 (1FN-A3).



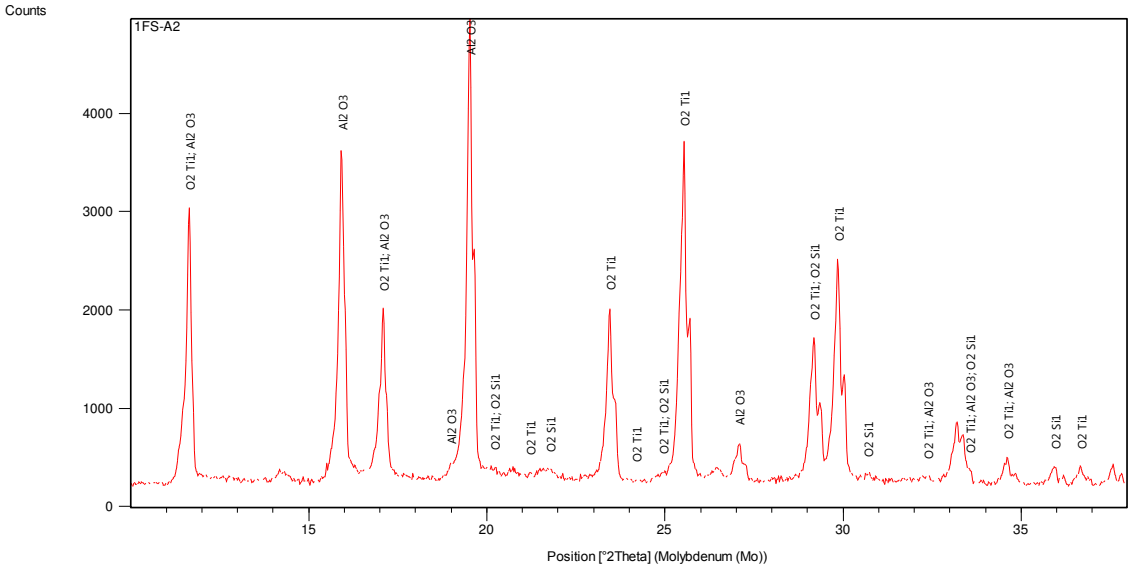
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 129 - Difratograma da amostra 1 da região sul do fundo do bloco 1 (1FS-A1).



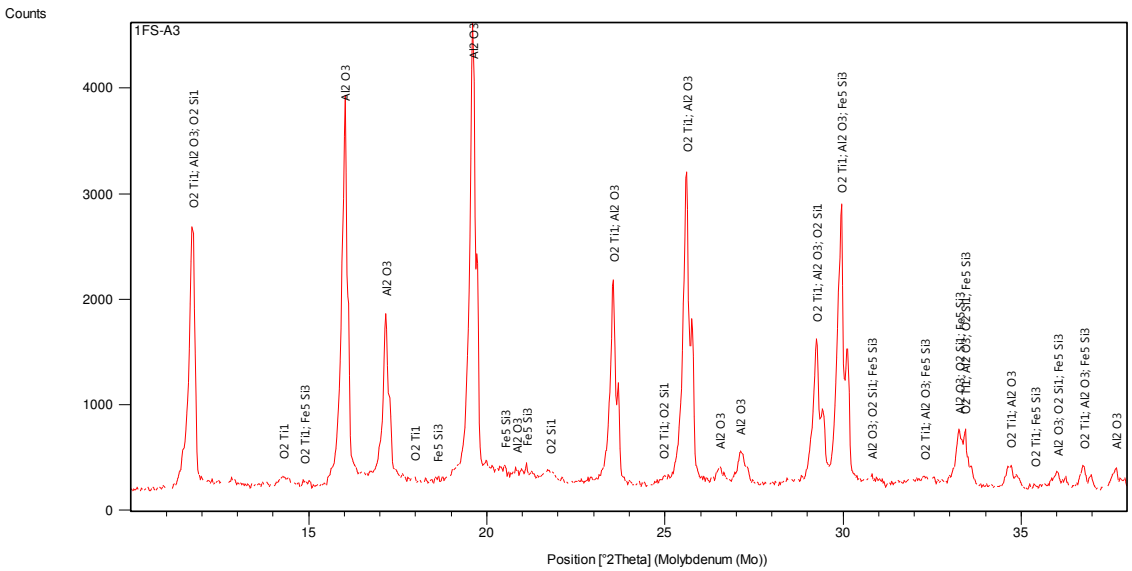
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 130 - Difratograma da amostra 2 da região sul do fundo do bloco 1 (1FS-A2).



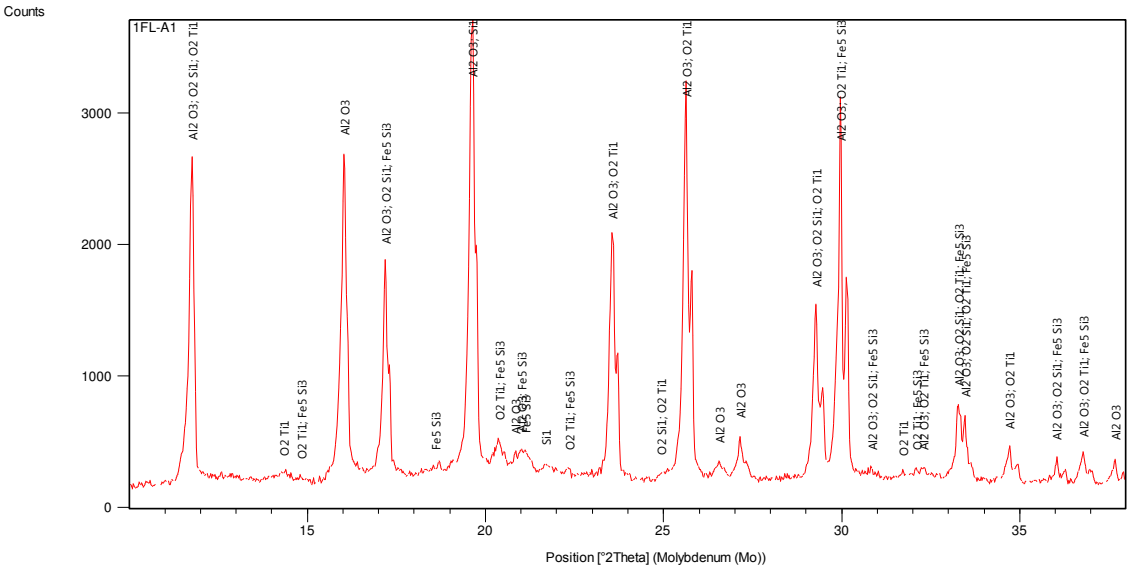
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 131 - Difratograma da amostra 3 da região sul do fundo do bloco 1 (1FS-A3).



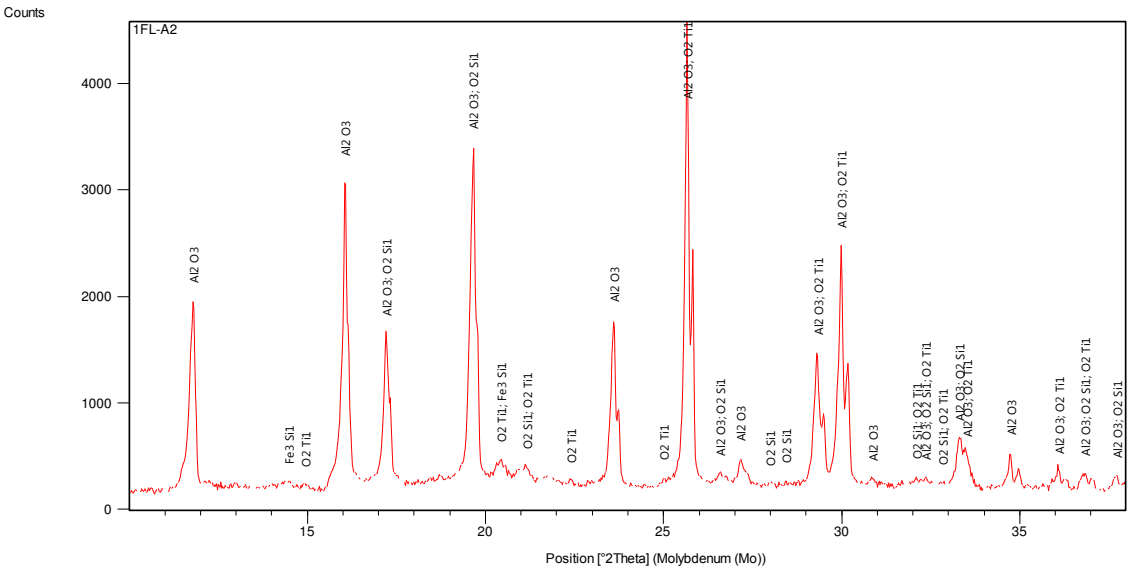
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 132 - Difratograma da amostra 1 da região leste do fundo do bloco 1 (1FL-A1).



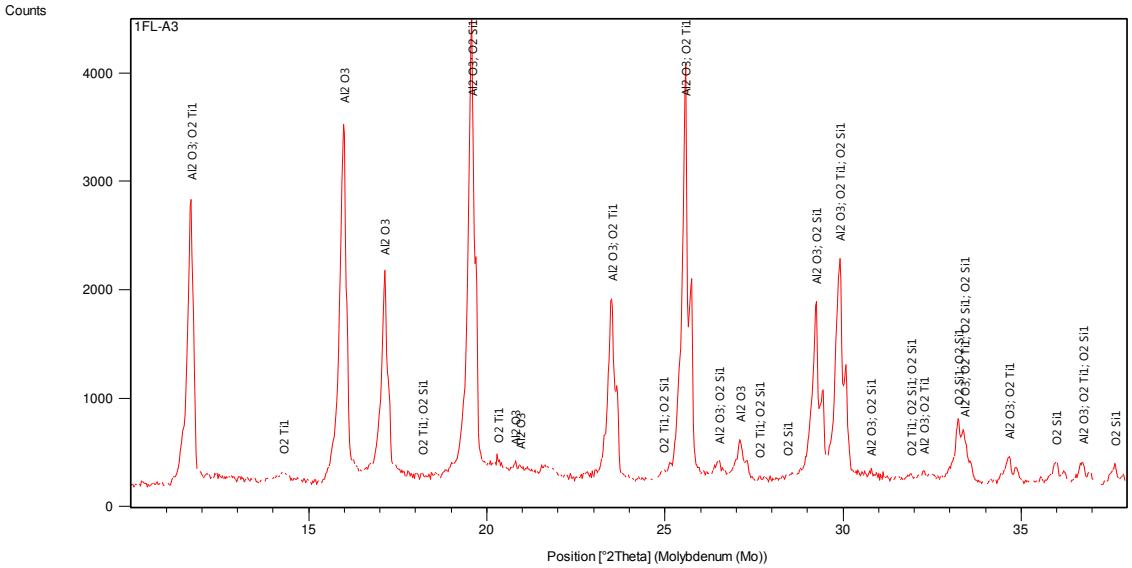
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 133 - Difratograma da amostra 2 da região leste do fundo do bloco 1 (1FL-A2).



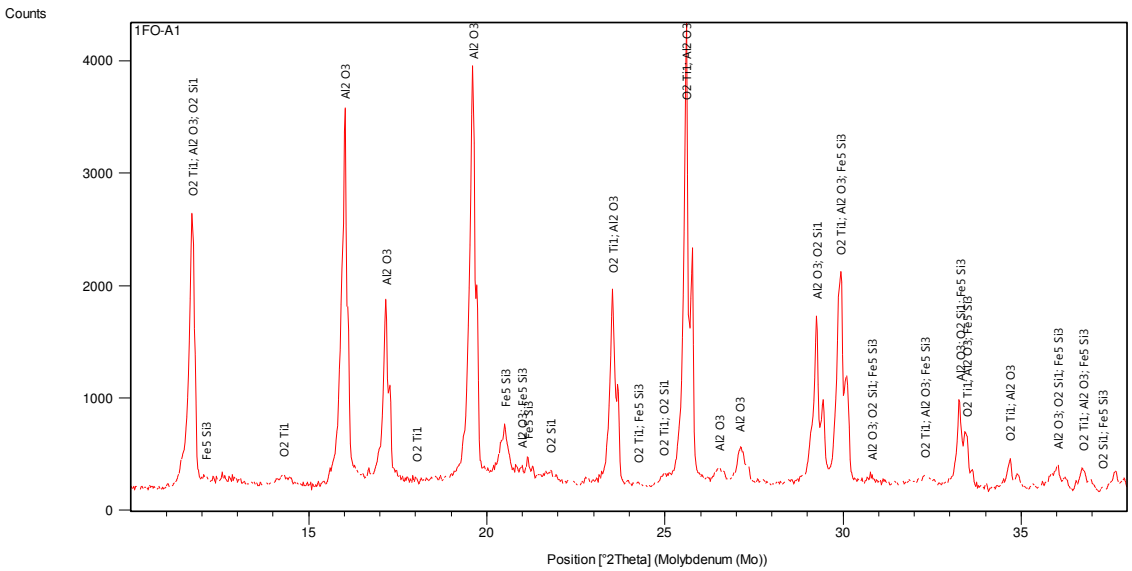
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 134 - Difratograma da amostra 3 da região leste do fundo do bloco 1 (1FL-A3).



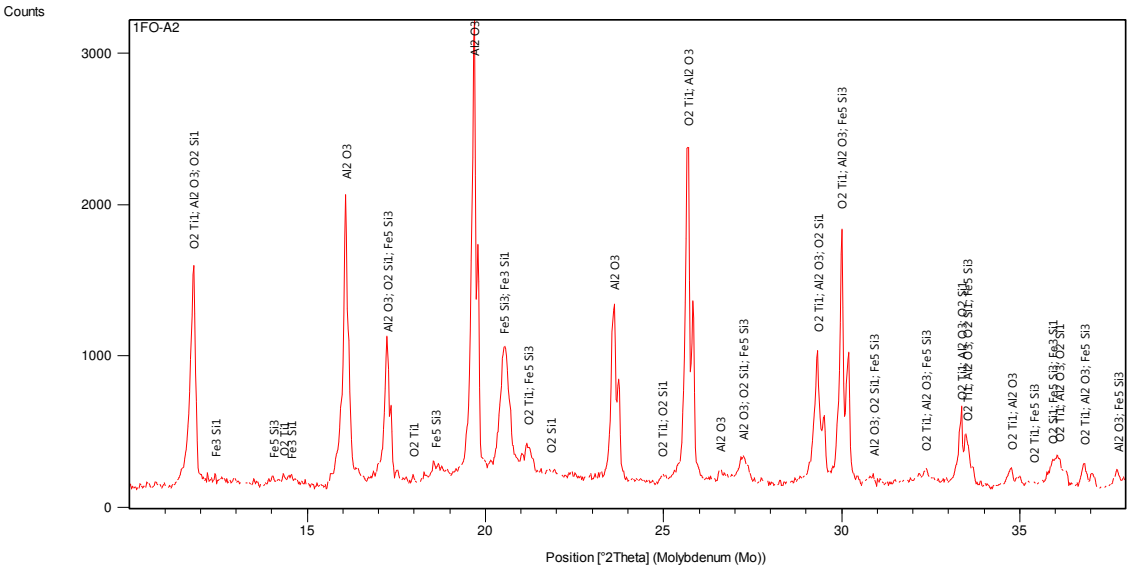
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 135 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do fundo do bloco 1 (1FO-A1).



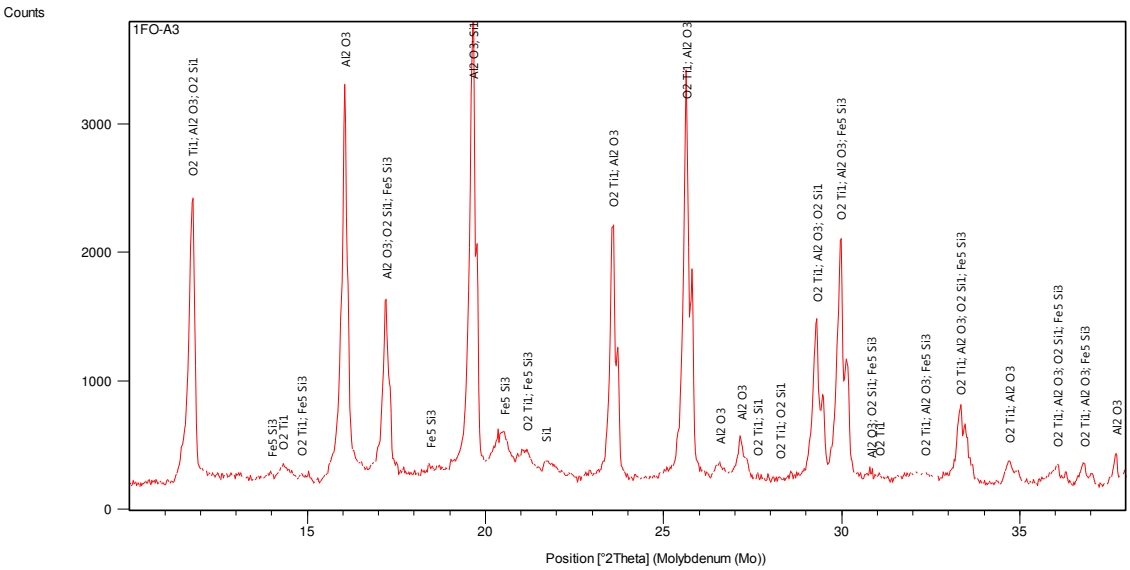
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 136 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do fundo do bloco 1 (1FO-A2).



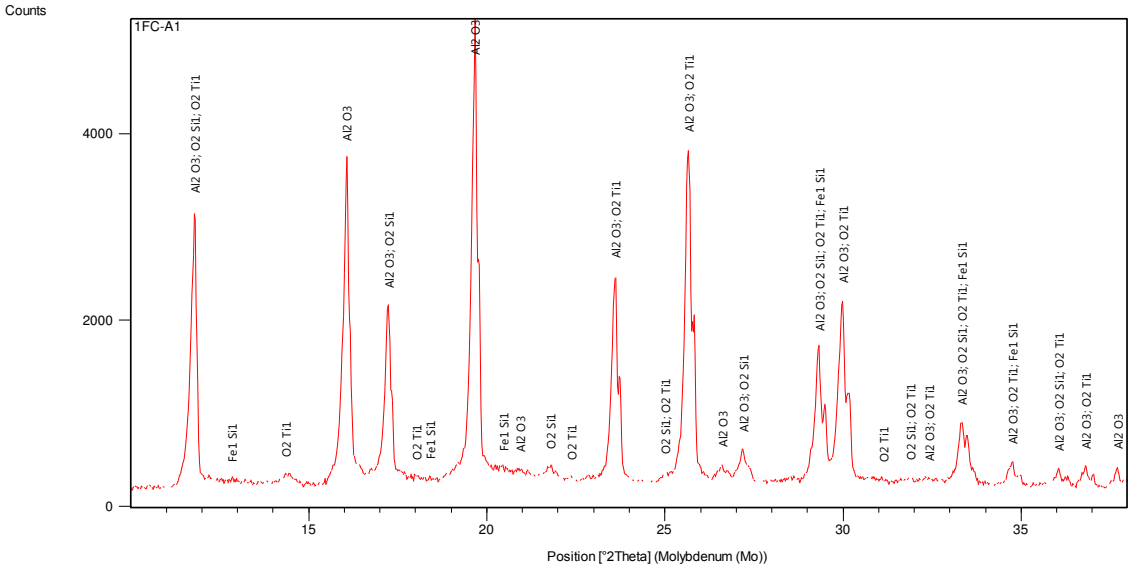
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 137 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do fundo do bloco 1 (1FO-A3).



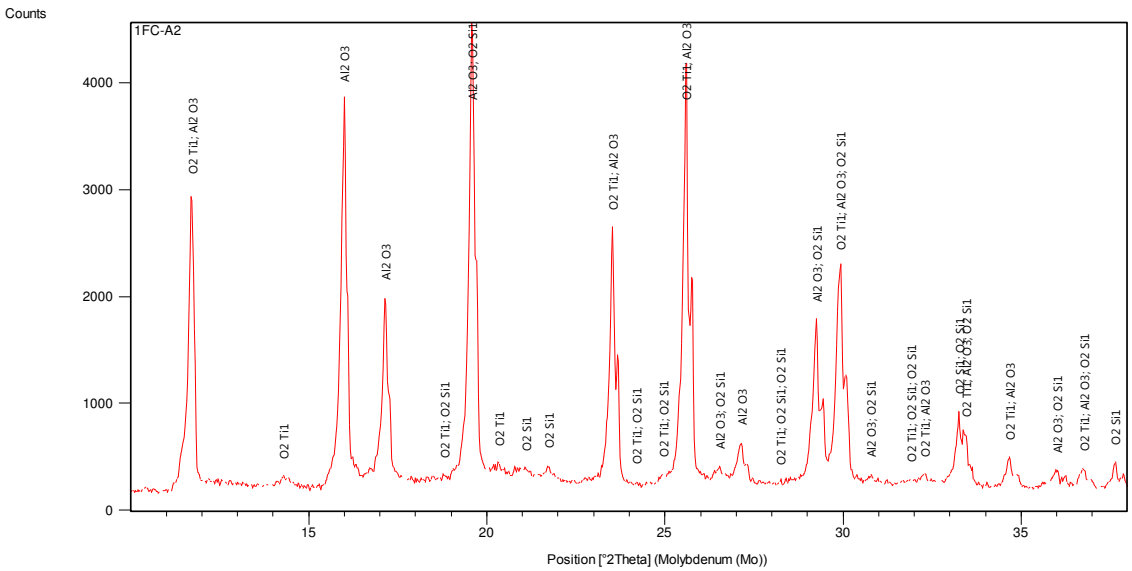
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 138 - Difratograma da amostra 1 da região centro do fundo do bloco 1 (1FC-A1).



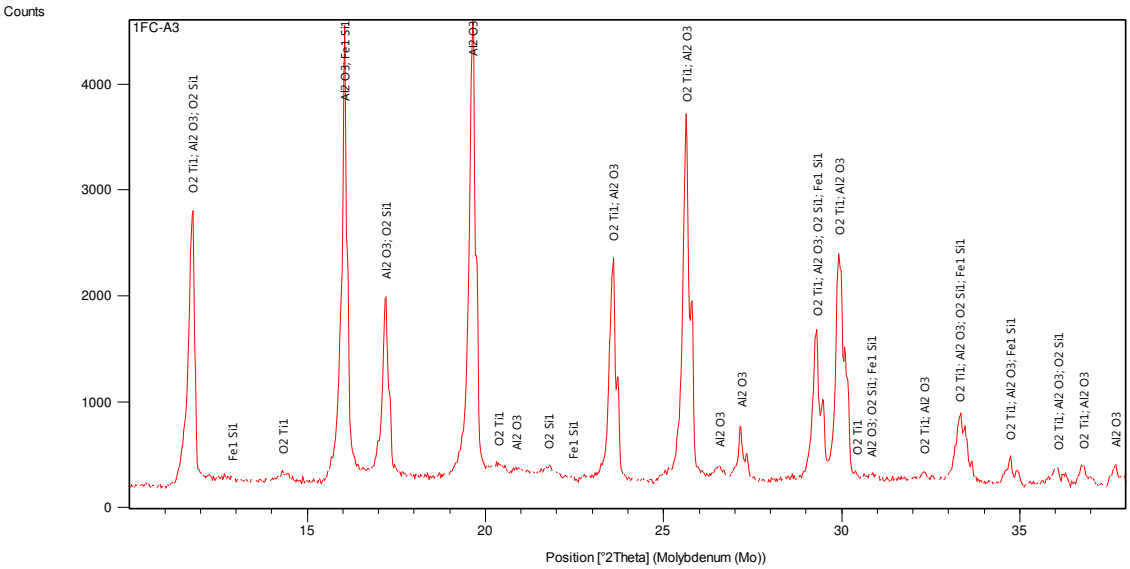
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 139 - Difratograma da amostra 2 da região centro do fundo do bloco 1 (1FC-A2).



Fonte: Elaborado pelo autor.

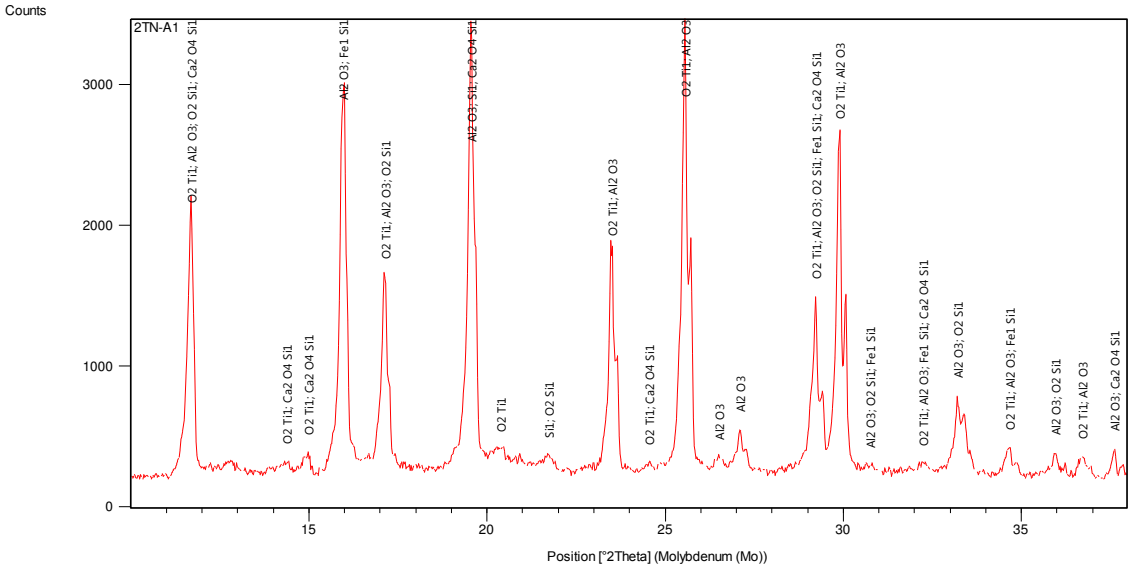
Figura 140 - Difratograma da amostra 3 da região centro do fundo do bloco 1 (1FC-A3).



Fonte: Elaborado pelo autor.

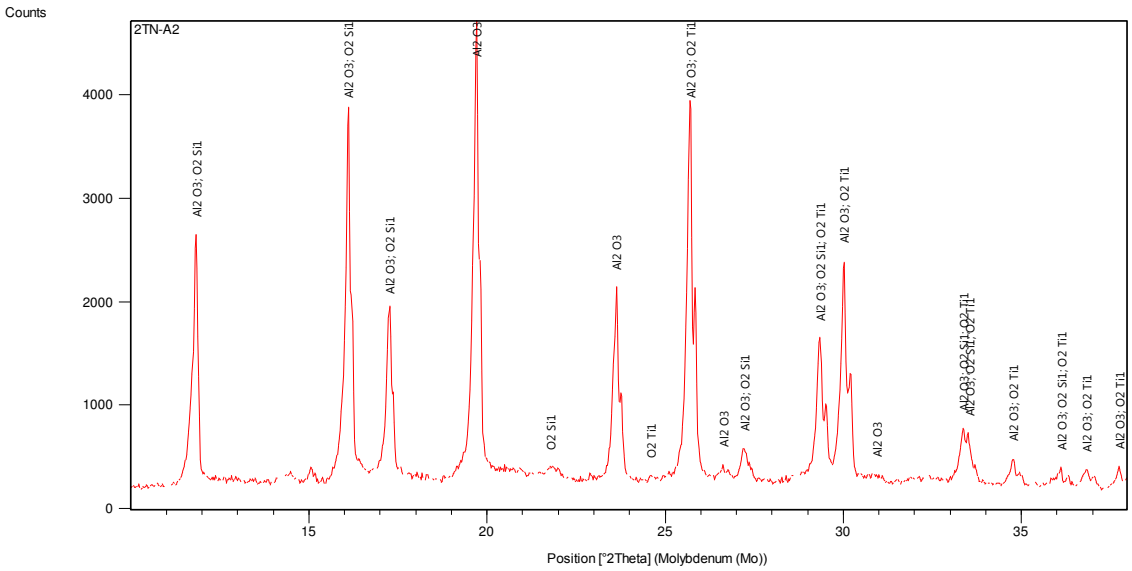
B.2.2 - Análise de fases mineralógicas de todas as elevações e posições do bloco #2

Figura 141 - Difratograma da amostra 1 da região norte do topo do bloco 2 (2TN-A1).



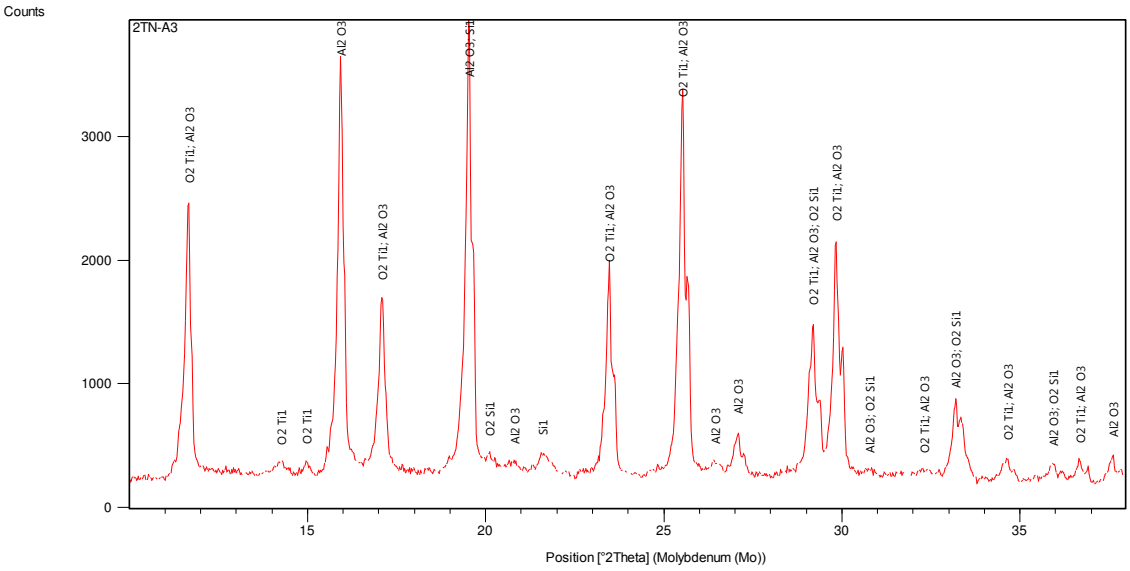
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 142 - Difratograma da amostra 2 da região norte do topo do bloco 2 (2TN-A2).



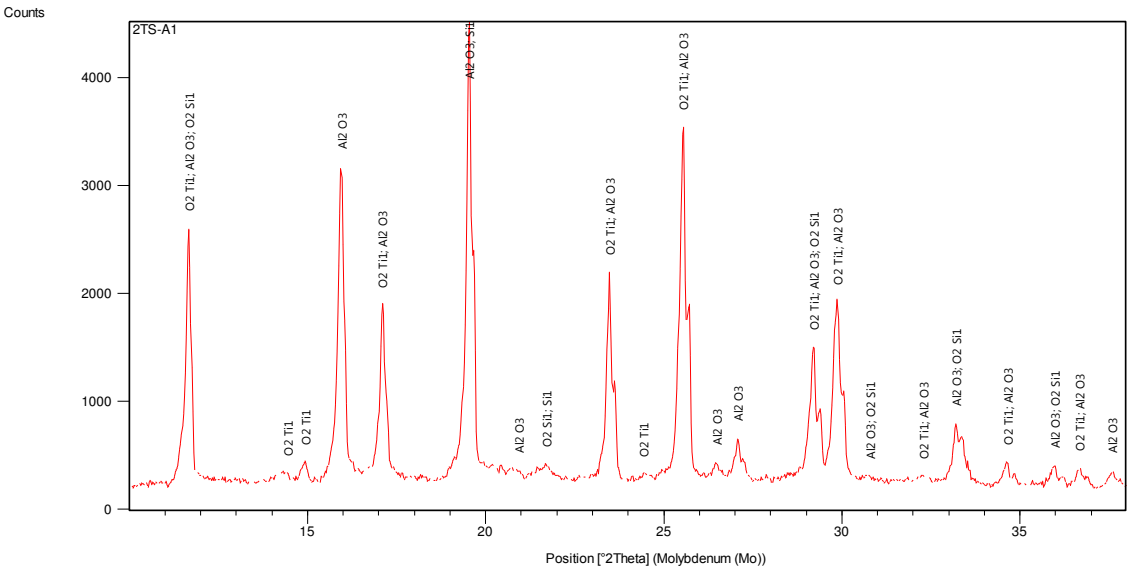
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 143 - Difratograma da amostra 3 da região norte do topo do bloco 2 (2TN-A3).



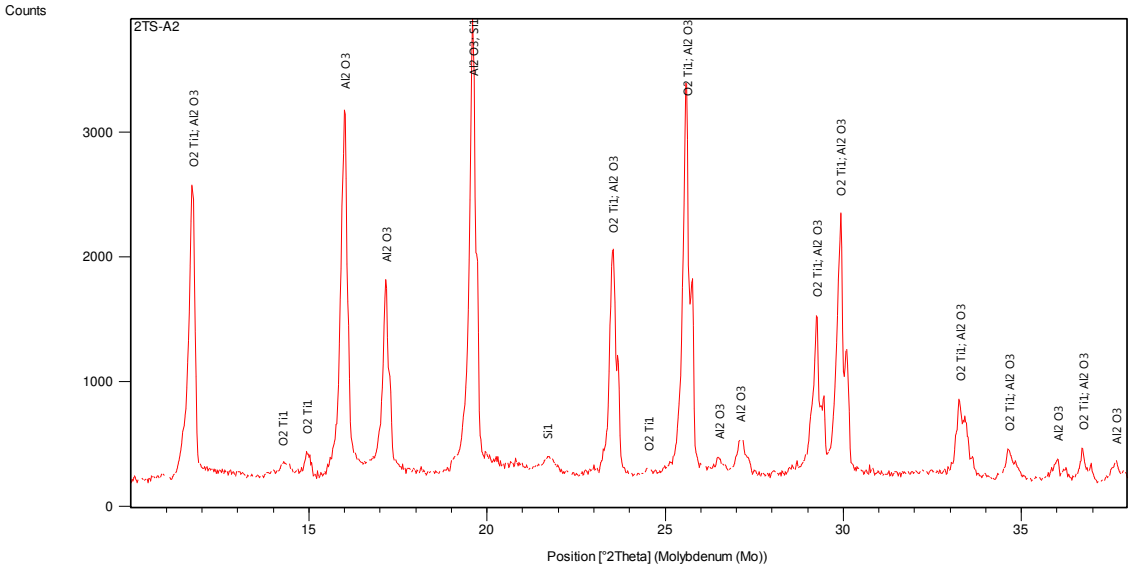
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 144 - Difratograma da amostra 1 da região sul do topo do bloco 2 (2TS-A1).



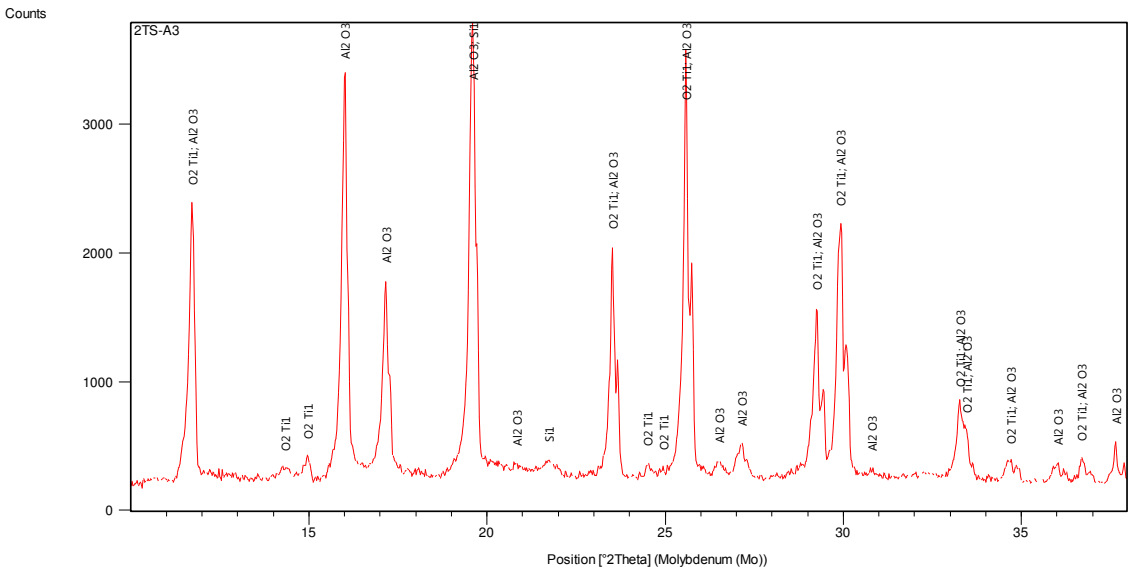
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 145 - Difratograma da amostra 2 da região sul do topo do bloco2 (2TS-A2).



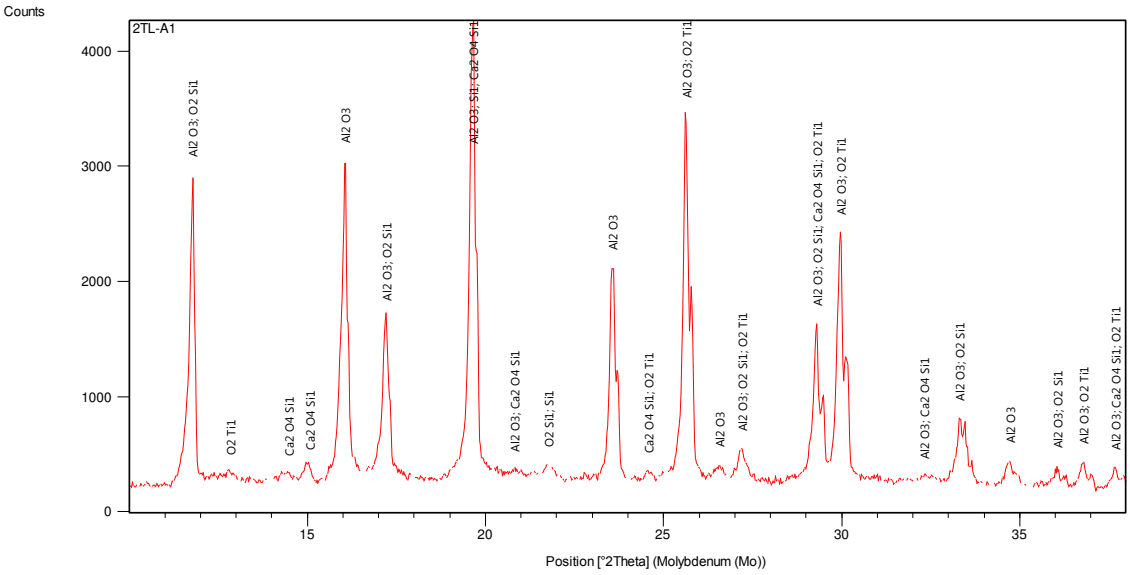
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 146 - Difratograma da amostra 3 da região sul do topo do bloco 2 (2TS-A3).



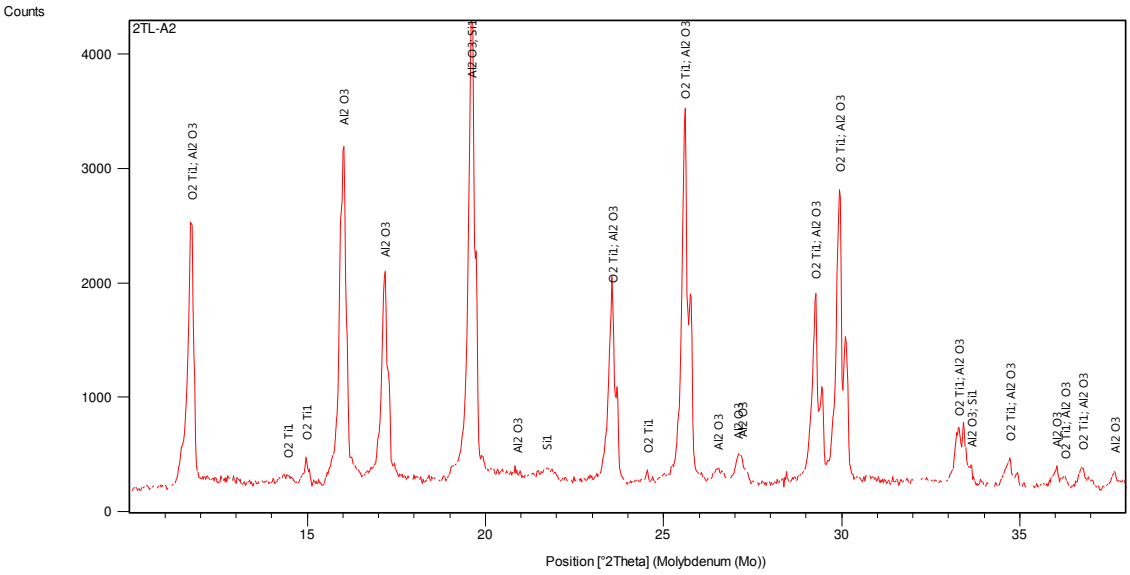
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 147 - Difratograma da amostra 1 da região leste do topo do bloco 2 (2TL-A1).



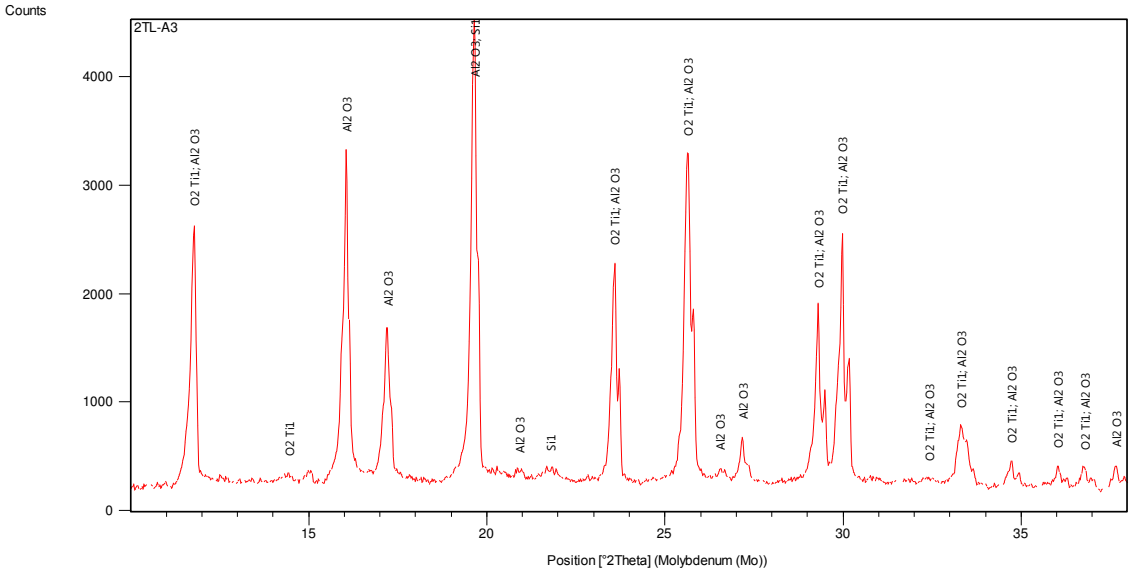
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 148 - Difratograma da amostra 2 da região leste do topo do bloco 2 (2TL-A2).



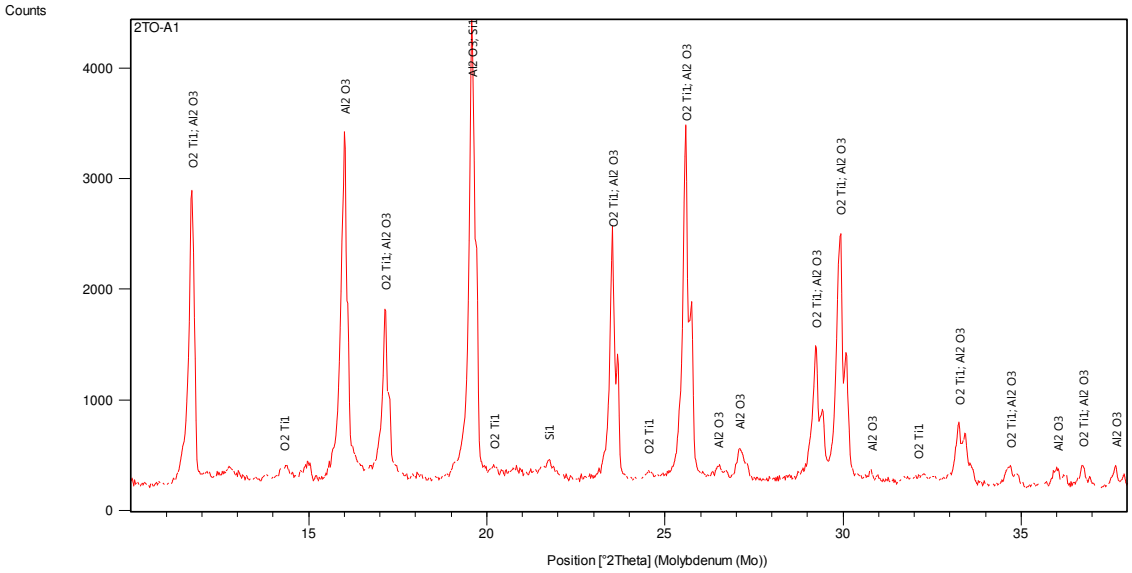
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 149 - Difratograma da amostra 3 da região leste do topo do bloco 2 (2TL-A3).



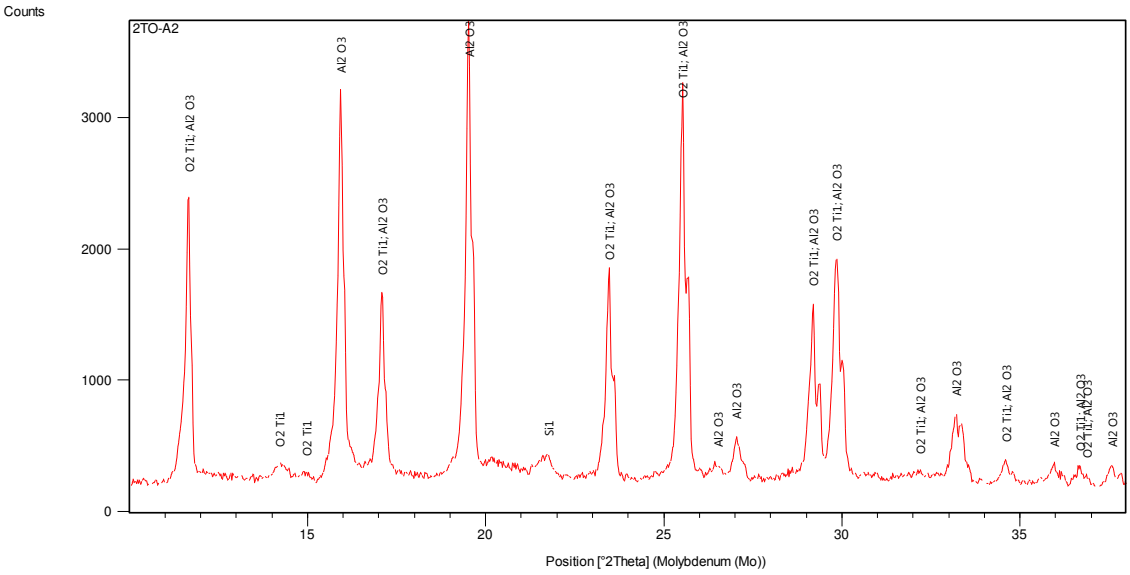
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 150 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do topo do bloco 2 (2TO-A1).



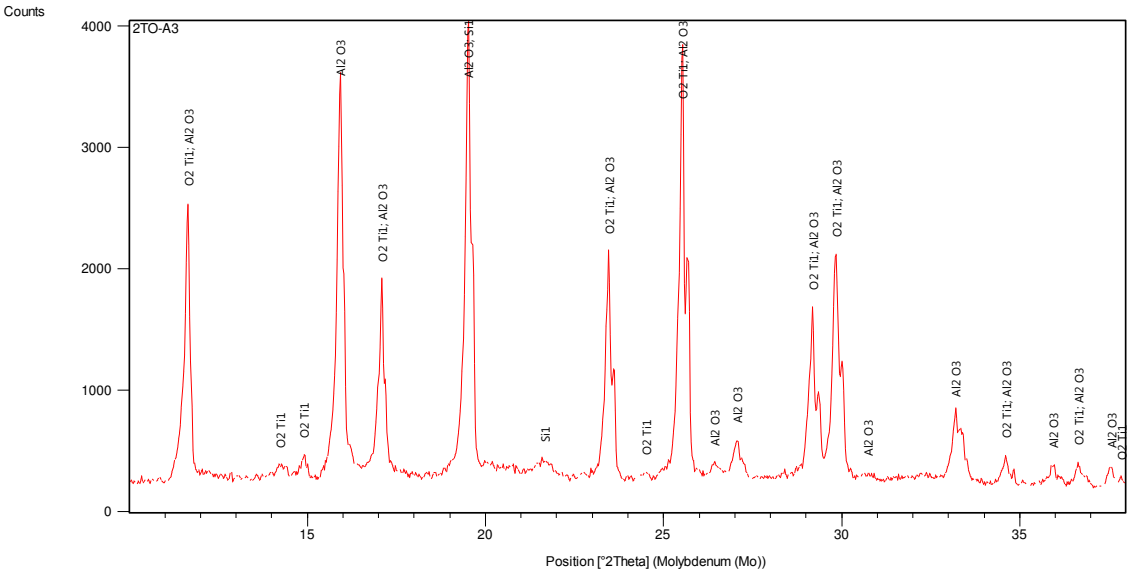
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 151 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do topo do bloco 2 (2TO-A2).



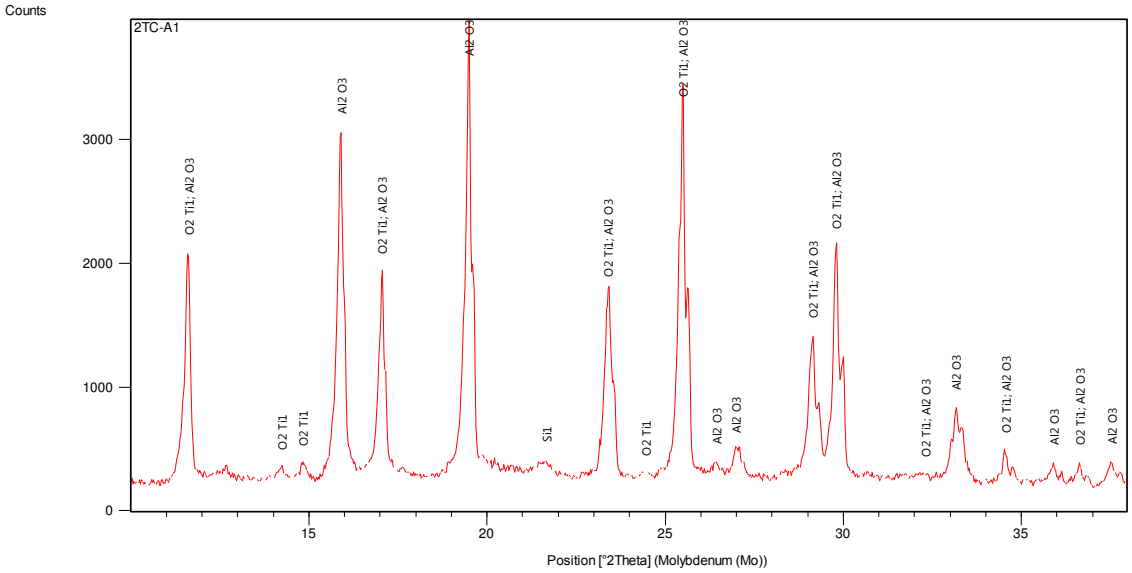
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 152 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do topo do bloco 2 (2TO-A3).



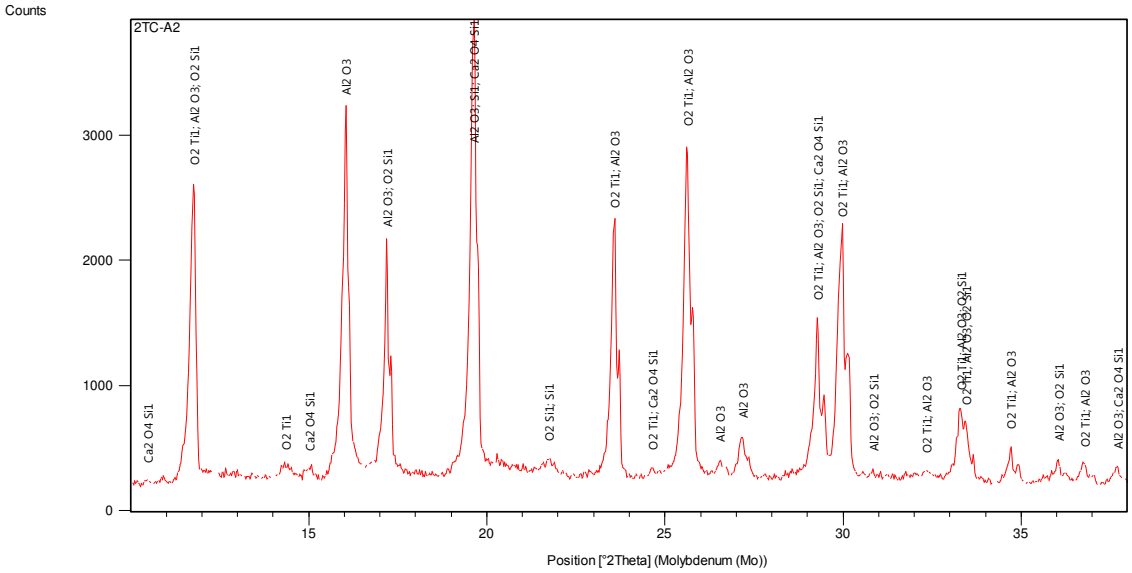
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 153 - Difratograma da amostra 1 da região centro do topo do bloco 2 (2TC-A1).



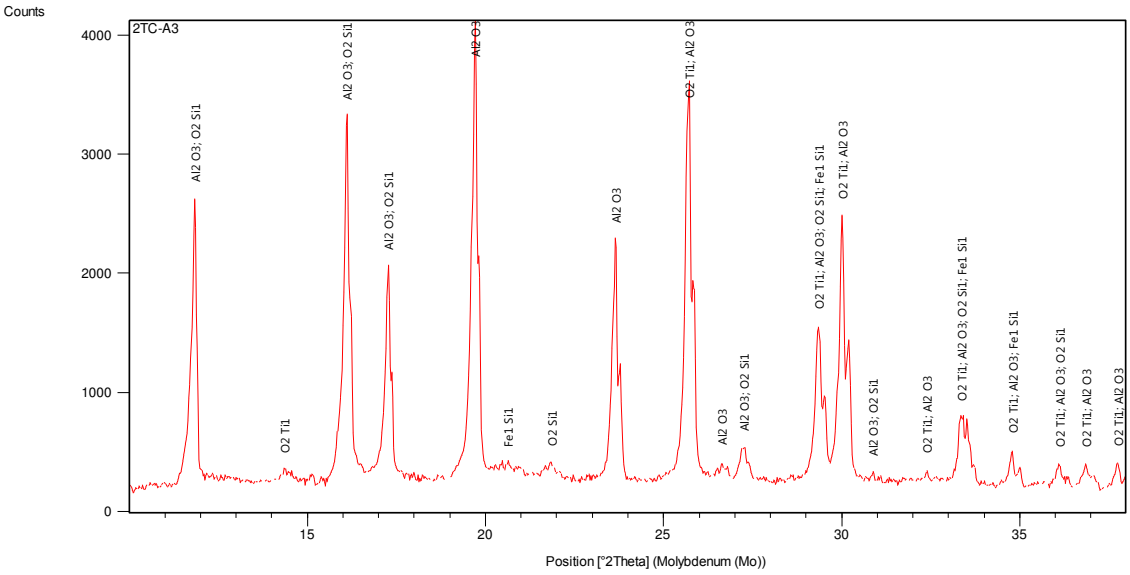
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 154 - Difratograma da amostra 2 da região centro do topo do bloco 2 (2TC-A2).



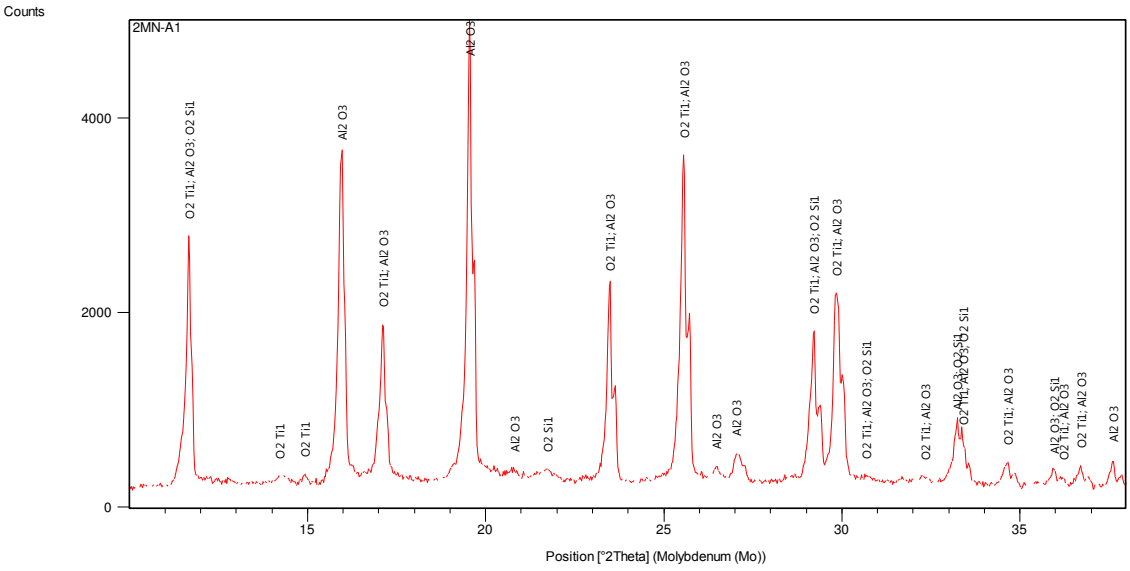
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 155 - Difratograma da amostra 3 da região centro do topo do bloco 2 (2TC-A3).



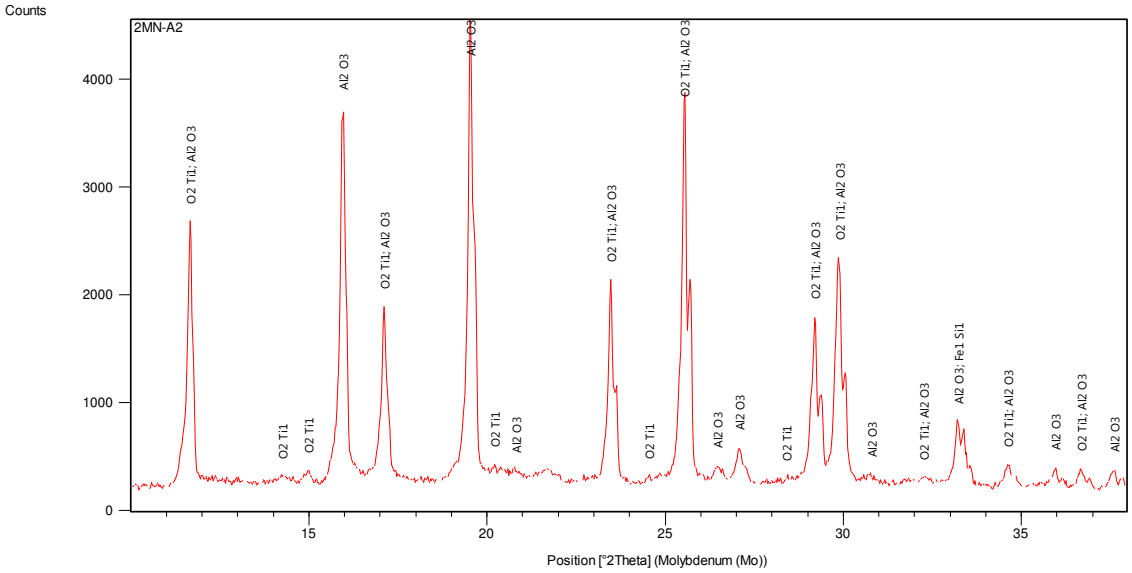
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 156 - Difratograma da amostra 1 da região norte do meio do bloco 2 (2MN-A1).



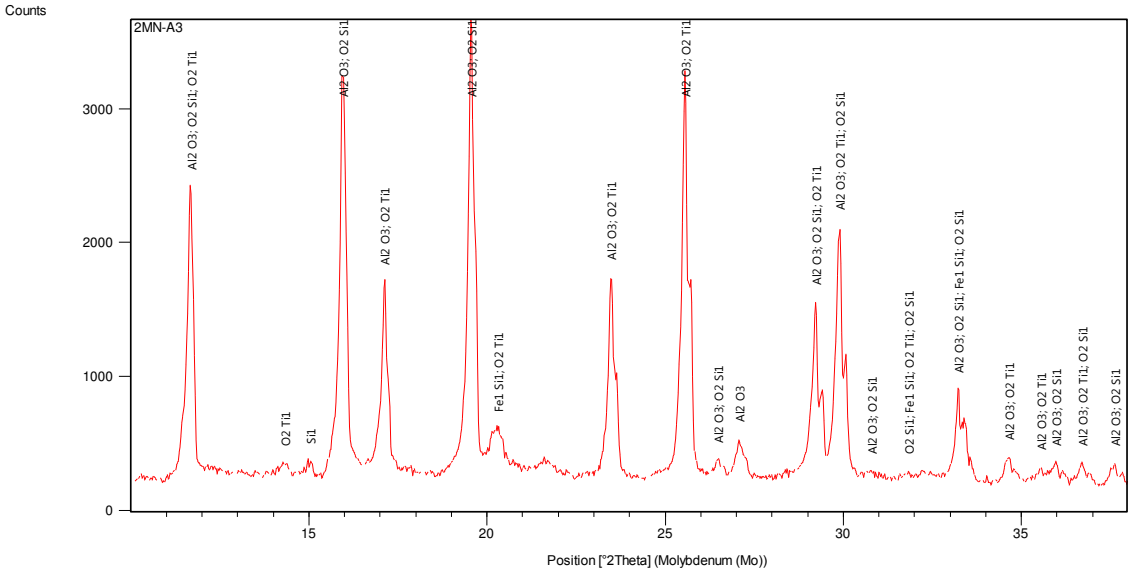
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 157 - Difratograma da amostra 2 da região norte do meio do bloco 2 (2MN-A2).



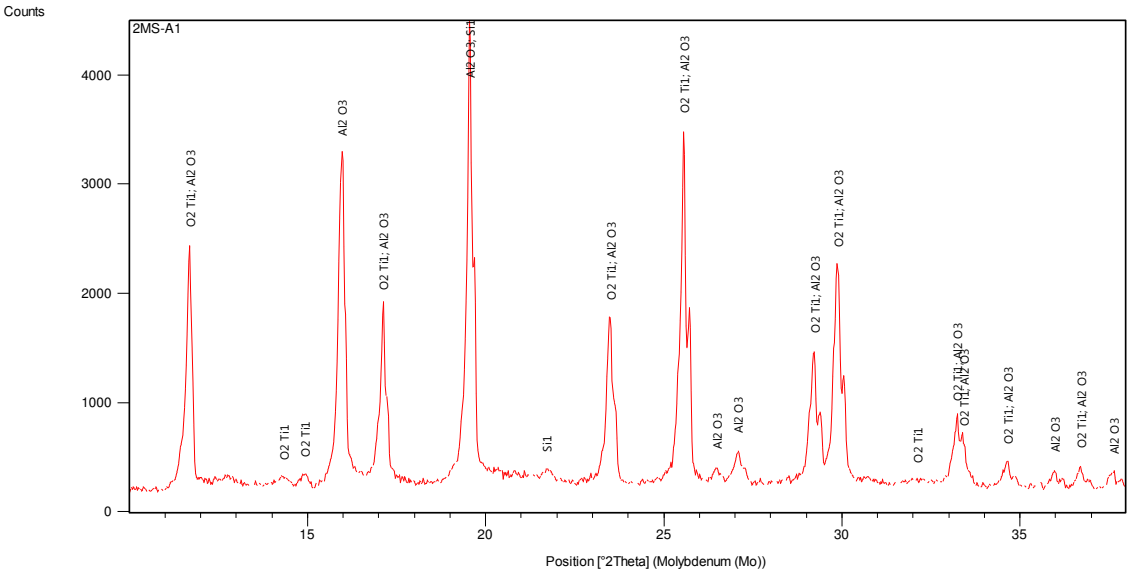
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 158 - Difratograma da amostra 3 da região norte do meio do bloco 2 (2MN-A3).



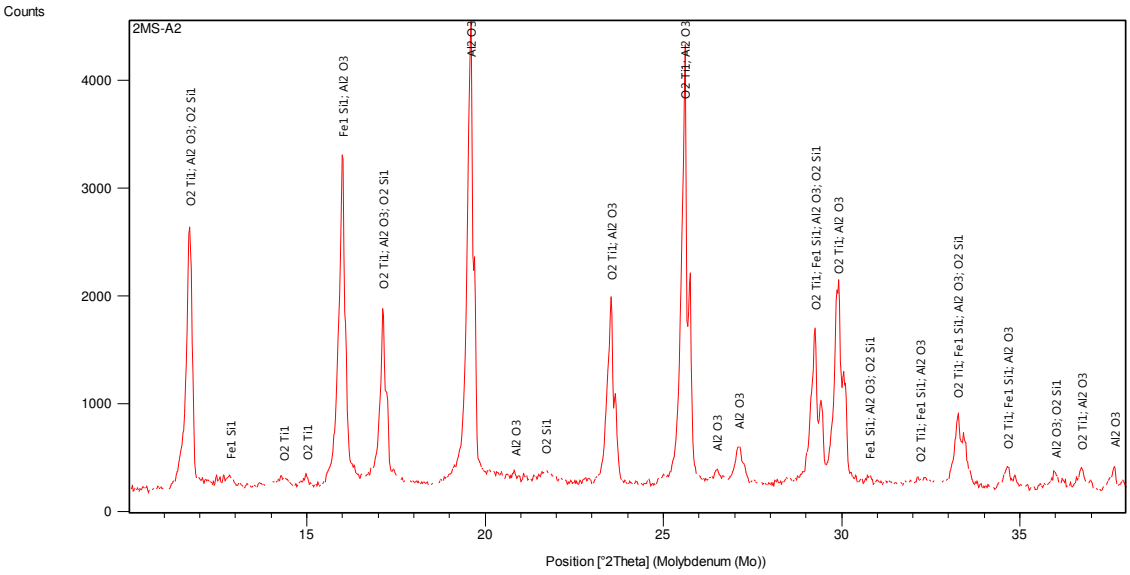
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 159 - Difratograma da amostra 1 da região sul do meio do bloco 2 (2MS-A1).



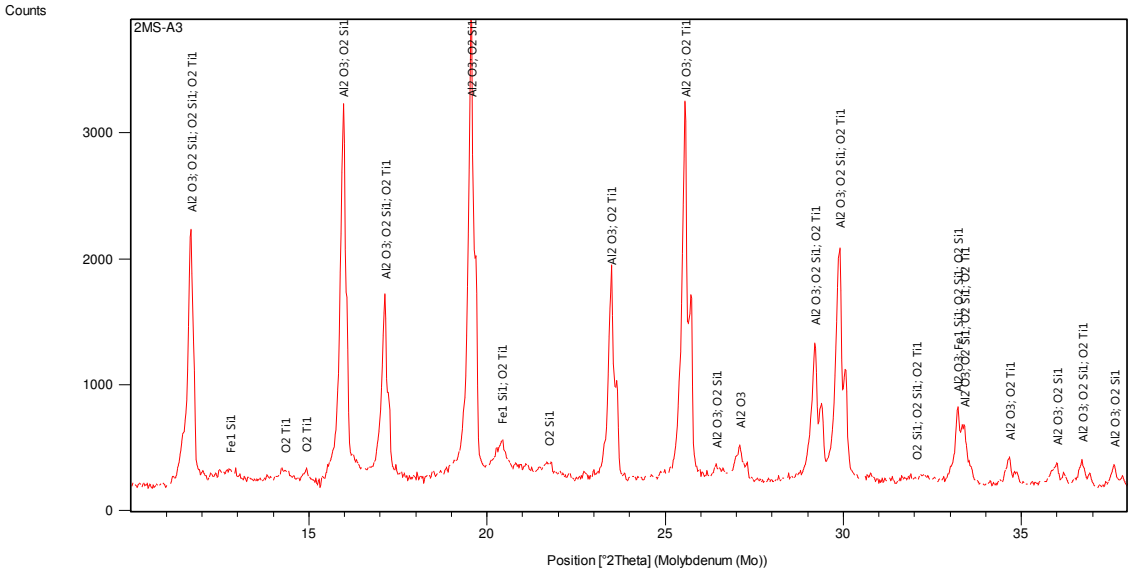
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 160 - Difratograma da amostra 2 da região sul do meio do bloco 2 (2MS-A2).



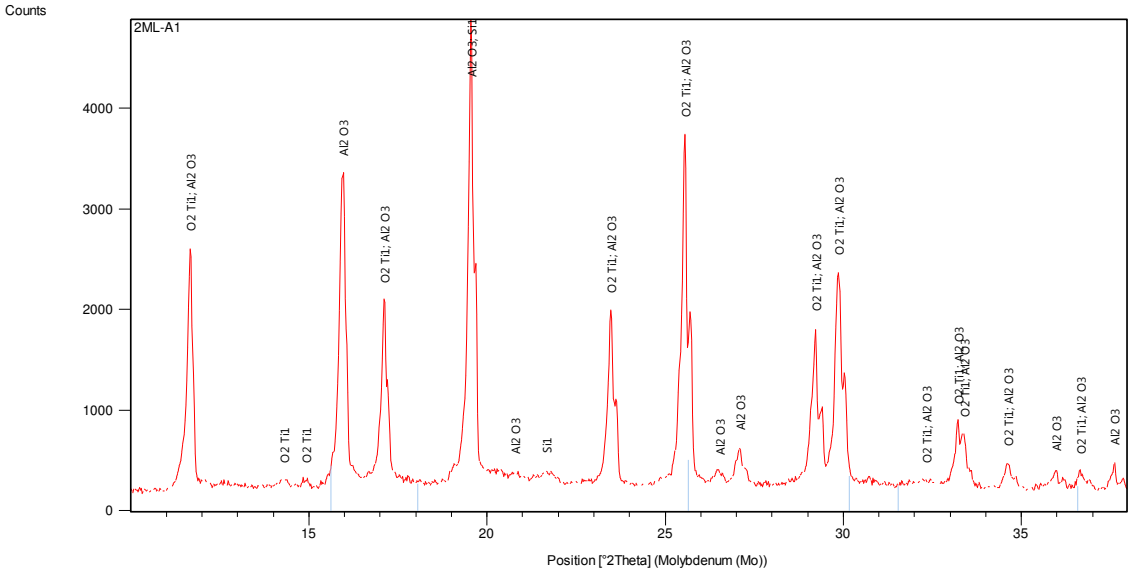
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 161 - Difratograma da amostra 3 da região sul do meio do bloco 2 (2MS-A3).



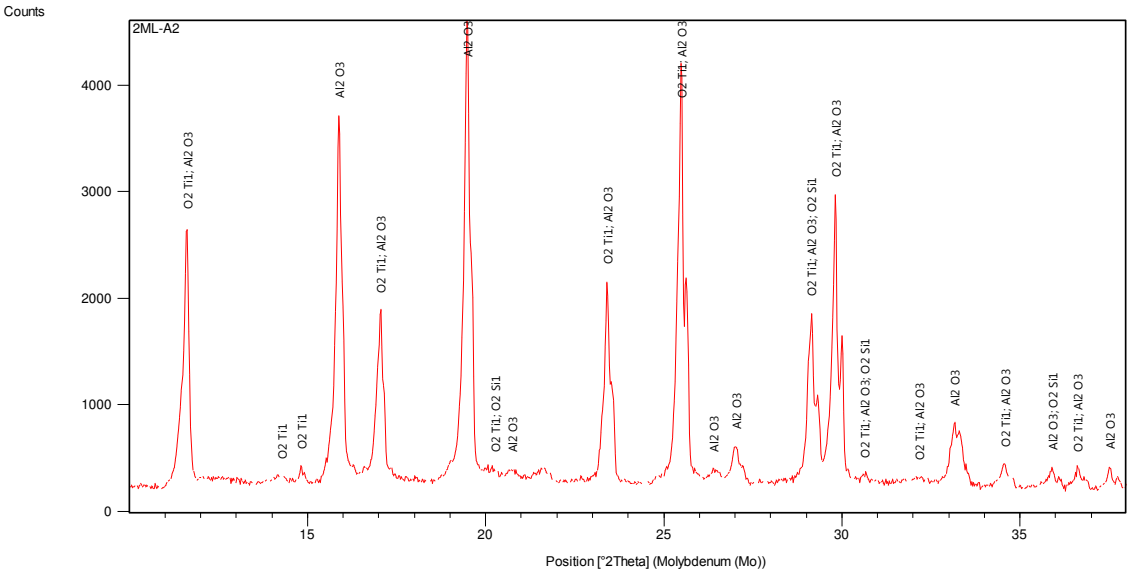
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 162 - Difratograma da amostra 1 da região leste do meio do bloco 2 (2ML-A1).



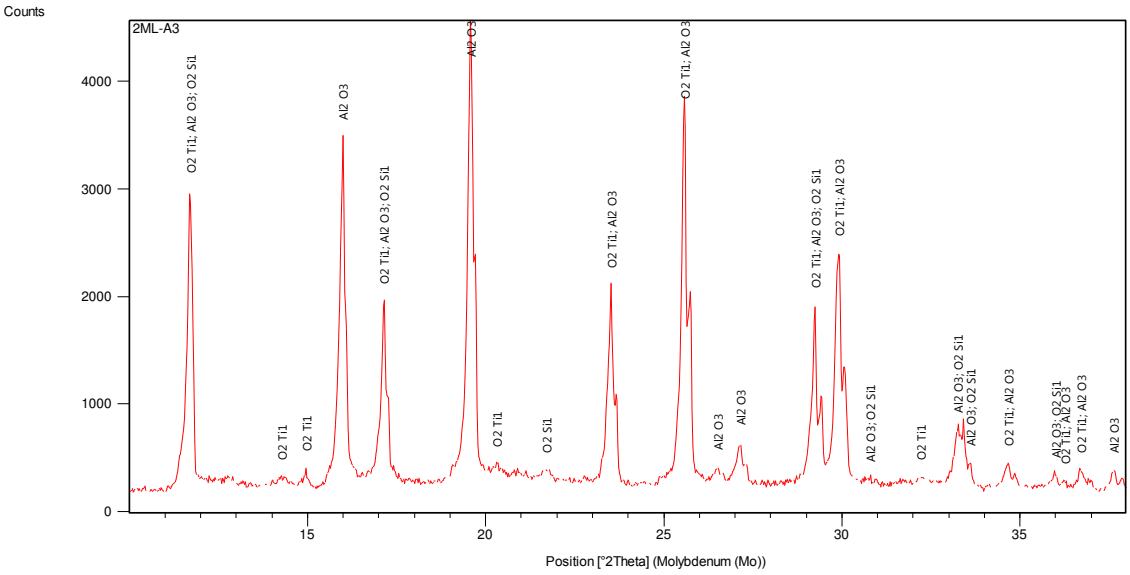
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 163 - Difratograma da amostra 2 da região leste do meio do bloco 2 (2ML-A2).



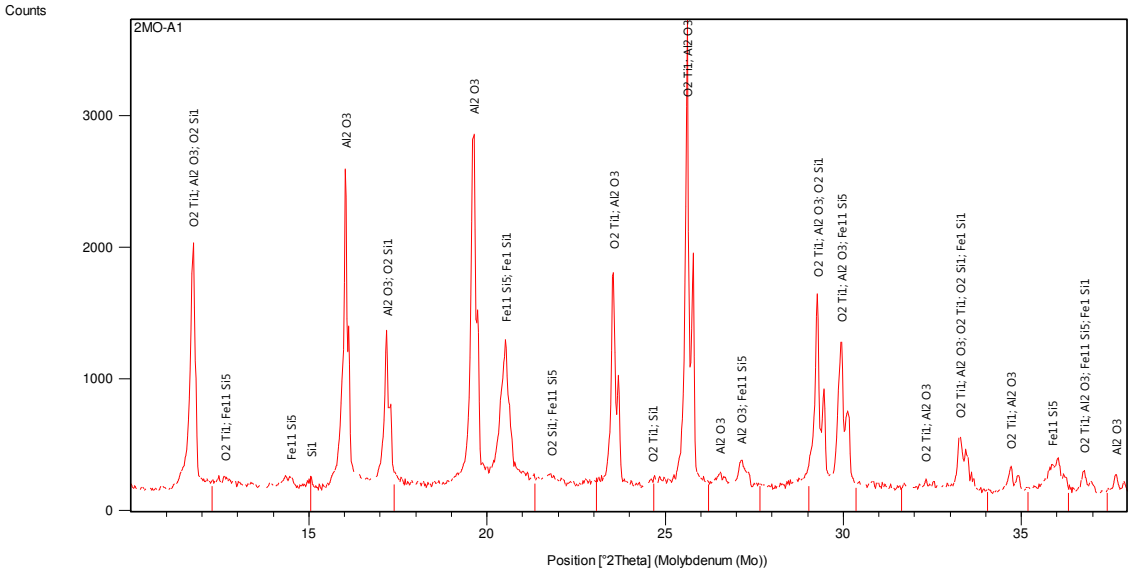
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 164 - Difratograma da amostra 3 da região leste do meio do bloco 2 (2ML-A3).



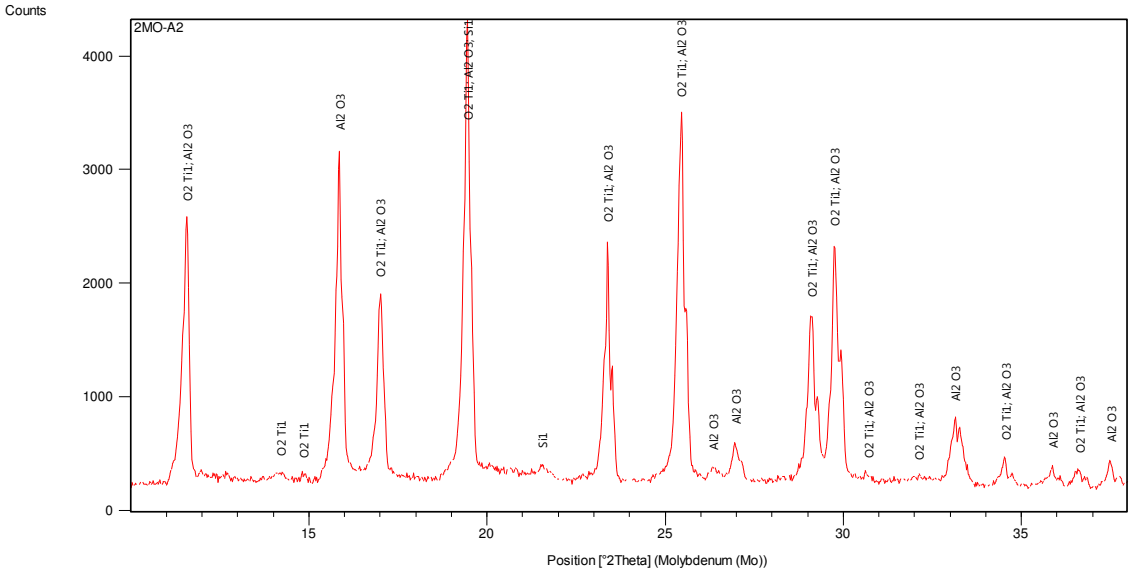
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 165 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do meio do bloco 2 (2MO-A1).



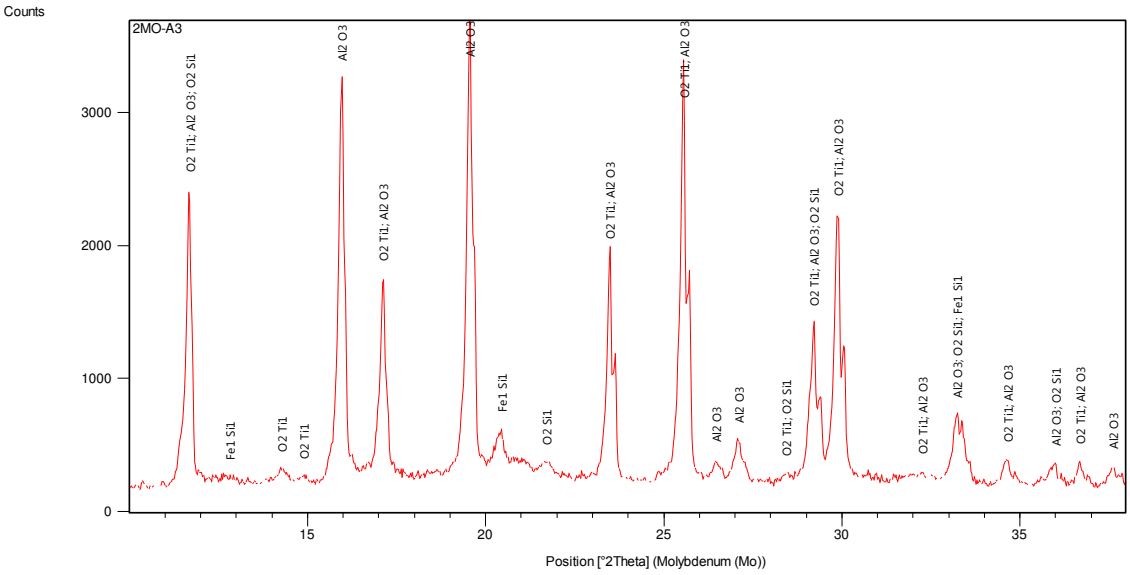
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 166 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do meio do bloco 2 (2MO-A2).



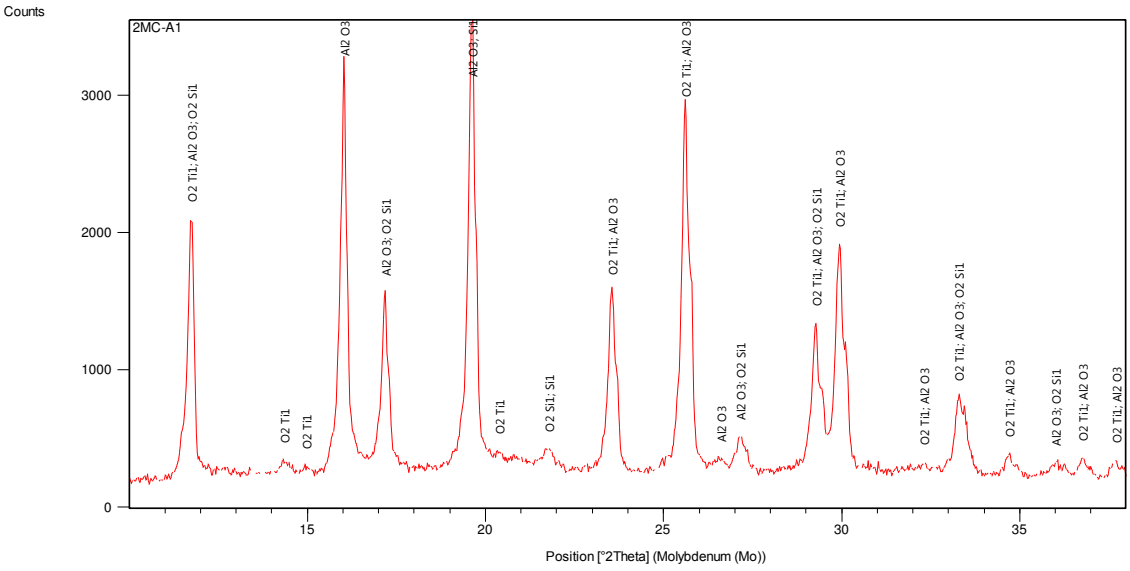
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 167 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do meio do bloco 2 (2MO-A3).



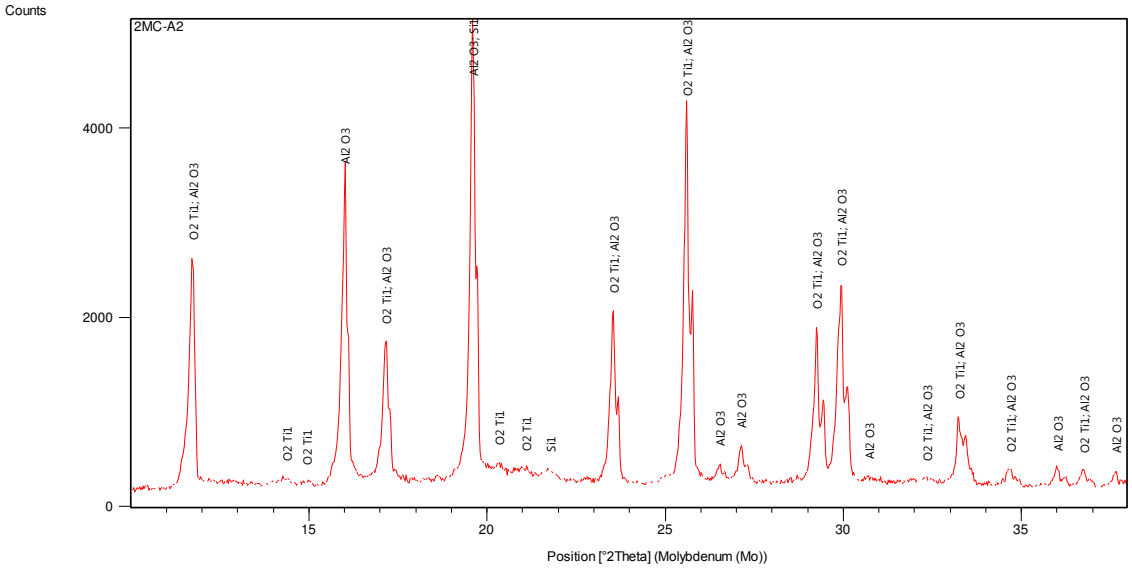
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 168 - Difratograma da amostra 1 da região centro do meio do bloco 2 (2MC-A1).



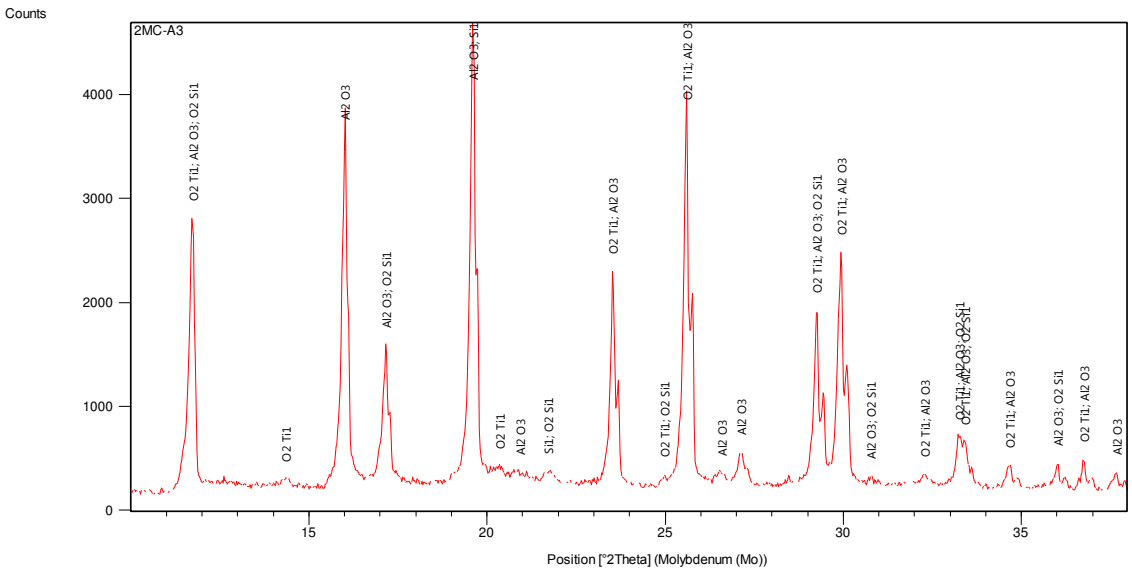
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 169 - Difratograma da amostra 2 da região centro do meio do bloco 2 (2MC-A2).



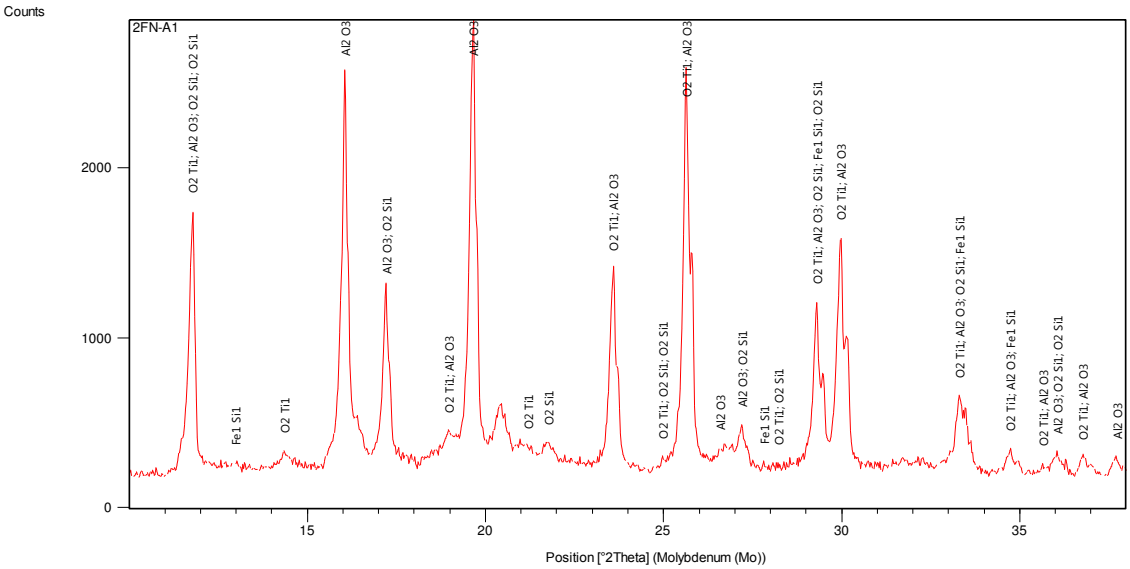
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 170 - Difratograma da amostra 3 da região centro do meio do bloco 2 (2MC-A3).



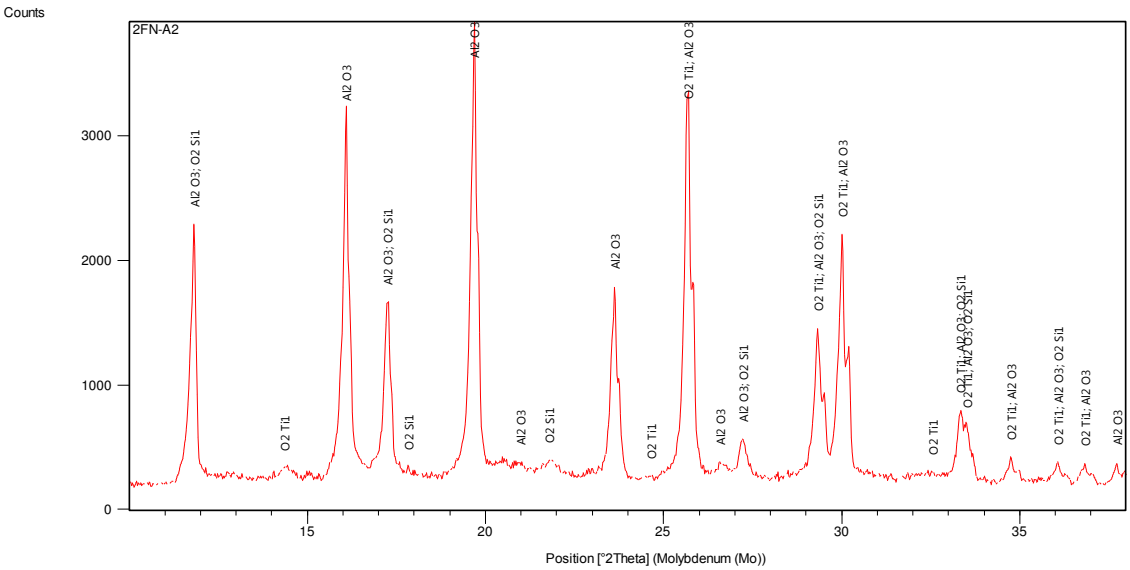
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 171 - Difratograma da amostra 1 da região norte do fundo do bloco 2 (2FN-A1).



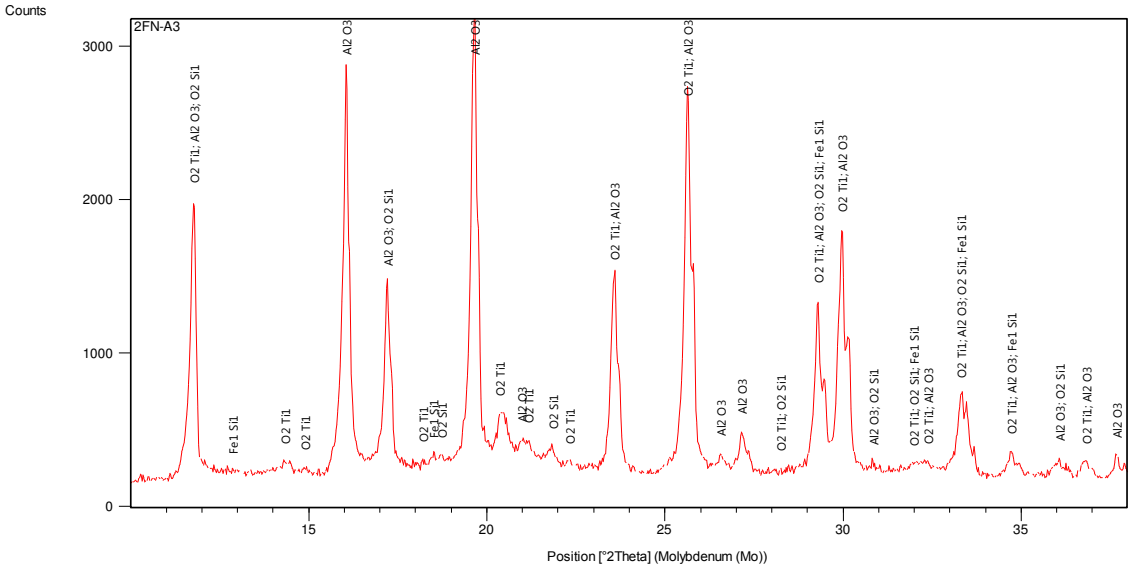
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 172 - Difratograma da amostra 2 da região norte do fundo do bloco 2 (2FN-A2).



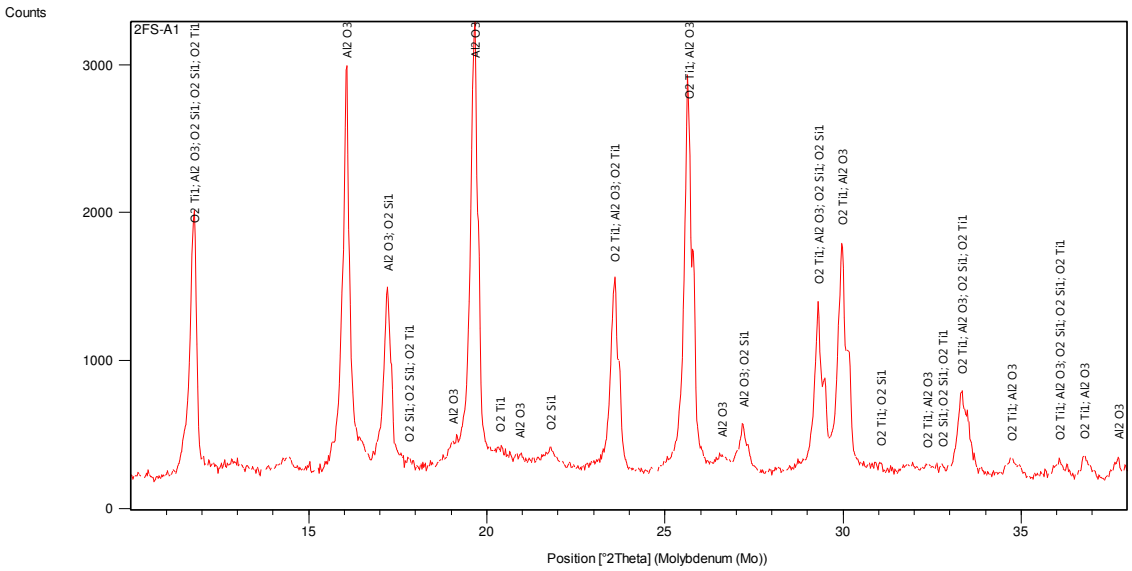
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 173 - Difratograma da amostra 3 da região norte do fundo do bloco 2 (2FN-A3).



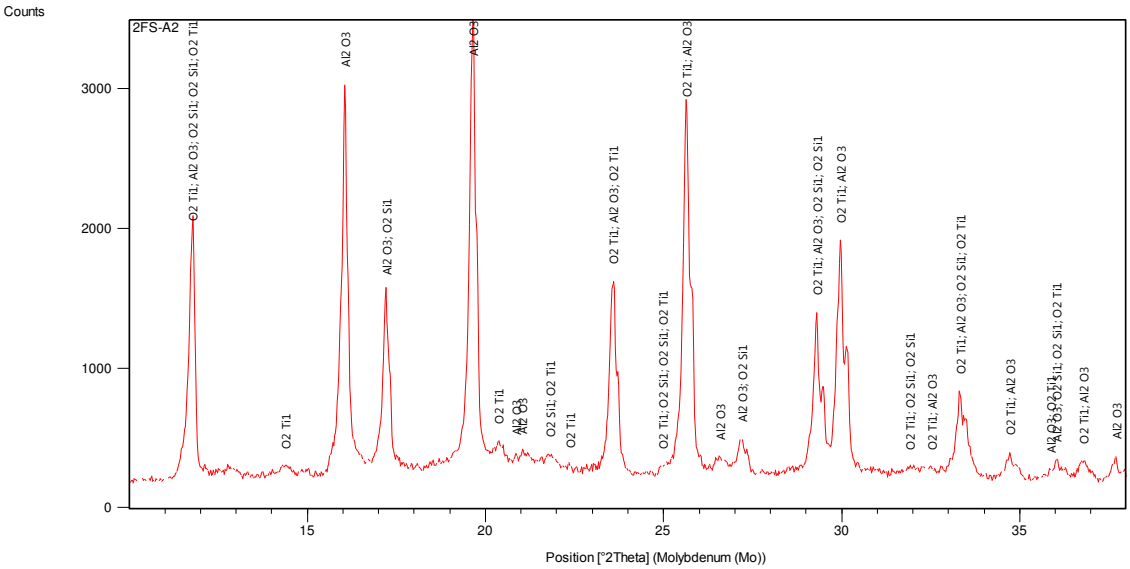
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 174 - Difratograma da amostra 1 da região sul do fundo do bloco 2 (2FS-A1).



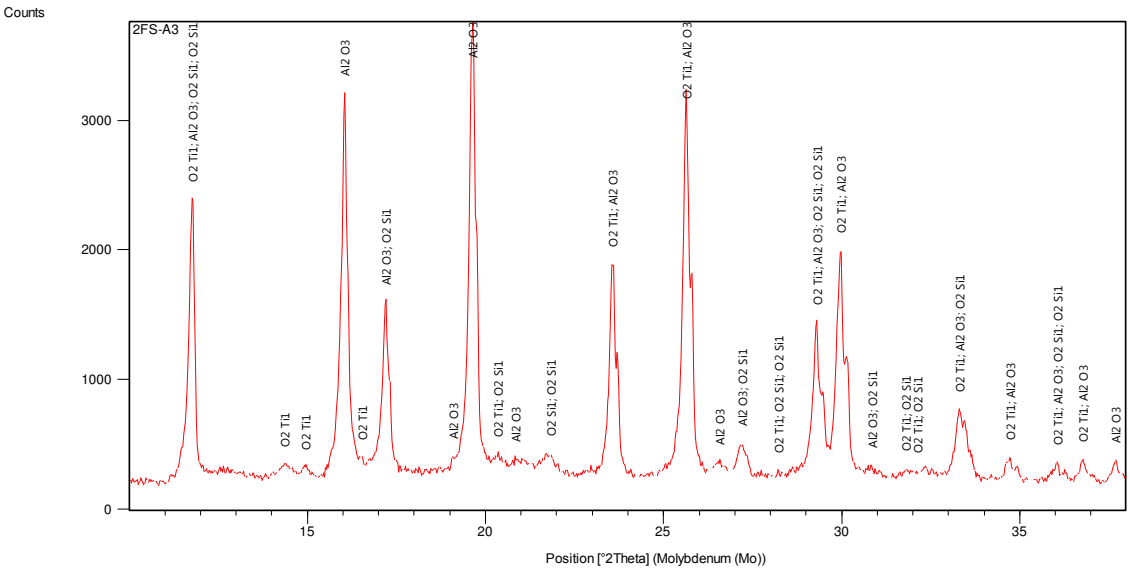
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 175 - Difratograma da amostra 2 da região sul do fundo do bloco 2 (2FS-A2).



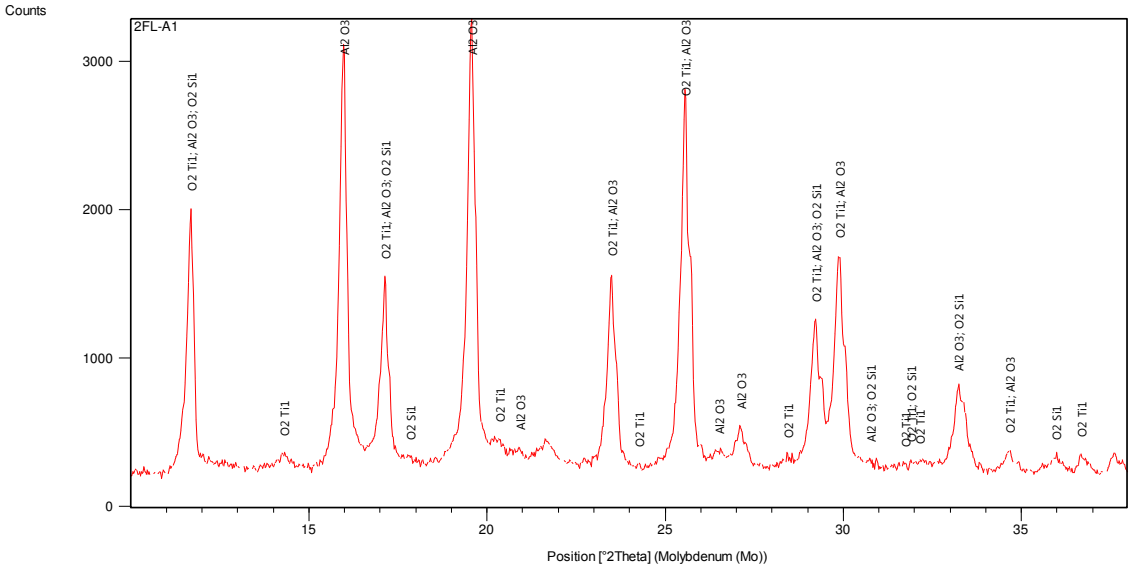
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 176 - Difratograma da amostra 3 da região sul do fundo do bloco 2 (2FS-A3).



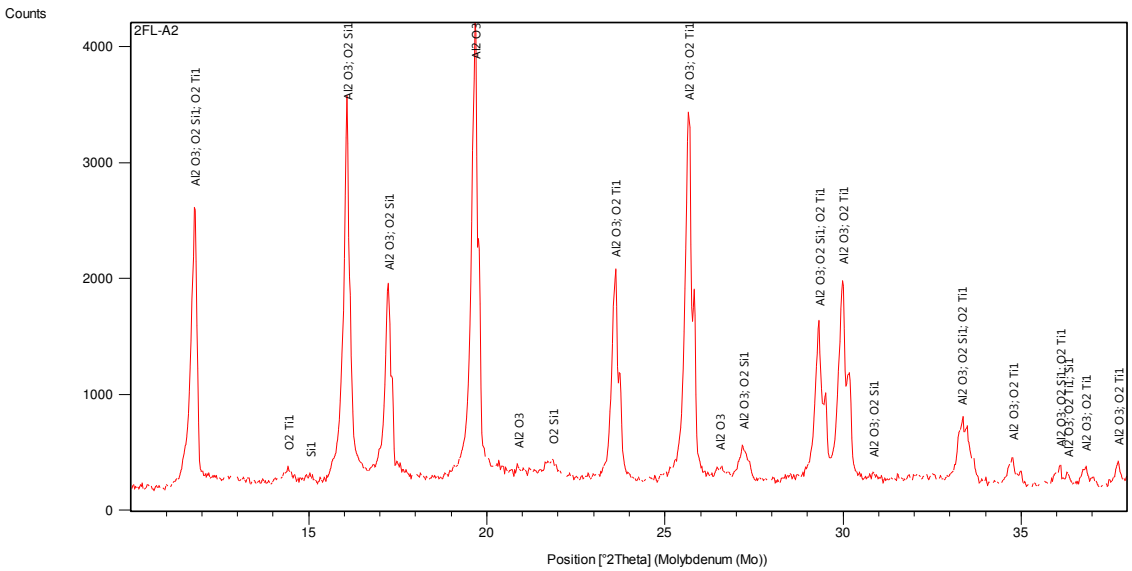
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 177 - Difratograma da amostra 1 da região leste do fundo do bloco 2 (2FL-A1).



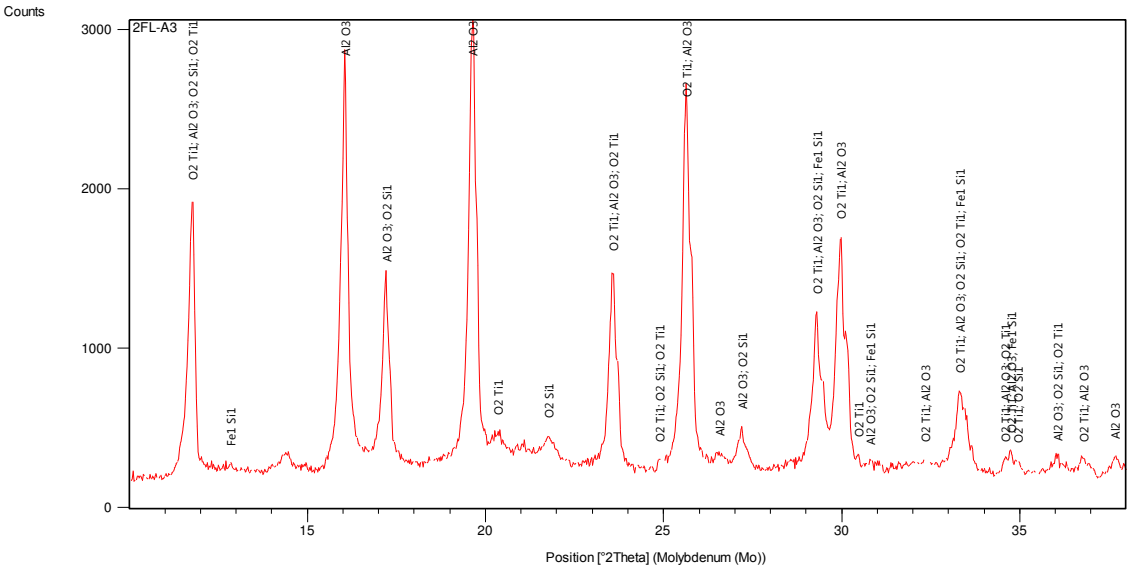
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 178 - Difratograma da amostra 2 da região leste do fundo do bloco 2 (2FL-A2).



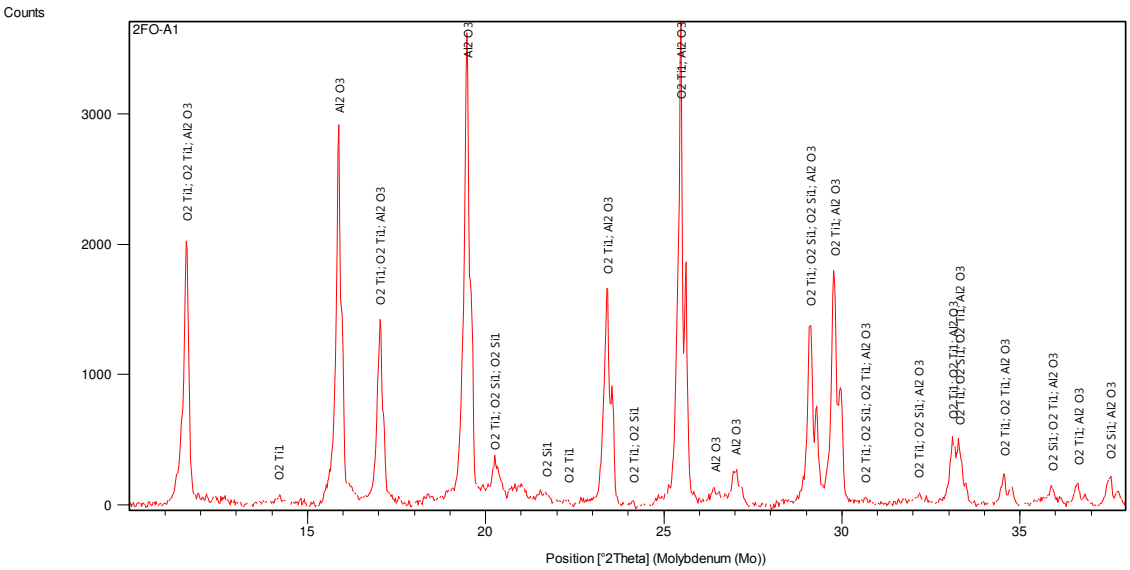
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 179 - Difratograma da amostra 3 da região leste do fundo do bloco 2 (2FL-A3).



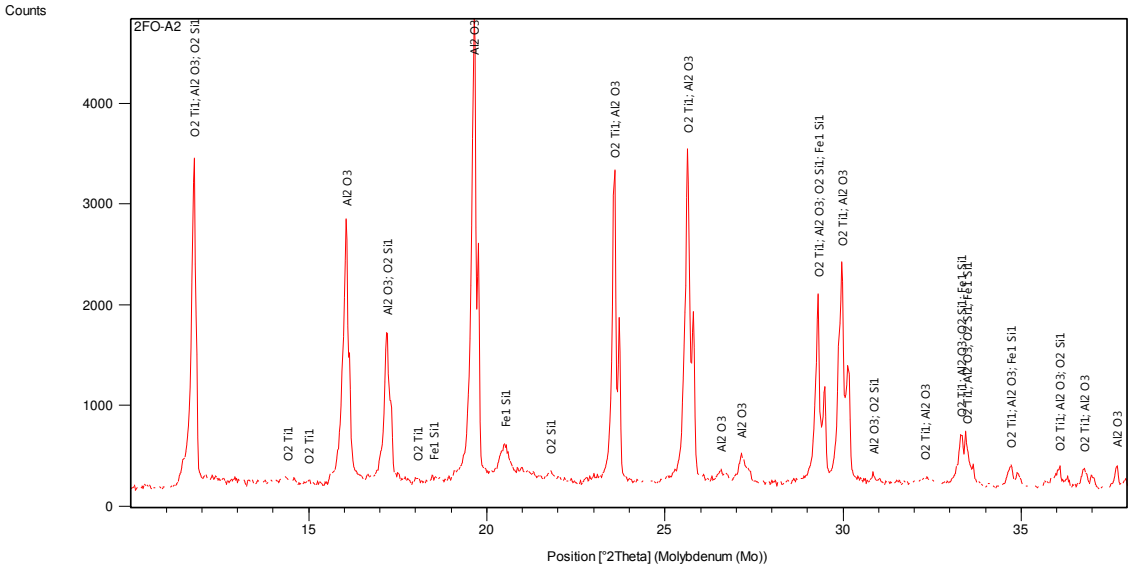
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 180 - Difratograma da amostra 1 da região oeste do fundo do bloco 2 (2FO-A1).



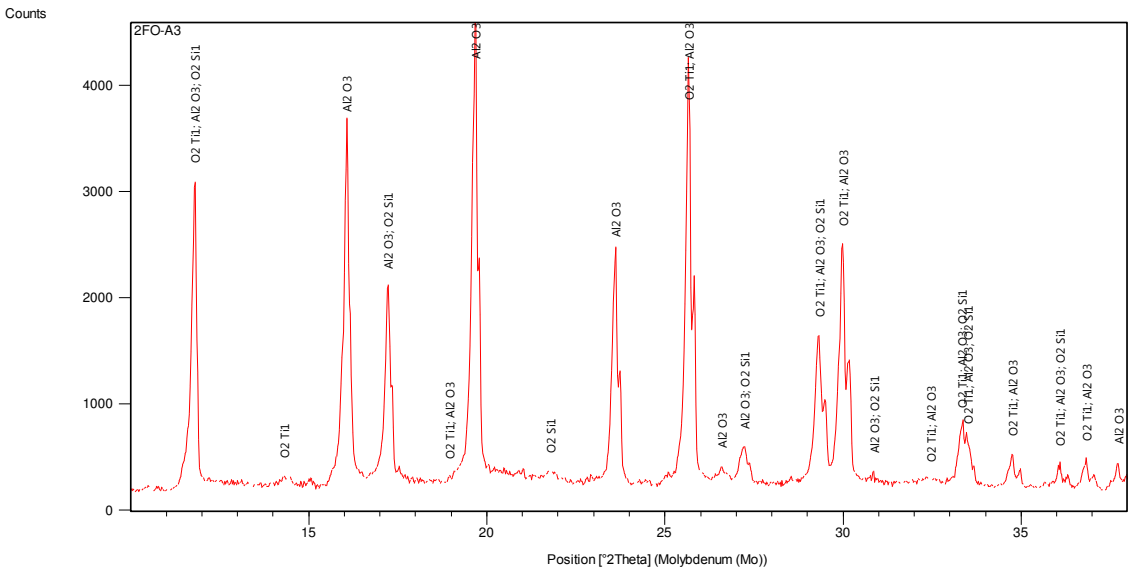
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 181 - Difratograma da amostra 2 da região oeste do fundo do bloco 2 (2FO-A2).



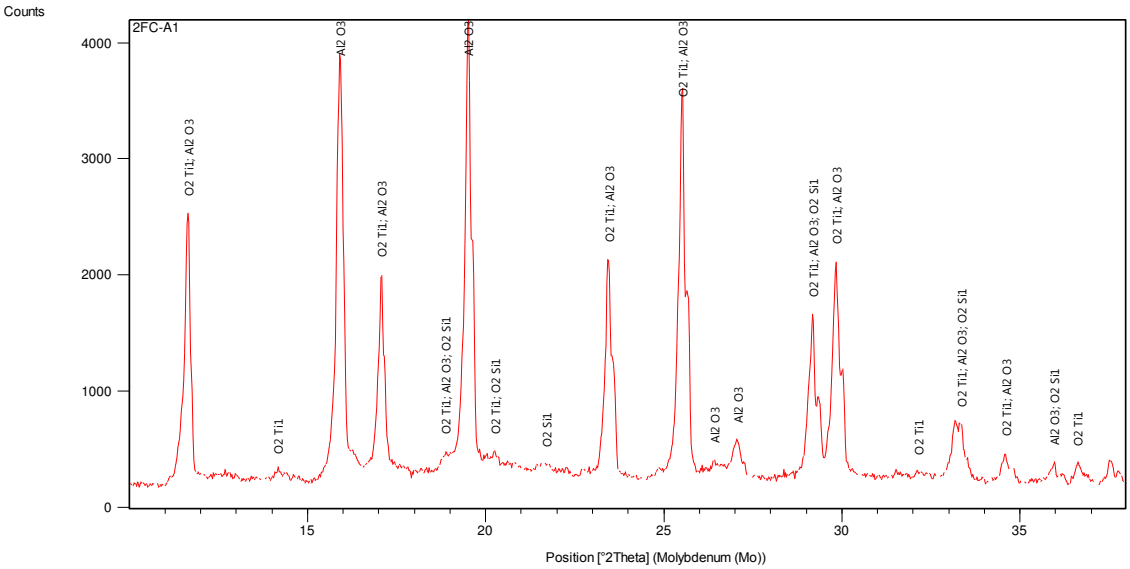
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 182 - Difratograma da amostra 3 da região oeste do fundo do bloco 2 (2FO-A3).



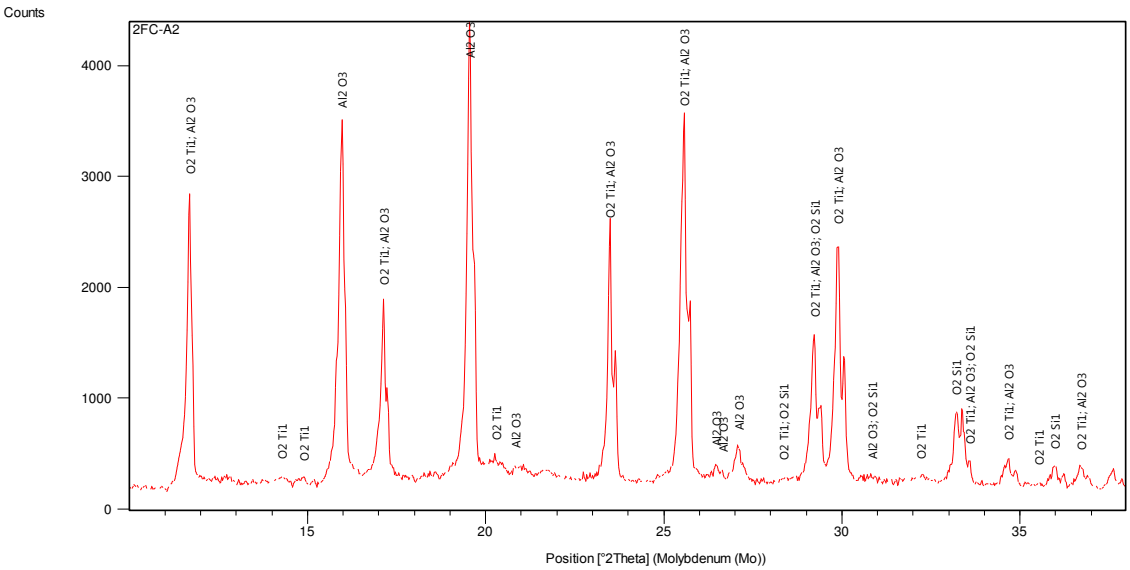
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 183 - Difratograma da amostra 1 da região centro do fundo do bloco 2 (2FC-A1).



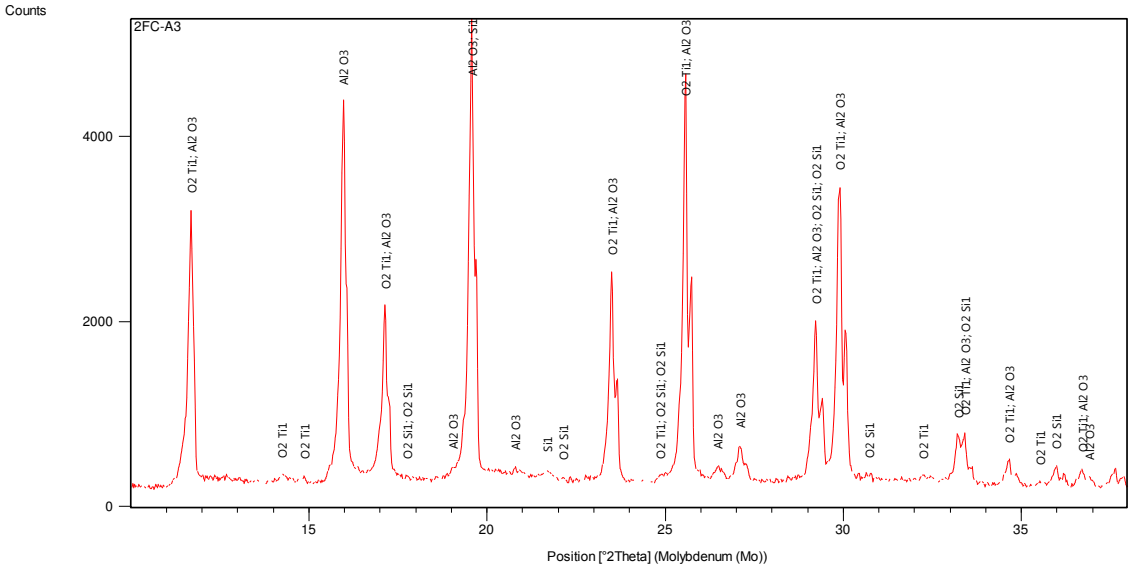
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 184 - Difratograma da amostra 2 da região centro do fundo do bloco 2 (2FC-A2).



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 185 - Difratograma da amostra 3 da região centro do fundo do bloco 2 (2FC-A3).



Fonte: Elaborado pelo autor.