

# PAINEL

## 4

*Caracterização  
Mineralógica do  
Caulim do Morro do  
Felipe (PA) com Ênfase  
no Estudo do Ferro na  
Estrutura da Caulinita*

**Marcelo de Castro Miglionico**  
Bols. de Inic. Científica, Geologia, UFRJ

**Luiz Carlos Bertolino**  
Orientador, Geólogo

### 1. INTRODUÇÃO

O caulim é uma rocha de granulometria fina, geralmente de cor branca, que tem como constituintes principais os minerais do grupo da caulinita. A principal aplicação do caulim é na indústria de papel, sendo também utilizado como matéria-prima para produção de tintas, cerâmicas, borracha, plásticos, remédios, fibra de vidro, catalisadores, fertilizantes e outros.

Normalmente, o caulim ocorre associado a diversas impurezas, sendo necessários processos de beneficiamento eficientes para adequá-lo ao uso industrial. Existem basicamente dois processos de beneficiamento de caulim: a seco e a úmido. O processo a seco, apesar de ser bem mais simples do que o outro, dificilmente é utilizado, pois apresenta produto de qualidade bem inferior ao obtido a úmido. As principais etapas desse processo são: britagem,

secagem e pulverização. Já o processo a úmido permite a obtenção de produto mais uniforme, sendo as principais etapas de beneficiamento: dispersão, desareamento, classificação granulométrica, separação magnética, alvejamento químico, filtragem e secagem.

O ferro é uma impureza normalmente associada ao caulim, que pode ser encontrada sob duas formas distintas: substituindo o  $Al^{3+}$  na estrutura da caulinita, ou ainda na forma de óxido e/ou hidróxido externo à estrutura. Algumas técnicas têm se mostrado úteis na determinação do ferro, como a espectroscopia de Mössbauer, a espectroscopia de infravermelho e a ressonância paramagnética eletrônica.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo foi direcionado no sentido de determinar os constituintes mineralógicos do minério de caulim do Morro do Felipe (PA), avaliando a influência do ferro no índice de alvura através de ressonância paramagnética eletrônica (RPE). Inicialmente, a amostra foi dispersa com hexametáfosfato de sódio, seguido de desareamento em peneira de  $44 \mu m$ ; a fração passante foi submetida ao separador magnético com intensidade de campo de 14.000 Gauss. Esse processo gerou quatro subprodutos, a saber:  $+44 \mu m$  (MF-01),  $-44 \mu m$  (MF-02),  $-44 \mu m$  não magnético (MF-03) e  $-44 \mu m$  magnético (MF-04).

A caracterização do caulim do Morro do Felipe consistiu do estudo mineralógico das frações  $+44 \mu m$ ,  $-44 \mu m$  e seus subprodutos, através de difratometria de raios-X, espectroscopia de infravermelho, análise química e ressonância paramagnética eletrônica (RPE).

A operação de alvejamento químico do caulim com agente redutor (ditionito de sódio) visou reduzir o teor de ferro presente na amostra e, conseqüentemente, elevar o índice de alvura, o que foi monitorado com RPE.

## 3. RESULTADOS OBTIDOS

### 3.1 Difratometria de Raios-X

A difratometria de raios-X foi utilizada na identificação mineralógica de todas as frações da amostra. Os resultados estão apresentados na Tabela 1. As amostras MF-01a, MF-02a, MF-03a e MF-04a foram aquecidas a uma temperatura de aproximadamente  $450^{\circ}C$ , durante um período de 3 h, a fim de transformar a caulinita em metacaulinita, conseqüentemente realçando os picos de minerais com baixa concentração na amostra e facilitando sua identificação.

Tabela 1 - Resultados das análises por difração de raios-X do caulim do Morro do Felipe.

| AMOSTRA | MINERALOGIA  |
|---------|--|
| MF-01   | caulinita, dickita, quartzo, hematita, zircão(?)               |
| MF-01a  | anatásio, quartzo  |
| MF-02   | caulinita  |
| MF-02a  | anatásio, quartzo  |
| MF-03   | caulinita  |
| MF-03a  | anatásio, hematita(?)  |
| MF-04   | caulinita, hematita, quartzo, zircão(?)                        |
| MF-04a  | quartzo, zircão, hematita, anatásio, ilmenita, ilmenorutilo(?) |

### 3.2 Análise química

Tabela 2 - Análise química da fração  $-44 \mu m$  do caulim do Morro do Felipe

| Óxidos        | (% em peso).MF-02 |
|---------------|-------------------|
| $SiO_2$       | 46.6              |
| $Al_2O_3$     | 34.5              |
| CaO           | 0.17              |
| $Fe_2O_3$     | 1.6               |
| $TiO_2$       | 1.3               |
| $MnO_2^*$     | <20               |
| $MgO^*$       | 920               |
| Perda ao Fogo | 14.3              |
| Total         | 98.47             |

\* ppm

A composição mineralógica normativa da amostra -44  $\mu\text{m}$ , calculada a partir da análise química, aponta para 82% de caulinita e 9% de quartzo. Anatásio, hematita, zircão e ilmenita, minerais acessórios, não puderam ser quantificados.

### 3.3 Espectroscopia de Infravermelho

A espectroscopia de infravermelho foi utilizada com o objetivo de certificar o tipo de argilomineral que compõe as amostras e o seu grau de cristalinidade.

O espectro de infravermelho da amostra MF-02 está apresentado nas Figuras 1 e 2. O espectro nas bandas de absorção entre 3.700  $\text{cm}^{-1}$  e 3.400  $\text{cm}^{-1}$  foi ampliado, a fim de ser comparado com espectros de caulinitas com diferentes graus de cristalinidade e com halloisita. Pelas características apresentadas, podemos observar que o espectro da amostra estudada assemelha-se aos de caulinita desordenada.

Uma pequena inflexão na região de absorção de 930  $\text{cm}^{-1}$  na amostra (Figura 1), provavelmente corresponde à vibração de deformação das ligações Al-OH-Fe. Esse tipo de ligação é indicativo da substituição de Al por Fe na estrutura da caulinita.

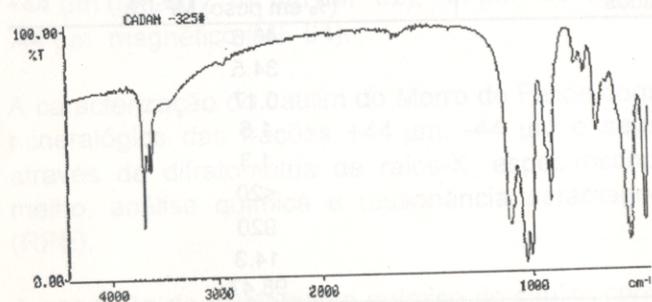


Figura 1 - Espectro de infravermelho da amostra MF-02.

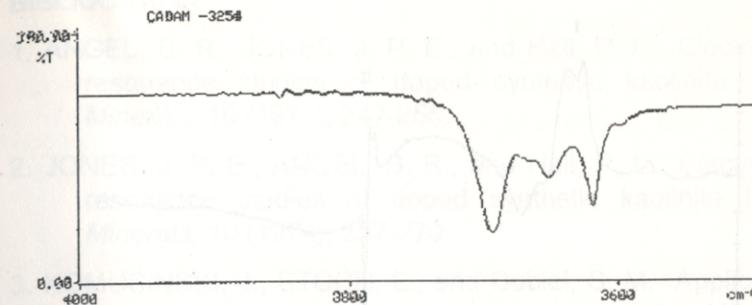


Figura 2 - Espectro de infravermelho da amostra MF-02 ampliado.

### 3.4 Ressonância Paramagnética Eletrônica

Os espectros de RPE mostram um pico na região  $g = 2$  (I), que é atribuído ao  $\text{Fe}^{3+}$  estrutural (1, 2 e 3), enquanto as linhas da região  $g = 4$  podem ser resultantes das imperfeições do cristal (Figuras 3 e 4).

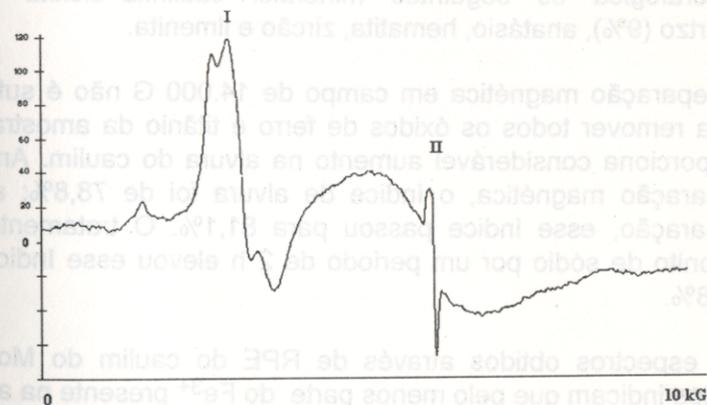


Figura 3 - Espectro de ressonância paramagnética eletrônica da amostra -44  $\mu\text{m}$  não tratada.

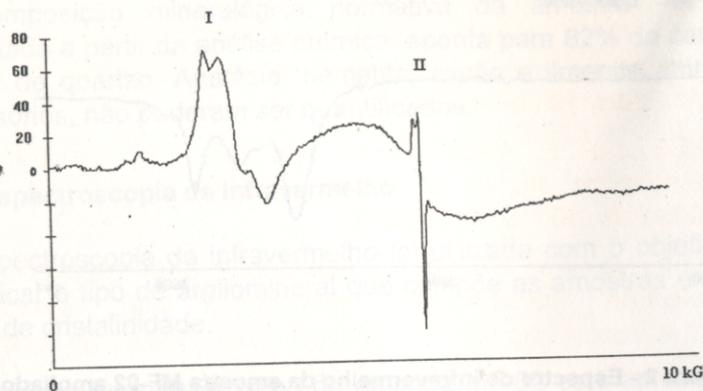


Figura 4 - Espectro de ressonância paramagnética eletrônica da amostra -44  $\mu\text{m}$  tratada com ditionito de sódio por duas horas.

#### 4. CONCLUSÕES

O minério do Morro do Felipe apresentou como assembléia mineralógica os seguintes minerais: caulinita+dickita (82%), quartzo (9%), anatásio, hematita, zircão e ilmenita.

A separação magnética em campo de 14.000 G não é suficiente para remover todos os óxidos de ferro e titânio da amostra, mas proporciona considerável aumento na alvura do caulim. Antes da separação magnética, o índice de alvura foi de 78,8%; após a separação, esse índice passou para 81,1%. O tratamento com ditionito de sódio por um período de 2 h elevou esse índice para 84,8%.

Os espectros obtidos através de RPE do caulim do Morro do Felipe indicam que pelo menos parte do  $\text{Fe}^{3+}$  presente na amostra -44  $\mu\text{m}$  encontra-se substituindo o  $\text{Al}^{3+}$  na estrutura da caulinita. Após o tratamento químico com ditionito de sódio, o pico na região  $g = 2$  diminui de intensidade, enquanto o índice de alvura aumenta. Isto indica uma relação entre o ferro estrutural e o índice de alvura do caulim.

#### BIBLIOGRAFIA

1. ANGEL, B. R., JONES, J. P. E., and Hall, P. L. Electron spin resonance studies of doped synthetic kaolinite I: *Clay Minerals*, 10 (1974), 247-255.
2. JONES, J. P. E., ANGEL, B. R., and Hall, P. L. Electron spin resonance studies of doped synthetic kaolinite II: *Clay Minerals*, 10 (1974), 257-270.
3. KOMUSINSKI, J., STOCH, L., and Dubiel, S. M. Application of electron paramagnetic resonance and Mössbauer spectroscopy in the investigation of kaolinite-group minerals: *Clays and Clay Minerals*, 29 (1981) 23-30.