



Universidade de Aveiro Departamento de Geociências

Ano 2010/2011

**Anabela Mendes
Lopes**

**Beneficiação de materiais geológicos - Moscovite na
dermocosmética**



**Anabela Mendes
Lopes**

**Beneficiação de materiais geológicos - Moscovite na
dermocosmética**

Dissertação apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Geomateriais e Recursos Geológicos, realizada sob a orientação científica do Doutor Fernando Almeida, Professor Associado do Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro.

Para o Renato, para os meus pais e para as meninas de Geomateriais e Recursos Geológicos.

O júri

Presidente

D^{ra} Maria do Rosário Mascarenhas Almeida Azevedo,
Professora Auxiliar da Universidade de Aveiro

Vogal

Maria Ângela de Carvalho Fernandes Almeida,
Professora Auxiliar do Departamento de Geociências, Ambiente e
Ordenamento do Território da FCUP

Orientadores

Dr. Fernando Ernesto Rocha de Almeida,
Professor Associado da Universidade de Aveiro

D^{ra} Maria Helena dos Anjos Rodrigues Amaral,
Professora Auxiliar do Laboratório de Tecnologia Farmacêutica do
Departamento de Ciências do Medicamento da Faculdade de Farmácia
da Universidade do Porto

Agradecimentos:

Ao Professor Fernando Almeida, pela orientação que me deu ao longo destes meses;

À Doutora Helena Amaral, pela disponibilidade, orientação e amabilidade;

Aos meus pais, por apostarem na minha formação;

Ao meu marido, por não me deixar desistir;

À Tibby, pelas tardes passadas no laboratório.

Palavras-Chave

Beneficiação; Geomateriais; Moscovite; Dermocosmética.

Resumo

O presente trabalho tem como base o estudo de um material considerado rejeitado numa exploração de caulino, e posterior beneficiação, de modo a obter-se um concentrado de moscovite para aplicação na indústria dermocosmética.

Por métodos hidrográvicos e partindo da ideia de que, devido à sua forma lamelar, os grãos de moscovite se podem separar de outros minerais através de algumas técnicas industriais e de laboratório. Pretendeu-se obter um concentrado deste mineral a partir de uma material proveniente de um local de extracção de caulino em São Vicente de Pereira Jusã e, posteriormente, procurou-se saber se a moscovite pode ser considerada como filtro solar, ou seja, se a sua absorção/reflexão de UV é compatível para ser usada na pele como protector solar. Foram ainda efectuadas análises de textura, para compreender se há variações neste factor relacionadas com o tamanho do grão ou a percentagem do mineral na amostra.

Keyword

Improvement; Geomaterials; Muscovite; Dermocosmetic.

Abstract

This work is based on a study of a exploration material deemed rejected and further improvement in order to obtain a concentrate of muscovite for application in dermocosmetic industry.

Through hidrogravitic methods and based on the idea that, because their lamellar form, muscovite grains can be separated from other minerals through some industrial and laboratory techniques. We sought to obtain a concentrate of this mineral from a kaolin exploration in São Vicente de Pereira Jusã and, later, we tried to find if the muscovite can be considered a good sunscreen, that is, if its absorption/reflection of UV is compatible for use on our skin as a sunscreen. There were also performed texture analyses, to understand whether there are variations in this factor related to the grain size or the percentage of the mineral in the sample.

Índice

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 1. Introdução | 13 |
| 1.1. Natureza e âmbito deste trabalho | 13 |
| 1.2. Objectivos | 13 |
| 2. Estado de arte | 14 |
| 2.1. Estudo geral sobre a moscovite | 14 |
| 2.2. Moscovite na dermocosmética | 15 |
| 2.3. Geologia e enquadramento geológico da área de estudo | 20 |
| 2.4. Enquadramento geográfico da área de estudo | 24 |
| 3. Métodos e técnicas | 27 |
| 3.1. Beneficiação da moscovite do caulino de S. Vicente de Pereira Jusã | 27 |
| 3.1.1. Difracção de raio X (DRX) | 28 |
| 3.1.2. Fluorescência de raio X (FRX) | 29 |
| 3.1.3. Coluna de corrente ascensional perturbada | 30 |
| 3.1.4. Separador magnético Frantz | 34 |
| 3.2. Determinação do FPS e análise texturométrica | 37 |
| 3.2.1. Estudo do factor de protecção solar (FPS) | 38 |
| 3.2.2. Análise texturométrica | 40 |
| 4. Análise de resultados | 42 |
| 4.1. Beneficiação da moscovite do caulino de S. Vicente de Pereira Jusã | 42 |
| 4.1.1. Determinação da curva granulométrica | 42 |
| 4.1.2. Difracção de raio X (DRX) | 43 |
| 4.1.3. Fluorescência de raio X (FRX) | 54 |
| 4.1.4. Coluna de corrente ascensional perturbada e separador magnético Frantz | 58 |

| | |
|-------------------------------------------------------------------|-----------|
| 4.2. Estudo do factor de protecção solar e análise texturométrica | 65 |
| 4.2.1. Estudo do FPS | 65 |
| 4.2.2. Análise texturométrica | 67 |
| 5. Conclusões | 75 |
| 6. Anexos | 76 |
| 7. Bibliografia | 86 |

Lista de Figuras

- Figura 1: Estrutura simplificada das micas (<http://www.rtvanderbilt.com>). 14
- Figura 2: Radiação UV subdividida em UVA, UVB e UVC e respectivos comprimentos de onda. UVA e UVB atingem a superfície terrestre, enquanto UVC é reflectida pela camada de ozono (<http://www.earthturns.com/>). 17
- Figura 3: Absorção de radiação UV comparando diferentes granulométricas de TiO₂ (Kemira UV-Titan for Cosmetics, 2006). 19
- Figura 4: Parte da carta geológica de Portugal onde se evidencia, a tracejado, a direcção geral da faixa de cisalhamento Porto-Coimbra-Tomar e, assinalada com um círculo, a zona de extracção de caulino de São Vicente de Pereira Jusã (Chaminé, H. I. (2000) *in* Coelho *et al*, 2006). 21
- Figura 5: Aspecto da exploração de caulinos em bancadas em S. Vicente de Pereira Jusã. 22
- Figura 6: Filões de quartzo presentes nos granitos e *gnaiesses* alterados de São Vicente de Pereira Jusã. 22
- Figura 7: Carta geológica de Portugal com as diferentes zonas geotectónicas referenciadas. A zona em estudo está localizada na Zona de Ossa Morena, a azul, entre Espinho e Aveiro (mapa de LNEG em <https://sites.google.com/site/geologiaebiologia/carta-geol%C3%B3gia-de-portugal>). 23
- Figura 8: Zona de São Vicente de Pereira Jusã, onde se encontram assinalados o local de extracção – a vermelho - e o local de tratamento do material – a azul (<http://maps.google.pt/>). 24
- Figura 9: Mecanismo da lavagem 1 na empresa de extracção de caulinos da Mota Mineral em São Vicente de Pereira Jusã. 25

- Figura 10: A difracção de raios X no ponto de vista de Bragg (KLUG *et al.*, 1974 in Filho, 2009). 28
- Figura 11: Coluna de corrente ascencional perturbada, no Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro. 32
- Figura 12: Método da bateia; verificamos que as partículas de moscovite aderem à interface da água e flutuam, enquanto outros minerais como o quartzo, o feldspato e o caulino se depositam no fundo da bateia. 33
- Figura 13: Separador magnético Frantz, no Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro. 34
- Figura 14: Dois recipientes para a separação mineralógica. A moscovite foi separada para o recipiente mais escuro e os restantes minerais, contendo também uma grande percentagem de mica, foi separado para o recipiente mais claro. 35
- Figura 15: Cálculo das massas de moscovite e *Atoderm* necessárias para um total de 50 g de amostra. 37
- Figura 16: Modo como a mistura deve ser colocada na PMMA, sob a forma de gotículas e igualmente espaçadas. 39
- Figura 17: Esquema que demonstra o modo como a mistura deve ser espalhada na placa PMMA. 39
- Figura 18: Placas de PMMA colocadas no espectrofotómetro *Jasco V-650*. 40
- Figura 19: Espectrofotómetro semelhante ao que foi usado para análises texturométricas (www.stablemicrosystems.com). 41

Figura 20: Gráfico que representa a massa (g) de cada lote em função da granulometria – curva granulométrica. 44

Figura 21: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da moscovite. 45

Figura 22: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da caulinite. 45

Figura 23: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade do quartzo. 45

Figura 24: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da anortoclase. 46

Figura 25: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da ortoclase. 46

Figura 26: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da moscovite. 46

Figura 27: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da caulinite. 47

Figura 28: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade do quartzo. 47

Figura 29: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da anortoclase. 47

Figura 30: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da ortoclase. 48

Figura 31: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da moscovite. 48

Figura 32: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da caulinite. 48

Figura 33: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade do quartzo. 49

Figura 34: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da anortoclase. 49

Figura 35: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da ortoclase. 49

Figura 36: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da moscovite. 50

Figura 37: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da caulinite. 50

Figura 38: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade do quartzo. 50

Figura 39: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da anortoclase. 51

Figura 40: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da ortoclase. 51

Figura 41: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da moscovite. 51

Figura 42: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da caulinite. 52

Figura 43: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade do quartzo. 52

Figura 44: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da anortoclase. 52

Figura 45: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da ortoclase. 53

Figura 46: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da moscovite. 53

Figura 47: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da caulinite. 53

Figura 48: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade do quartzo. 54

Figura 49: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da anortoclase. 54

Figura 50: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da ortoclase. 54

Figura 51: Norma construída em MATLAB, admitindo que as espécies minerais presentes nas amostras são a moscovite, a caulinite, o quartzo e a anortoclase. 58

- Figura 52: Estimativa visual (à lupa) da composição mineralógica do lote com granulometria 125 – 250 μm . 59
- Figura 53: Estimativa visual (à lupa) da composição mineralógica do lote com granulometria 250 – 500 μm . 60
- Figura 54: Gráfico dos valores de peso do *overflow*, *underflow* e pseudo-alimentação recalculados para 1 (percentagem de peso). 61
- Figura 55: Curvas dos pesos cumulados das quatro amostras. 62
- Figura 56: Curvas de partição. A azul, a curva de partição é em ordem ao *underflow*, a vermelho, a curva é em ordem ao *overflow*. 63
- Figura 57: Norma construída em MATLAB, admitindo que as espécies minerais presentes nas amostras são a moscovite, a caulinite, o quartzo e a anortoclase. 65
- Figura 58: Representação gráfica do FPS em função do tamanho do grão de moscovite. 67
- Figura 59: Gráfico obtido na leitura do teste no texturómetro, para 5% de moscovite. A força máxima dá-nos informação sobre a firmeza do creme e a área negativa dá-nos informação acerca da adesividade.. Os valores obtidos são de força (N) em função do tempo (sec.). 69
- Figura 60: Gráfico obtido na leitura do teste no texturómetro, para 7.5% de moscovite. A força máxima dá-nos informação sobre a firmeza do creme e a área negativa dá-nos informação acerca da adesividade.. Os valores obtidos são de força (N) em função do tempo (sec.). 70
- Figura 61: Força máxima (N) para três granulometrias diferentes e com 5% de moscovite na amostra. 71

Figura 62: Adesividade da base de *Atoderm* (Nxseg) para três granulometrias diferentes e com 5% de moscovite na amostra. 71

Figura 63: Força máxima (N) para três granulometrias diferentes e com 7,5% de moscovite na amostra. 72

Figura 64: Adesividade (Nxseg) para três granulometrias diferentes e com 7,5% de moscovite na amostra. 72

Figura 65: Representação gráfica das médias das forças máxima para três granulometrias diferentes de moscovite, a 5%. 73

Figura 66: Representação gráfica das médias das forças máxima para três granulometrias diferentes de moscovite, a 7.5%. 73

Figura 67: Representação gráfica das médias das áreas negativas para três granulometrias diferentes de moscovite, a 5%. 74

Figura 68: Representação gráfica das médias das áreas negativas para três granulometrias diferentes de moscovite, a 7.5%. 74

Lista de Tabelas

Tabela 1: Aberturas dos crivos (em μm) usados para separação granulométrica por via húmida. 22

Tabela 2: Percentagens de moscovite acrescentadas à base de *Atoderm* e respectivas granulometrias. 37

Tabela 3: Tabela 3: Pesos (g) de cada um dos lotes obtidos após passagem, por via húmida, numa coluna de crivos. 43

Tabela 4: Resultados das pesagens de três lotes retirados da coluna de corrente ascensionais perturbada após passagem, por via húmida, num conjunto de crivos. 60

Tabela 5: Leituras do FPS numa mistura de *Atoderm* com 7,5% de moscovite e com três granulometrias diferentes. 66

Tabela 6: Categorias dos protectores solares recomendadas pela Comissão Europeia. 67

Lista de anexos

- Anexo 1: Esquema representativo do circuito de lavagem do material em de São Vicente de Pereira Jusã. 78
- Anexo 2: Esquema que representa a coluna ascensional perturbada criada em laboratório; (1) Alimentação, (2) Rede de 500 μm de abertura, (3) Agitador mecânico, (4) Sentido do movimento da polpa, (5) Injecção de ar, (6) Saída overflow, (7) Deposição de partícula mais graúdas, (8) Underflow, (9) Crivo de abertura 125 μm . 79
- Anexo 3A: Resultado da FRX, em percentagem de óxidos, de elementos maiores para as amostras AL1 (<38 μm), AL2 (38-63 μm), AL3 (63-125 μm), AL4 (125-250 μm), AL5 (250-500 μm) e AL6 (>500 μ). 80
- Anexo 3B: Resultado da FRX, em ppm, de elementos menores para as amostras AL1 (<38 μm), AL2 (38-63 μm), AL3 (63-125 μm), AL4 (125-250 μm), AL5 (250-500 μm) e AL6 (>500 μ). 81
- Anexo 3C: Resultado da FRX, em percentagem de óxidos, de elementos maiores para as amostras 1 (concentrado 125 – 250 μm após 2ª lavagem), 2 (rejeitado da relavagem do *underflow* 125 – 250 μm), 3 (*underflow* 125 – 250 μm após a 1ª passagem), 4 (*overflow* após 1ª lavagem >125 μm), 5 (alimentação), 6 (moscovites obtidas pela separação magnética), 7 (rejeitado da separação magnética) e 8 (concentrado overflow tal&qual). 82
- Anexo 3D: Resultado da FRX, em ppm, de elementos menores para as amostras 1 (concentrado 125 – 250 μm após 2ª lavagem), 2 (rejeitado da relavagem do *underflow* 125 – 250 μm), 3 (*underflow* 125 – 250 μm após a 1ª passagem), 4 (*overflow* após 1ª lavagem >125 μm), 5 (alimentação), 6 (moscovites obtidas pela separação magnética), 7 (rejeitado da separação magnética) e 8 (concentrado overflow tal&qual). 83
- Anexo 4: Tabelas de auxílio para calculos das curvas de partição. 84
- Anexo 5: Resultados obtidos com as análises realizadas na Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto. 85

Lista de Abreviaturas

UV – Ultravioleta

FPS – Factor de protecção solar

DRX – Difraccção de raios X

FRX – Fluorescência de raios X

Ppm – Partes por milhão

μm – Micrómetros

N – Newton

Sec. - Segundos

1. Introdução

1.1. Natureza e âmbito deste trabalho

O presente trabalho insere-se na disciplina Projecto/Tese do 2º ano do Mestrado de Geomateriais e Recursos Geológicos, numa parceria entre o Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro e o Departamento de Geociências, Ambiente e Ordenamento de Território da Faculdade de Ciências da Universidade do Porto. Para a sua realização, procedeu-se à recolha de uma material proveniente de uma extracção de caulino em São Vicente de Pereira Jusã, e posterior beneficiação, recorrendo a várias técnicas de laboratório, a fim de se utilizar um produto concentrado em moscovite para incorporar numa base/emulsão e estudar o factor de protecção solar dessas micas. O trabalho prático foi realizado no Laboratório de Geotecnia do Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro e nos laboratórios da Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto, sob orientação do Prof. Fernando Almeida do Departamento de Geociências e com a colaboração da Dra. Helena Amaral da Faculdade de Farmácia.

1.2. Objectivos

O principal objectivo deste trabalho consistiu em aproveitar um material considerado rejeitado numa empresa de extracção de caulino e proceder à sua beneficiação, de modo a obter, em laboratório, um concentrado de moscovite através de técnicas hidrogravíticas e magnéticas. Este concentrado tinha em vista a sua incorporação numa base para um protector solar, recorrendo ao estudo do factor de protecção solar destas micas, bem como a análises texturométricas, a fim de se compreender se a moscovite poderá ou não funcionar como filtro solar e assim substituir alguns óxidos usados com mais frequência nos protectores solares. Deste modo, pretendeu-se estabelecer uma ligação entre o estudo e beneficiação de geomateriais e a indústria dermocosmética.

2. Estado de arte

2.1. Estudo geral sobre a moscovite

A moscovite é uma mica que, tal como todas as outras micas, é rica em sílica e alumínio, pelo que pertence ao grupo dos filossilicatos. A palavra mica provém do latim *micare*, que significa *brilhar* ou *resplandecer* (Velho, 2005).

A fórmula geral da composição química das micas é dada por $X_2Y_4Z_8O_{20}(OH, F)_4$, em que:

X é essencialmente K, Na ou Ca, mas também pode ser Ba, Rb, Cs;

Y é essencialmente Al, Mg ou Fe, mas também pode ser Mn, Cr, Ti, Li;

Z é essencialmente Si ou Al, mas pode ser também Fe^{3+} e Ti (Deer *et al.*, 2008).

Estes filossilicatos têm uma morfologia lamelar e clivagem basal perfeita. Esta clivagem é consequência da sua estrutura em camadas (Figura 1).

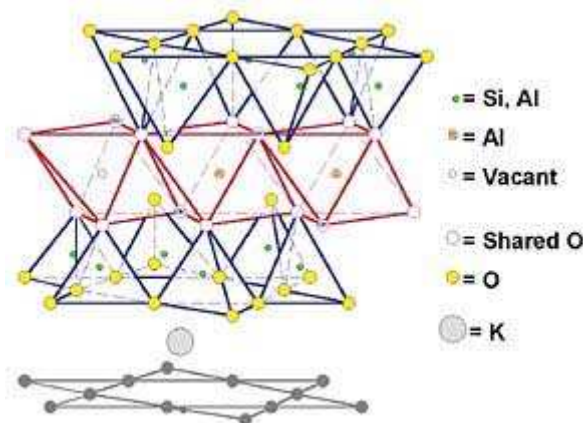


Figura 1: Estrutura simplificada das micas (<http://www.rtvanderbilt.com>).

Estruturalmente, as micas são uma lâmina complexa, em que uma camada de cátions Y se encontra estratificada entre duas camadas idênticas de tetraedros de sílica e

alumínio – (Si, Al) O₄ – unidos entre si. Na moscovite, um quarto das posições está ocupado, de forma irregular, pelo Al. Os restantes três quartos estão ocupados pelo Si (Deer *et al*, 2008).

A moscovite, também designada por mica potássica ou mica branca, é uma mica, quanto à sua paragénesis, que pode ocorrer em todo o tipo de rochas: ígneas, metamórficas e sedimentares. No entanto, os principais depósitos de onde este material é extraído, são essencialmente pegmatitos e outras rochas ácidas.

A sua fórmula geral é dada por: K₂Al₄[Si₆Al₂O₂₀](OH, F)₄ (Deer *et al*, 2008; Velho, 2005). É um mineral com tonalidade clara de verde, vermelho ou castanho, ou pode ser incolor. Tem importância industrial principalmente pelas suas propriedades de isolamento térmico e é muito usada na indústria electrónica, nas tintas como agente de resistência, durabilidade, anticomburente e pigmento, e em plásticos como resistente e barreira à radiação UV e microondas (Velho, 2005). Além da moscovite, o mineral de interesse neste estudo, há outras micas com aplicação industrial, como é o caso da biotite, da flogopite e da lepidolite (Deer, 2008; Velho, 2005).

A dureza da moscovite varia conforme a direcção: na escala de *Mosh* é 2 paralelamente à clivagem e 4 perpendicularmente ao plano de clivagem 001 (Deer *et al*, 2008).

2.2. Moscovite na dermocosmética

A pele é o maior órgão do corpo humano e também o mais exposto a diversos factores que podem ser nocivos à nossa saúde, pelo que requer alguns cuidados que vão desde a hidratação à cosmética decorativa, passando pela protecção solar. No entanto, estes cuidados não são uma prática recente, uma vez que desde a antiguidade que os recursos geológicos vêm sendo usados pelo Homem para fins terapêuticos e cosméticos. O exemplo mais comum e, provavelmente, mais antigo, são as argilas, usadas pelos Egípcios, pelos Gregos, pelos Romanos e pelos Árabes desde há milhares de anos. As primeiras aplicações das argilas neste âmbito eram o tratamento de inflamações e queimaduras, e a cura de

feridas, uma vez que o silicato de alumínio presente nas argilas tem elevado poder cicatrizante (Bourgeois, 2006 e Langreo, 1999 *in* Dário, 2008). Também já não é recente o uso de pós minerais para melhorar a aparência da pele. Eram geralmente constituídos por uma base branca feita de talco, mica e/ou sericite (Salvador *et al*, 2007).

Nos dias que correm, a argila continua a ser muito usada para efeitos de balneoterapia e na indústria da dermocosmética (Bourgeois, 2006 e Langreo, 1999 *in* Dário, 2008). Porém, a constante evolução dos padrões de beleza e a procura de produtos mais naturais e com maior eficácia, faz da argila apenas um exemplo de material geológico com este tipo de aplicações. O talco, alguns óxidos e as micas são também minerais de uso frequente na dermocosmética e há uma persistente procura de novas e melhores fórmulas, de modo a satisfazer as necessidades da nossa pele.

A moscovite, mineral de estudo neste trabalho, é de uso muito comum em produtos para a cosmética decorativa, geralmente como pigmento, devido à propriedade de apresentar o chamado de *efeito pérola*. Para amplificar o seu aspecto, é muitas vezes micronizada. Os pigmentos minerais são mais resistentes à luz que os corantes orgânicos (ou químicos), apesar de possuírem menos brilho. Micas, óxidos de ferro e óxidos de crómio são alguns exemplos de pigmentos minerais. O dióxido de titânio (TiO₂) é um outro exemplo, e é o pigmento branco mais usado, por ser muito estável ao calor e à luz. É, por isso, muitas vezes usado como filtro solar (Salvador *et al*, 2007).

Segundo a empresa de cosméticos SUNRISE ®, a moscovite é um mineral ideal para as suas fórmulas, devido à baixa abrasividade, boa adesão à pele e resistência ao tempo, calor e produtos químicos, além de que bloqueia os raios UV (<http://www.geotech.nl/mica.html>). É este último aspecto que pretendemos estudar ao longo deste trabalho.

A radiação UV (100 – 400 nm) emitida pelo sol é prejudicial à nossa saúde quando a ela somos expostos sem qualquer protecção. O uso de protectores solares é, portanto, uma prática frequente nos últimos anos e que tem vindo a aumentar.

A exposição à radiação UV em pequenas quantidades tem efeito terapêutico em algumas patologias, porque melhora a produção de Vitamina D (Salvador *et al*, 2007). No

entanto, a pele bronzeada é cada vez mais associada a um padrão de beleza, levando as pessoas a exceder-se no tempo de exposição à luz solar, muitas das vezes sem qualquer protecção ou com protecção insuficiente.

A radiação UV subdivide-se em três faixas tendo em conta o seu comprimento de onda: (1) UVA (320 – 400 nm), (2) UVB (290 – 320 nm) e (3) UVC (100 – 290 nm) (Salvador *et al*, 2007). A radiação UVC é reflectida pela camada de ozono, pelo que não atinge a superfície da Terra (Figura 2). No entanto, se atingisse a superfície terrestre, seria a radiação com efeitos mais nocivos para a nossa saúde.

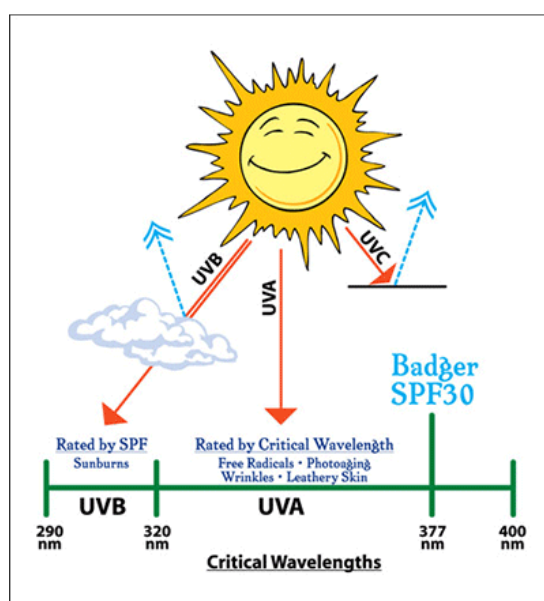


Figura 2: Radiação UV subdividida em UVA, UVB e UVC e respectivos comprimentos de onda. UVA e UVB atingem a superfície terrestre, enquanto UVC é reflectida pela camada de ozono (<http://www.earthturns.com/>).

Devido aos conhecidos danos na camada do ozono, a exposição não protegida à radiação solar pode provocar a formação de eritemas (provocadas pela radiação UVB) e envelhecimento da pele (provocado pela radiação UVA) e, a longo prazo e em casos mais graves, cancro (provocado pelas radiações UVA e UVB) (Batista, 2010). No entanto, os protectores solares diminuem os efeitos nocivos da exposição directa à radiação UV.

Inicialmente, os protectores solares foram projectados para o uso na praia, local onde geralmente expomos com mais frequência o nosso corpo directamente ao sol.

Posteriormente, foram criadas fórmulas direccionadas para desportos na neve. Hoje em dia, são até incorporados em cremes hidratantes, batons e produtos de maquilhagem (Salvador *et al*, 2007).

Os filtros solares são substâncias contidas nos protectores com a finalidade de absorver ou reflectir a radiação UV e proteger a pele dos seus efeitos nocivos. Estes filtros podem ser inorgânicos ou orgânicos. Os filtros inorgânicos, ou físicos, reflectem a radiação UV. São, geralmente, silicatos ou talco e conferem maior protecção, além de que são insolúveis em água. Já os filtros orgânicos, ou químicos, absorvem a radiação UV e são, normalmente, compostos aromáticos (Salvador *et al*, 2007). Daqui se infere que os filtros solares de natureza inorgânica são uma melhor alternativa, até porque estudos indicam que os filtros orgânicos apresentam riscos para a saúde humana, pois são absorvidos pela pele, além de que podem ser tóxicos e provocar reacções alérgicas (Araújo *et al*, 2007).

Há assim uma grande necessidade de se criar novas fórmulas com novos filtros cada vez mais eficazes e não prejudiciais à saúde humana. O dióxido de titânio (TiO_2) e o óxido de zinco (ZnO) são dois filtros inorgânicos com elevado índice de refacção e muito comuns em protectores solares, mas deixam na pele uma película branca com aspecto um pouco inestético, devido ao facto de funcionarem como espelhos microscópicos e reflectirem as radiações UV (Serpone *et al*, 2007, Dunford *et al*, 1997 e Flor *et al*, 2007 in Batista, 2010; Araújo *et al*, 2007).

Tal como já foi referido, o objectivo deste trabalho consiste na beneficiação de moscovite existente num material geológico proveniente de uma extracção de caulino e considerado rejeitado, e posterior estudo ao nível de FPS e textura. Com este trabalho pretendeu-se obter um produto que pudesse, em caso de resultados positivos a nível de FPS, substituir os óxidos geralmente usados em protectores solares como filtros inorgânicos. Como já foi dito anteriormente, o dióxido de titânio (TiO_2) é o filtro solar usado com mais frequência, e a Kemira Pigments, uma subdivisão da empresa Finlandesa de químicos Kemira, mostra que há diferenças significativas na absorção de radiação UV ao nível da granulometria. O dióxido de titânio pode ser usado sobre a forma pigmentar (200 nm) ou em granulometria ultra-fina (20 nm). A figura 3 mostra as diferenças ao nível da absorção de radiação UV quando comparamos as várias granulometrias de TiO_2 .

UV/VIS - SPECTRUM

ultrafine titanium dioxide vs. pigmentary titanium dioxide

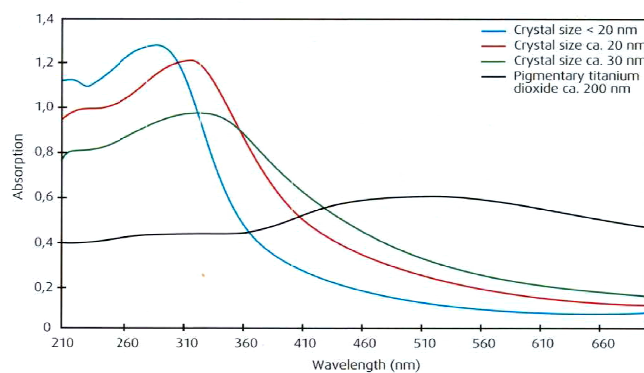


Figura 3: Absorção de radiação UV comparando diferentes granulométricas de TiO₂ (Kemira UV-Titan for Cosmetics, 2006).

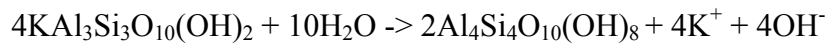
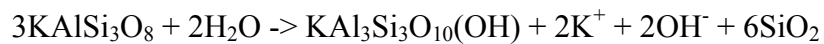
Ao analisarmos a figura 3, facilmente inferimos que o TiO₂ micronizado, ou seja, de granulometrias mais finas, absorve de forma mais eficaz comprimentos de onda que vão desde os 260 aos 360 nm.

Com este trabalho pretendeu-se também compreender até que ponto diferentes granulometrias de moscovite apresentam diferentes resultados ao nível do FPS. Os resultados e respectivas conclusões serão apresentados e discutidos ao longo do trabalho.

2.3. Geologia e enquadramento geológico da área de estudo

A composição química teórica da caulinite, minério que é extraído em São Vicente e de onde foi retirado o material para estudo, é dada por: 39,59% de Al₂O₃, 46,54% de SiO₂ e 13,96% de H₂O (Gomes, 2002). É, portanto, um filossilicato rico em alumínio e sílica. É um mineral de cor branca, podendo apresentar, por vezes, tonalidades avermelhadas, acastanhadas ou azuladas. Tem uma dureza que varia entre 2 e 2,5 na escala de *Mosh* (Deer *et al*, 2008) e tem baixa condutividade térmica e eléctrica. A sua fórmula geral é dada por Al₄Si₄O₁₀(OH)₈, em que o tetraedro base é a folha de Si₄O₁₀ (Velho, 2005).

A caulinite é obtida pela transformação do feldspato e envolve, numa fase intermédia, a formação de moscovite:



As rochas que dão origem aos depósitos residuais de caulino são, geralmente, as rochas ígneas ácidas ou intermédias, ricas em feldspato e pobres em ferro, como é o caso do granito, *gnaisse* e sienito (Velho, 2005).

A caulinite ocorre, principalmente, em jazigos residuais primários que se formam por meteorização ou alteração hidrotermal de feldspatos, moscovite e outros minerais ricos em alumínio (Deer, 2008).

As ocorrências de depósitos de caulinos são muito frequentes em toda a Península Ibérica. Em Espanha, os depósitos de caulino estão associados, geralmente, a bacias sedimentares de idade Cenozóica e são resultado da caulinização de minerais presentes em granitos e distribuem-se um pouco por todo o território (Coelho *et al*, 2006).

Em Portugal, os depósitos de argilas situam-se, geralmente, nos terrenos sedimentares que vão desde o Mesozóico até ao Quaternário. Têm uma orientação preferencial NNW-SSE e NE-SW, em faixas intensamente tectonizadas e cizalhadas, e estão relacionadas com granitóides e *gnaises* existentes no bordo NW do soco de idade anterior à Mesozóica (Coelho *et al*, 2006).

A faixa metamórfica com direcção geral NNW-SSE é conhecida como faixa de cisalhamento Porto-Coimbra-Tomar (Figura 4) e nela se insere o local de extracção de caulinos em São Vicente de Pereira Jusã, na região de Ovar, a área de estudo deste trabalho. O local da extracção encontra-se assinalado por um círculo negro também na mesma figura (Figura 4). É uma zona de *gnaiesses*, migmatitos e granitos *gnaiissicos*, de idade Varisca e/ou Pré-Varisca, caulinitizados, conforme se pode ler na legenda da Carta Geológica.



Figura 4: Parte da carta geológica de Portugal onde se evidencia, a tracejado, a direcção geral da faixa de cisalhamento Porto-Coimbra-Tomar e, assinalada com um círculo, a zona de extracção de caulino de São Vicente de Pereira Jusã (Chaminé, H. I. (2000) in Coelho *et al*, 2006).

A extracção de São Vicente de Pereira Jusã, também designada por *Caulinos da Vista Alegre* ou *Caulino de Outeiros*, aparece como massas de granitos ou *gnaiesses* que sofreram processos de caulinição (Figura 5).



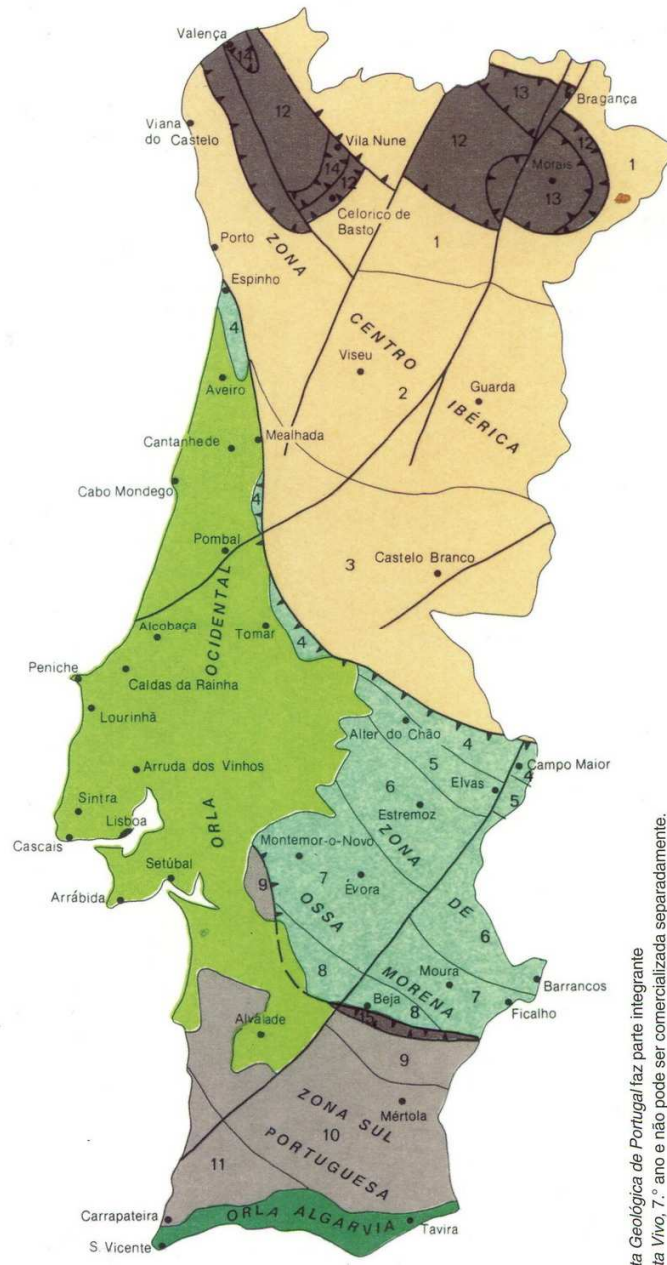
Figura 5: Aspecto da exploração de caulinos em bancadas em São Vicente de Pereira Jusã.

A mineralização principal é a caulinite, havendo também grandes quantidades de quartzo, feldspatos, micas e outros minerais acessórios, sendo ainda visíveis algumas estruturas filonianas (Figura 6). Esta caulinite, sob o ponto de vista genético, é classificado do tipo residual, tendo sido originada pela alteração *in situ* de minerais ricos em alumínio, como a moscovite e o feldspato, presentes em granitóides e *gnaiesses*.



Figura 6: Filões de quartzo presentes nos granitos e *gnaiesses* alterados de São Vicente de Pereira Jusã.

Geotectonicamente, a região em estudo está enquadrada na Zona de Ossa Morena (Figura 7), encontrando-se integrada, como já foi referido anteriormente, na faixa de cisalhamento Porto - Coimbra - Tomar.



Geológica de Portugal faz parte integrante da Vivo, 7.º ano e não pode ser comercializada separadamente.

Figura 7: Carta geológica de Portugal com as diferentes zonas geotectónicas referenciadas. A zona em estudo está localizada na Zona de Ossa Morena, a azul, entre Espinho e Aveiro (mapa de LNEG em <https://sites.google.com/site/geologiaebiologia/carta-geol%C3%B3gia-de-portugal>).

diferentes densidades ou à forma das partículas. Às partículas de menor velocidade de sedimentação e que são arrastadas para cima, chamamos de *overflow*. As restantes partículas, com velocidade de sedimentação mais elevada (*underflow*), saem por baixo, vão ao escorredor 1 e daí para o *stock* de areia, que é depois levada à lavagem 2, um outro circuito de tratamento na empresa Mota Mineral.

No crivo estático, as partículas com dimensões superior a 0.3 mm são rejeitadas, tratando-se, quase na totalidade, de raízes e outro material orgânico. As partículas de dimensões inferiores a 0.3 mm são levadas ao ciclone 2, de onde saem dois produtos: 0/0.1 mm e > 0.1 mm. O material de calibre inferior é levado ao ciclone 3. No ciclone 3, as partículas com dimensões inferiores a 45 µm vão ao decantador e são depois conduzidas ao circuito de caulinos, o produto final desta empresa. O produto de dimensão superior a este valor vai ao crivo horizontal e é rejeitado como mica, bem como as partículas de dimensões superiores que saíram do ciclone 2. É deste lote que foi retirado o material para estudo deste trabalho.

A imagem abaixo (Figura 9) é uma fotografia retirada no local do mecanismo de lavagem 1, na empresa da Mota Mineral em São Vicente de Pereira Jusã.



Figura 9: Mecanismo da lavagem 1 na empresa de extracção de caulinos da Mota Mineral em São Vicente de Pereira Jusã.

No capítulo que se segue – 3. Métodos e Técnicas – serão tratados os métodos usados em laboratório para a beneficiação do produto resultante como rejeitado no circuito de tratamento de caulinos em São Vicente de Pereira Jusã.

Além das técnicas para a obtenção de um concentrado de moscovite, será também abordada a incorporação desta mica como filtro de protecção solar numa base silicónica.

3. Métodos e Técnicas

3.1. Beneficiação da moscovite do caulino de S. Vicente de Pereira Jusã

O material usado neste estudo foi retirado de um rejeitado da extracção de caulino de São Vicente de Pereira Jusã. O objectivo, numa primeira fase, é conhecer qual a composição mineralógica deste material.

No laboratório de Geotecnia do Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro, procedemos ao quarteamento de uma porção deste material, de modo a obter um lote com cerca de 100 grama (g) de peso. Para proceder ao estudo mineralógico do rejeitado da extracção de caulino, começamos por fazer um estudo granulométrico, passando o material por uma coluna de crivos, por via húmida, com as aberturas presentes na tabela 1. Com este procedimento, pretendemos saber qual o lote granulométrico com maior percentagem de moscovite na sua composição, uma vez que a análise granulométrica de partículas sólidas determina o tamanho das mesmas, bem como a frequência com que ocorrem em determinado lote.

Tabela 1: Aberturas dos crivos (em μm) usados para separação granulométrica por via húmida.

| |
|-------------------|
| 500 μm |
| 250 μm |
| 125 μm |
| 63 μm |
| 38 μm |

Após a passagem, por via húmida, pela coluna de crivos, o material foi colocado na estufa, a uma temperatura média de 50 °C durante várias horas, até as amostras estarem bem secas.

Depois de retirados da estufa, os lotes foram pesados a fim de se poder traçar a curva granulométrica.

Posteriormente, foram recolhidas duas amostras de cada lote granulométrico: uma para estudo de fluorescência de raio X (FRX) e outra para estudo de difracção de raio X (DRX) para descobrir quais os principais minerais presentes em cada um dos lotes e em qual deles encontramos maior percentagem de moscovite, o material de interesse neste estudo.

3.1.1. DIFRACÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Os raios X, pelo facto de possuírem um comprimento de onda da ordem da magnitude do espaçamento atómico nos sólidos, são frequentemente utilizados no estudo da estrutura cristalina em materiais sólidos (Nunes, 2008).

Se considerarmos dois ou mais planos de uma estrutura cristalina, as condições para que ocorra a difracção de raios X, ou seja, interferência construtiva, dependem da diferença de caminho percorrido pelos raios X e o comprimento de onda da radiação incidente (Figura 10).

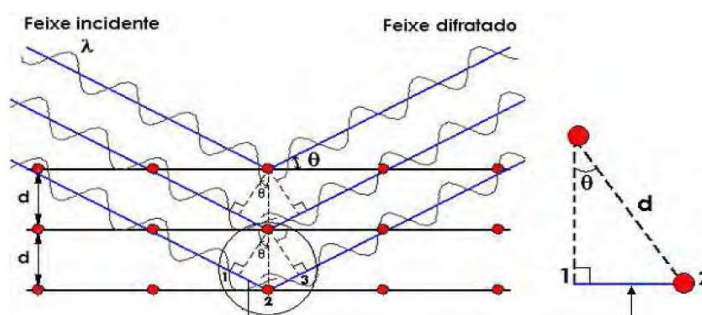


Figura 10: A difracção de raios X no ponto de vista de Bragg (KLUG *et al.*, 1974 in Filho, 2009).

Esta condição é expressa pela lei de Bragg:

$$2 d \sin \theta = n \times \lambda$$

Onde:

d = distância interplanar

Θ = semi-ângulo de difracção medido

n = ordem de difracção (normalmente $\neq 1$)

λ = comprimento de onda da radiação incidente

De entre as várias técnicas que existem para a caracterização de materiais, a de difracção de raios X é a mais indicada na determinação das fases cristalinas dos minerais. Isto é possível porque na maior parte dos sólidos (cristais), os átomos ordenam-se em planos cristalinos separados entre si por distâncias da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X (Albers *et al*, 2002).

A DRX é um fenómeno de interacção entre a radiação electromagnética e a matéria ordenada, e fornece um meio conveniente e prático para a identificação qualitativa de compostos cristalinos (Skoog *et al*, 2002 *in* Batista, 2010). A medida dos ângulos de difracção ajudam a concluir acerca da distância entre os átomos do cristal e, conseqüentemente, da estrutura cristalina, uma vez que a partir da análise do feixe difractado, obtém-se o arranjo atómico do cristal, ou seja, a simetria e a distância entre os átomos que determinam a chamada *cela unitária*, a unidade básica de formação de um cristal.

3.1.2. FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)

A técnica que usa o estudo da fluorescência de raios X é uma técnica não destrutiva que permite uma análise química de amostras no estado líquido ou sólido (Belmonte, 2005). Esta análise pode ser qualitativa, ou seja, permite a identificação dos elementos presentes numa amostra, e também quantitativa, permitindo estabelecer a proporção em que cada elemento se encontra presente. Este é um processo que envolve níveis de energia característicos de cada elemento, logo a radiação emitida é também característica desse elemento.

O objectivo do estudo da FRX neste trabalho é fazer uma análise de elementos maiores e elementos menores presentes nos lotes granulométricos obtidos na coluna de crivos. Esta análise é possível devido ao comportamento dos átomos quando estes interagem com a radiação. Quando o material é sujeito a uma radiação de elevada energia e baixo comprimento de onda, como é o caso dos raios X, dá-se a remoção de um electrão de uma camada interna. Para estabilizar o estado excitado resultante do processo, os electrões das camadas mais externas caem rapidamente para as lacunas geradas nas camadas internas, libertando a diferença de energia entre os dois níveis. A radiação emitida é de menor energia que a incidente pelos raios X. Esta radiação é a *fluorescência de raios X*. A energia emitida é característica de cada elemento, pelo que é um bom método de estudo da abundância de elementos que estão presentes na amostra (<http://serc.carleton.edu>).

Os resultados obtidos com as análises de DRX e FRX relativos às seis amostras serão tratados no capítulo 4. Análise de resultados. Em resumo desses resultados, os lotes com maior percentagem de moscovite são os lotes de granulometria superior: > 125 µm. Foi sobre estes lotes que incidiram os estudos que se seguem.

3.1.3. COLUNA DE CORRENTE ASCENCIONAL PERTURBADA

Numa segunda fase, usamos uma outra amostra proveniente do mesmo local de extracção e quarteamos duas vezes, até se obter uma massa de 3473,5 g e um volume aproximado de 2,9 dm³. Para estimar o volume, usamos um gobelé com um volume total de 3 dm³ e compactamos a amostra o máximo que conseguimos, a fim de minimizar os espaços existentes no material, já que é um material muito poroso. No entanto, este valor (2,9 dm³) é acompanhado de erro, servindo apenas como estimativa.

Fizemos uma polpa com uma diluição de 20%. Para definir qual o volume de água para esta diluição, fizemos o seguinte cálculo:

$$\frac{100(\%)}{20(\%)} = 5$$

Assim sendo, e tendo em conta que queremos obter uma diluição de 20%, temos que:

1 parte material – 4 partes água

Logo:

$3473,5 \times 4 = 13894,0$ g de água

Massa total da amostra: $3473,5\text{g} + 13894,0\text{g} = 17367,5\text{g}$

Feitos os cálculos e adicionada a água para uma diluição de 20%, levamos a polpa a um agitador para impedir a agregação das partículas – floculação - e a sua deposição no fundo do gobelé.

A polpa foi colocada numa coluna de corrente ascensional perturbada que se encontra esquematizada e representada na figura 11 e no anexo 2.

O movimento de uma partícula num fluido é sujeito a uma força resistiva cuja magnitude depende, entre outros aspectos, da forma dessa mesma partícula (Lima *et al*, 2001).

Quando se lança em queda livre, e sem qualquer perturbação, um grupo de partículas, neste caso minerais, de igual densidade e forma mas com diferentes calibres, elas estratificam-se, de baixo para cima, por ordem decrescente de calibres. Este movimento é chamado de regime laminar ou de *Stokes*.

Porém, no nosso material de estudo e no geral em processos industriais, temos partículas de diferentes tamanhos, formas e densidades, pelo que a introdução de uma perturbação na corrente, neste caso uma injeção de ar, vai provocar a formação de dois lotes distintos:

- Os que possuem uma velocidade final de sedimentação elevada e apenas são retardados no seu percurso descendente; vão constituir um lote de grãos depositados ou que saem pelo fundo – *underflow*;
- Os de velocidade final de sedimentação inferior ou igual à velocidade ascendente do meio (injeção de ar), que serão obrigados a inverter o sentido do seu movimento e constituirão um lote descarregado superiormente – *overflow* – que constitui a fracção fina. É neste lote que esperamos obter um concentrado de moscovite.



Figura 11: Coluna de corrente ascensional perturbada, no Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro.

Com este mecanismo de corrente ascensional perturbada – coluna de elutriação-flutuação – pretendeu-se obter um concentrado de moscovite. Num estudo laboratorial prévio, e usando uma bacia, verificamos que, devido à forma lamelar das micas, estas aderem à interface da água quando sujeitas a uma perturbação (agitação) mecânica (Figura 12).



Figura 12: Método da bateia; verificamos que as partículas de moscovite aderem à interface da água e flutuam, enquanto outros minerais como o quartzo, o feldspato e a caulinite se depositam no fundo da bateia.

A polpa foi colocada num recipiente com uma rede com abertura de $500\mu\text{m}$ no fundo (2, Anexo 2). A percentagem de material com tamanho superior a este valor é muito baixa, pelo que praticamente toda a polpa passa através da rede. O recipiente tem um agitador mecânico (3, Anexo 2) que impede a floculação das partículas.

O *underflow*, ou seja, as partículas mais pesadas, vai depositar e sair pelo tubo interior (8, Anexo 2). O *overflow* – as partículas mais leves, ou que melhor aderem ao ar - flutua com a injeção de uma pequena quantidade de ar (5, Anexo 2) e sai pelo tubo exterior (6, Anexo 2). O *overflow*, quando sai pelo tubo, vai depositar num crivo com abertura de $125\ \mu\text{m}$ (9, Anexo 2), a fim de se obter um concentrado com esta granulometria ou superior.

Foram feitas duas passagens do material pela coluna de corrente ascensional perturbada, isto é, o rejeitado (*underflow*) da primeira passagem foi novamente acrescentado à alimentação (1, Anexo 2) para uma segunda passagem. Este processo minimiza os erros, uma vez que, e tratando-se de um esquema que simula um processo industrial, a moscovite não sai toda como *overflow*.

Parte da amostra resultante do *overflow* foi passada por um crivo com uma abertura de 250 μm , de modo a obter-se um lote com uma granulometria de 125-250 μm . Este lote foi ao separador magnético Frantz.

3.1.4. SEPARADOR MAGNÉTICO FRANTZ

O separador magnético Frantz (Figura 13) é um aparelho que separa os minerais com base nas suas propriedades magnéticas.



Figura 13: Separador magnético Frantz, no Departamento de Geociências da Universidade de Aveiro.

A moscovite, apesar de não ser um mineral ferromagnético, como é o caso da magnetite ou da pirrotite, já que não contém ferro na sua composição, tem alguma susceptibilidade magnética e pode ser separada de outros minerais através do separador magnético Frantz (<http://www.ldeo.columbia.edu>).

O separador magnético Frantz tem duas saídas para dois recipientes diferentes (Figura 14): um com o concentrado de moscovite com uma granulometria entre os 125 e os

250 μm e outro com o rejeitado da separação magnética com a mesma granulometria. É um método lento, uma vez que é necessário repetir a passagem do rejeitado várias vezes, pois a separação não é total. Por outro lado, é um método aparentemente eficaz, numa análise preliminar, porque se obtém um concentrado que, visualmente, tem uma elevada percentagem de moscovite.

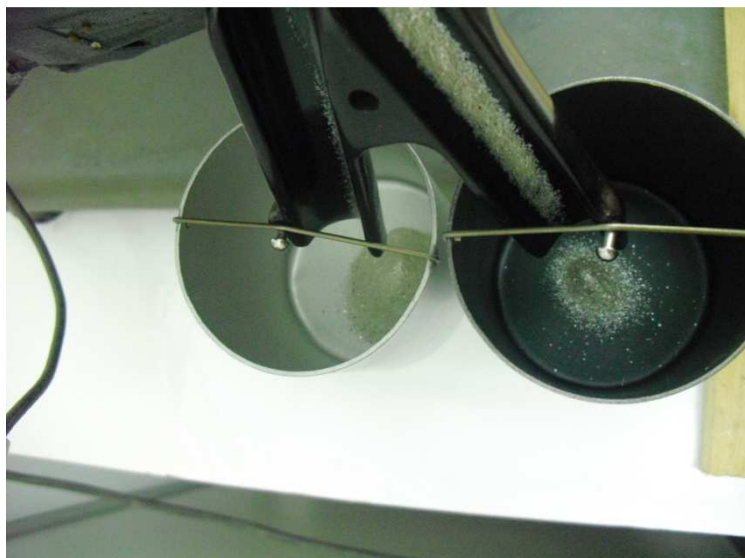


Figura 14: Dois recipientes para a separação mineralógica. A moscovite foi separada para o recipiente mais escuro (à direita) e os restantes minerais, contendo também uma grande percentagem de mica, foi separado para o recipiente mais claro (à esquerda).

Para compreendermos até que ponto a separação magnética do Frantz é eficaz, foram enviadas oito amostras para estudo de FRX:

- (1) Concentrado 125 – 250 μm após 2ª lavagem – amostra obtida a partir do *overflow* que posteriormente foi passada no crivo com abertura de 250 μm e ficou retida no crivo com abertura de 125 μm ;
- (2) Rejeitado da relavagem do *underflow* 125 – 250 μm – amostra obtida a partir do material considerado rejeitado depois de relavarmos o *underflow* que resultou de uma primeira passagem;

- (3) Underflow 125 – 250 μm após a 1ª passagem – Material rejeitado (*underflow*) e que posteriormente foi passado no crivo com abertura de 250 μm e ficou retida no crivo com abertura de 125 μm ;
- (4) Overflow após 1ª lavagem – Material obtido por flutuação retido no crivo com abertura de 125 μm ;
- (5) Alimentação – Material tal&qual, antes de qualquer passagem pela coluna de elutriação-flutuação e por crivos;
- (6) Moscovites obtidas pela separação magnética no Frantz – Concentrado de moscovite;
- (7) Rejeitado da separação magnética no Frantz;
- (8) Concentrado overflow tal&qual ($> 125\mu\text{m}$).

3.2. Determinação do FPS e análise texturométrica

Na Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto, pretendeu-se estudar o factor de protecção solar (FPS) que uma percentagem de moscovite com uma dada granulometria pode dar a uma base de creme, e quais as variações de textura nas diferentes amostras.

Inicialmente usamos uma emulsão à base de silicone, mas quando juntamos as micas houve separação de fases, pelo que tivemos de optar por outra base.

A base utilizada foi o *Atoderm*, uma emulsão óleo/água usada como creme hidratante e à qual juntamos os seguintes valores de moscovite (Tabela 2):

Tabela 2: Percentagens de moscovite acrescentadas à base de *Atoderm* e respectivas granulometrias.

| | 5% | 7,5% |
|-----------|----|------|
| 63-125µm | | |
| 125-250µm | | |
| >250µm | | |

Para um total de 50g de mistura e para cada uma das três granulometrias, procedemos às seguintes pesagens (Figura 15):

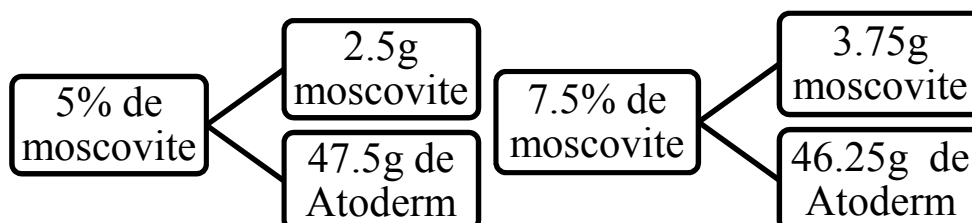


Figura 15: Cálculo das massas de moscovite e *Atoderm* necessárias para um total de 50 g de amostra.

Depois de pesado, o *Atoderm* foi colocado num almofariz e acrescentou-se a moscovite lentamente, envolvendo sempre até se homogeneizar a mistura. Repetiu-se este processo até obtermos seis amostras diferentes.

Deixou-se repousar as amostras durante cerca de uma semana. Após este tempo, procedeu-se à leitura do factor de protecção solar (FPS).

3.2.1. ESTUDO DO FACTOR DE PROTECÇÃO SOLAR (FPS)

O factor de protecção solar é a razão entre o tempo de exposição à radiação UV para produzir eritema na pele protegida pelo protector solar e o tempo para o mesmo efeito com a pele desprotegida (Ferreira *et al*, 2009, *in* Hennig 2011). Para determinar o FPS *in vitro* com recurso aos valores de transmissão e de absorção da radiação UV, baseamo-nos na equação:

$$FPS = \frac{\int_{\lambda=290nm}^{\lambda=400nm} E(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=290nm}^{\lambda=400nm} E(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A0(\lambda)} \times d\lambda}$$

Esta é a equação proposta pela COLIPA (*The European Cosmetics Association*) para a determinação do FPS *in vitro*, em que:

$E(\lambda)$ = Espectro de acção eritematoso

$I(\lambda)$ = Espectro de radiação UV

$d(\lambda)$ = Comprimento de onda por etapa (=1)

$A0(\lambda)$ = Medidas de absorvância monocromática por placa de teste antes da exposição UV

A placa de polimetilmetacrilato (PMMA) é um substrato com características ópticas e fisico-químicas semelhantes às da pele. Apesar de não representar exactamente a pele, tem vantagens na medida em que o custo é baixo e a eficácia elevada, o manuseamento é

fácil, tem estabilidade à luz e permite a distribuição do produto de forma semelhante à distribuição na pele.

A mistura de *Atoderm* e moscovite foi colocada, sob a forma de pequenas gotículas de igual volume e igualmente espaçadas, na placa PMMA (Figura 16). Com um dedo, previamente saturado com a mesma mistura para assim minimizar as perdas, espalha-se as gotículas por toda a placa, durante 20 segundos e com pouca pressão. De seguida, roda-se a placa e aumenta-se a pressão e assim sucessivamente, tal como indica a figura 17.

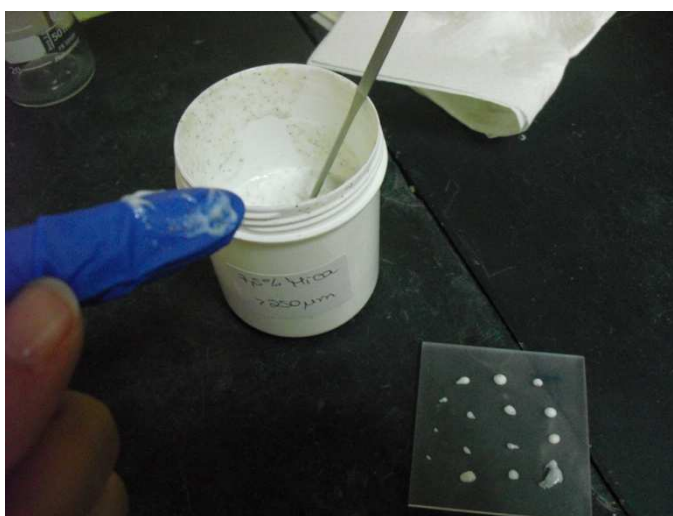


Figura 16: Modo como a mistura deve ser colocada na PMMA, sob a forma de gotículas e igualmente espaçadas.

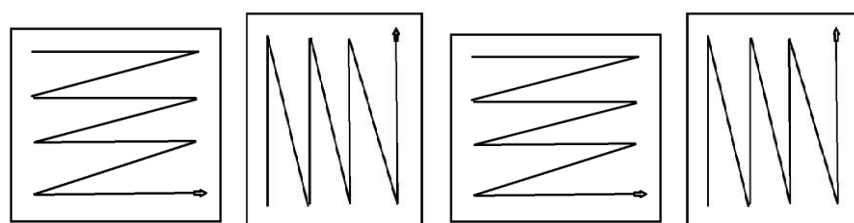


Figura 17: Esquema que demonstra o modo como a mistura deve ser espalhada na placa PMMA.

Colocaram-se 50 mg (correspondendo a $1\text{mg}/\text{cm}^2$) de *Atoderm* com moscovite em cada placa PMMA com a ajuda de uma micro-espátula. Foram feitas duas placas de controlo contendo apenas *Atoderm*, para criar a *base line* no espectrofotómetro. Após a

aplicação da mistura na placa, esta fica em repouso durante cerca de 15 minutos, no escuro e à temperatura ambiente, para assim garantir o auto-nivelamento da amostra.

Findos os 15 minutos, as placas foram colocadas no espectrofotómetro *Jasco V-650* (Figura 18) e sujeitas a feixes de UVA e UVB com comprimentos de onda entre os 290 e os 400 nm.



Figura 18: Placas de PMMA colocadas no espectrofotómetro *Jasco V-650*.

Para criar a *base line*, colocaram-se primeiramente as duas placas controlo, uma contra a outra. Depois, colocou-se cada uma das outras placas contra uma placa controlo.

Este ensaio foi realizado apenas com as misturas com maior percentagem de moscovite (7,5%). Em caso de resultado positivo, ou seja, um FPS desejado, proceder-se-ia também ao estudo para 5% de moscovite. Em caso de resultados não desejados, não será necessário recorrer ao estudo neste tipo de granulometria.

3.2.2. ANÁLISE TEXTUROMÉTRICA

A textura é uma propriedade que corresponde às características físicas da amostra em estudo que são percebidas pelo tacto. Estas características estão relacionadas com

a deformação provocada por uma força e são medidas em força, distância e tempo (Henning, 2011).

O teste consiste na penetração de uma sonda na amostra a uma velocidade e distância pré-definidos. A sonda retorna depois à sua posição inicial, acima da superfície da amostra.

O texturómetro *Stable Micro Systems TA – X Tri* (Fig. 19) foi colocado sob as seguintes definições:

- Modo – compressão
- Sonda – cilíndrica, 25 mm (P/25P)
- Velocidade pré-teste – 3 mm/s
- Velocidade teste – 2 mm/s
- Velocidade pós-teste – 3 mm/s
- Distância de penetração – 2 mm
- Aquisição rate (PPS) – 200 PPS
- Trigger force – 0.049 N



Figura 19: Espectrofotómetro semelhante ao que foi usado para análises texturométricas (www.stablemicrosystems.com).

Para cada amostra, com 5% e 7,5% de moscovite e as três granulometrias em estudo, foram realizados três testes e calculadas as médias dos resultados obtidos, que serão tratados no capítulo 4. Análise de resultados.

4. Análise de resultados

4.1. Beneficiação da moscovite do caulino de S. Vicente de Pereira Jusã

Após a passagem de um lote com cerca de 100 g de material proveniente de São Vicente de Pereira Jusã por uma coluna de crivos, os resultados das pesagens de cada lote encontram-se na Tabela 3. A este material chamamos de alimentação, uma vez que não foi sujeito a qualquer separação ou beneficiação mineralógica prévia.

Tabela 3: Pesos (g) de cada um dos lotes obtidos após passagem, por via húmida, numa coluna de crivos.

| Granulometria (μm) | Massa (g) |
|-------------------------------------------------|------------------|
| <38 | 20,9 |
| 38-63 | 18,3 |
| 63-125 | 25,4 |
| 125-250 | 24,9 |
| 250-500 | 10 |
| >500 | 0,51 |
| Total | 100,01 |

4.1.1. DETERMINAÇÃO DA CURVA GRANULOMÉTRICA

O gráfico da figura 19 mostra a curva granulométrica construída com os resultados das pesagens de cada lote depois de seco, que nos dá a informação acerca do calibre do material. Este gráfico mostra que os lotes com maior percentagem de material são os de granulometria mais fina, o que seria esperado, uma vez que o material vem de uma extracção de caulino, em que a caulinite é um dos minerais mais abundantes.

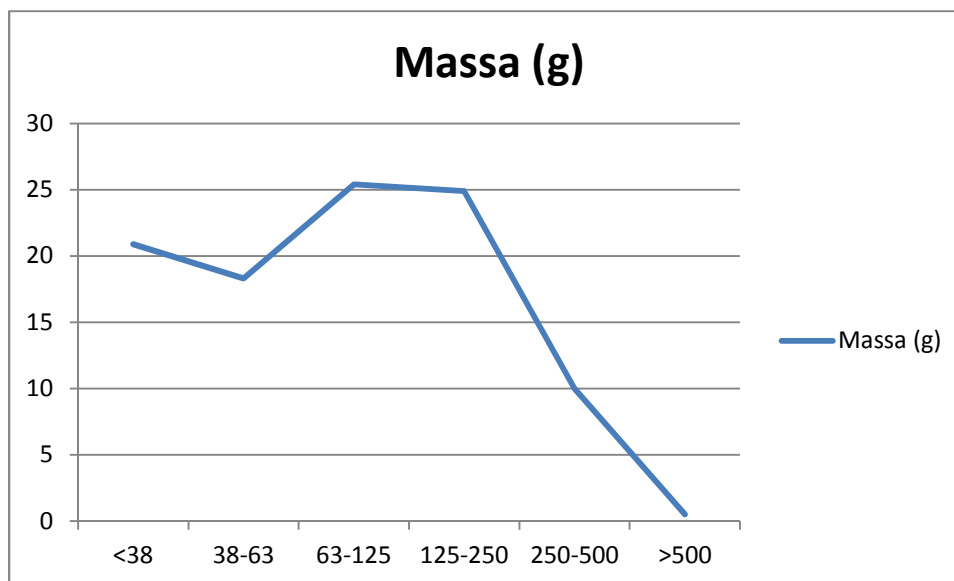


Figura 20: Gráfico que representa a massa (g) de cada lote em função do calibre – curva granulométrica.

4.1.2 DIFRACÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Os resultados da DRX foram analisados no programa X Powder, que relaciona o ângulo Theta entre os planos cristalográficos característico de cada espécie mineral, e nos dá uma análise qualitativa da amostra. Com o X Powder, verificamos que as espécies minerais mais significativas em cada amostra são a moscovite, o caulino, o quartzo, a anortoclase e a ortoclase.

Os difratogramas representados nas imagens de 20 a 49 mostram os picos de intensidade que indicam a difracção de um dado plano cristalino em função de um determinado ângulo 2 Theta, que é característico de cada espécie mineral. O programa X Powder sobrepõe os picos de intensidade de cada mineral inerentes ao ângulo 2 Theta (traços a cinza nas imagens 20 a 49) com os difratogramas obtidos com a análise de DRX, indicando-nos assim quais os minerais presentes em cada amostra.

As amostras são chamadas de AL1 (<38μm), AL2 (38-63μm), AL3 (63-125μm), AL4 (125-250μm), AL5 (250-500μm) e AL6 (>500μm).

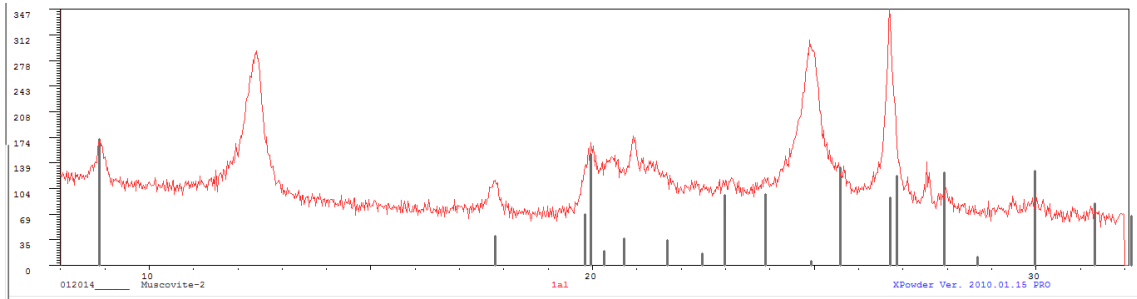


Figura 21: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da moscovite.

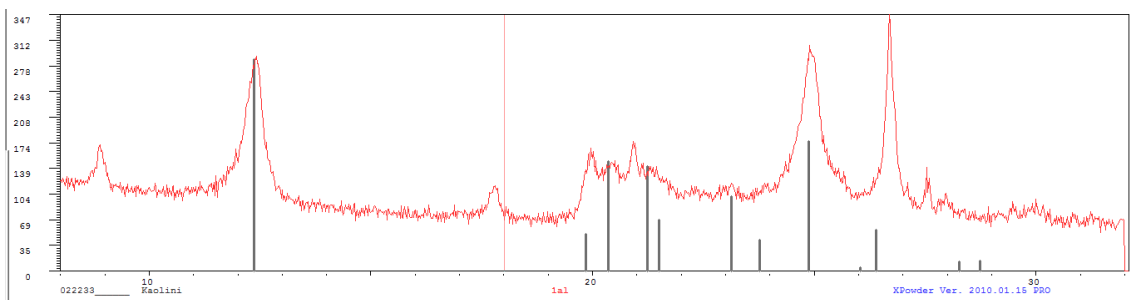


Figura 22: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da caulinite.

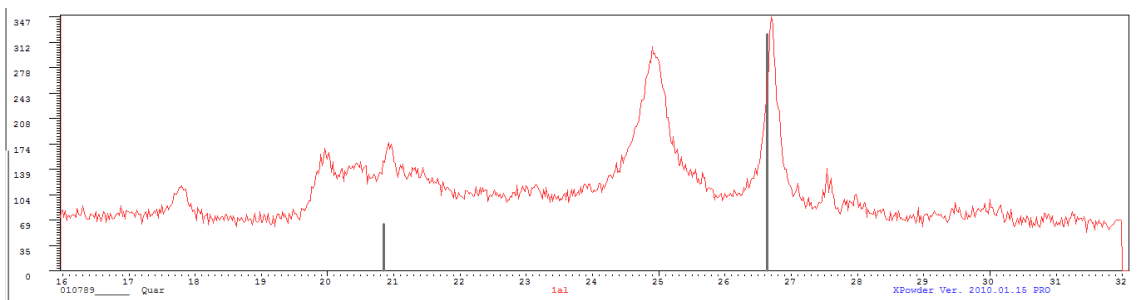


Figura 23: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade do quartzo.

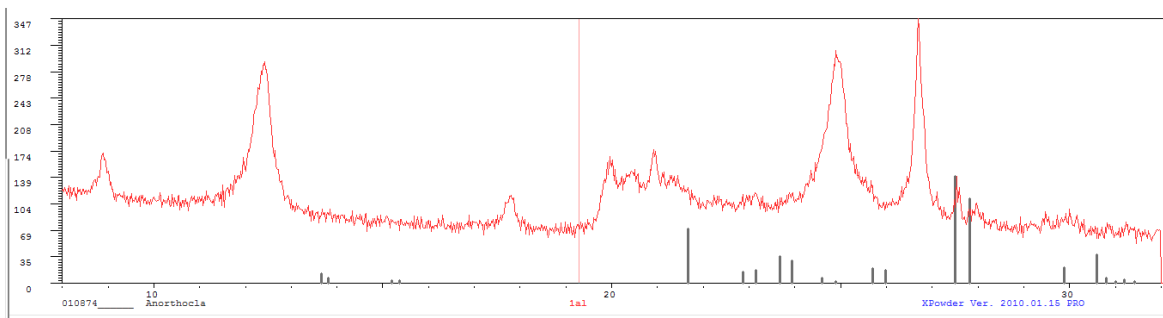


Figura 24: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da anortoclase.

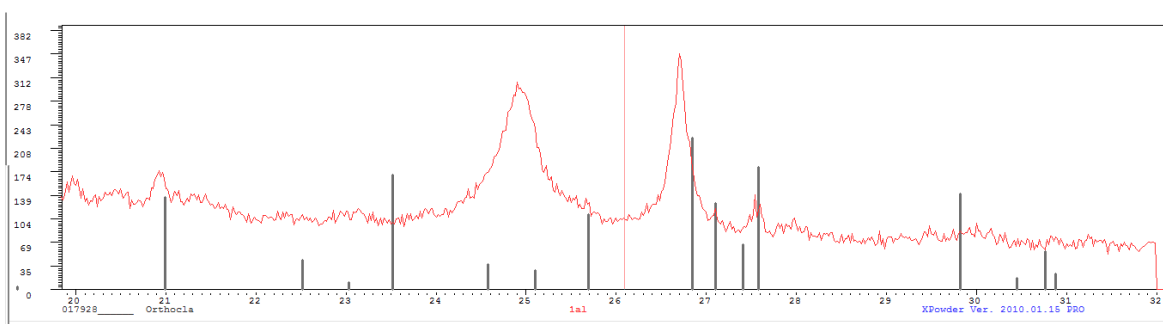


Figura 25: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL1 com os picos de intensidade da ortoclase.

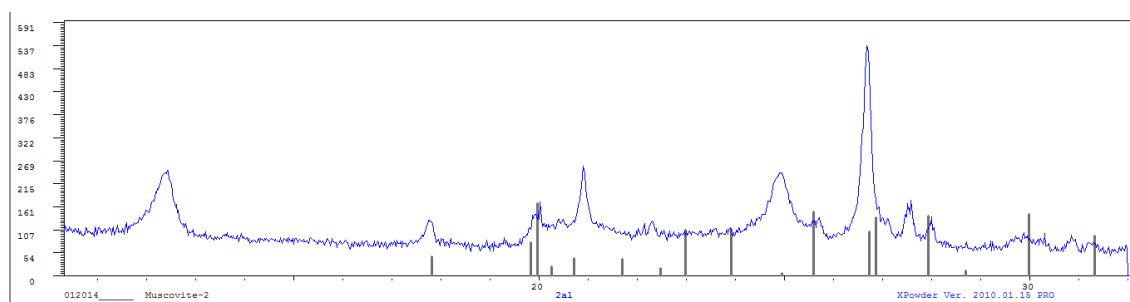


Figura 26: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da moscovite.

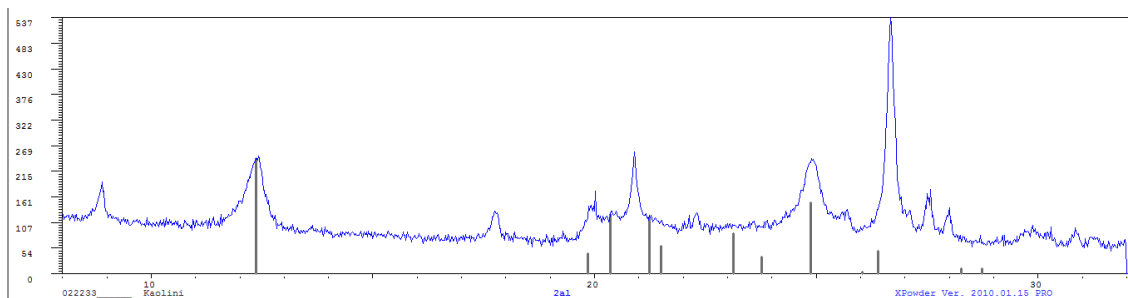


Figura 27: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da caulinite.

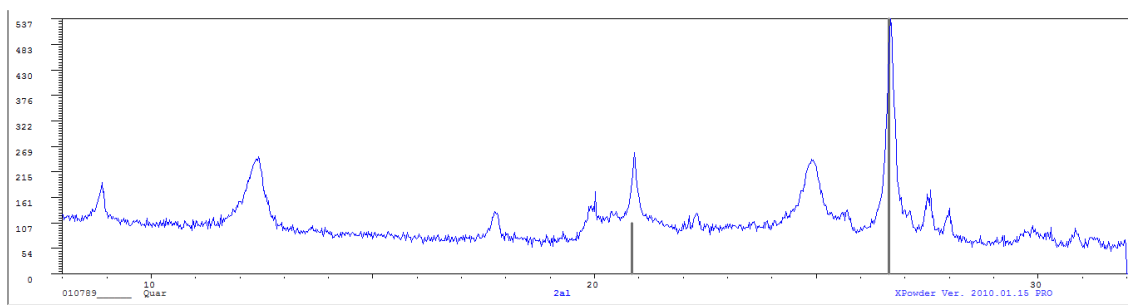


Figura 28: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade do quartzo.

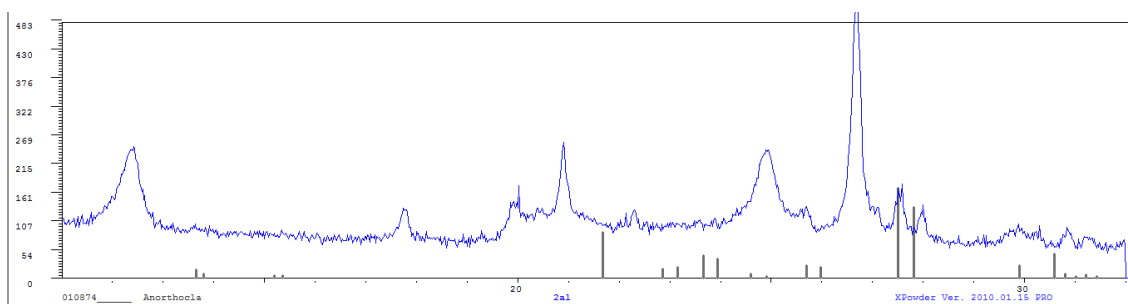


Figura 29: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da anortoclase.

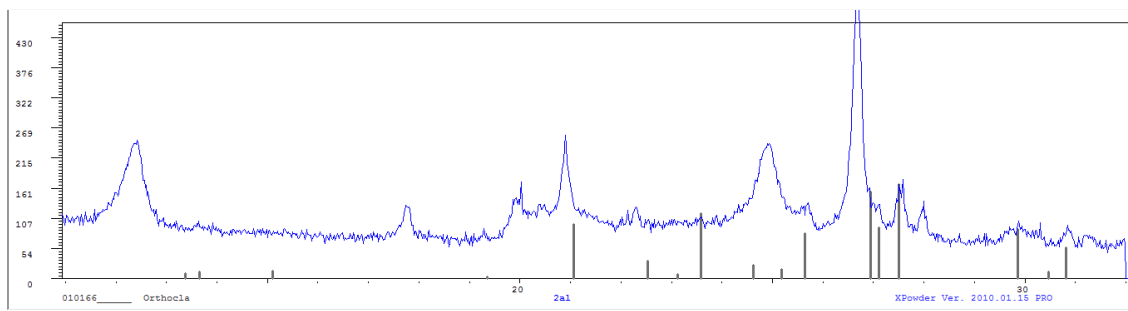


Figura 30: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL2 com os picos de intensidade da ortoclase.

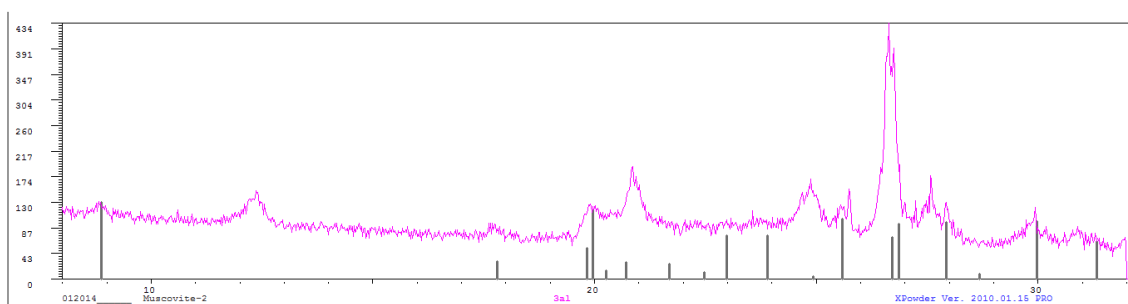


Figura 31: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da muscovite.

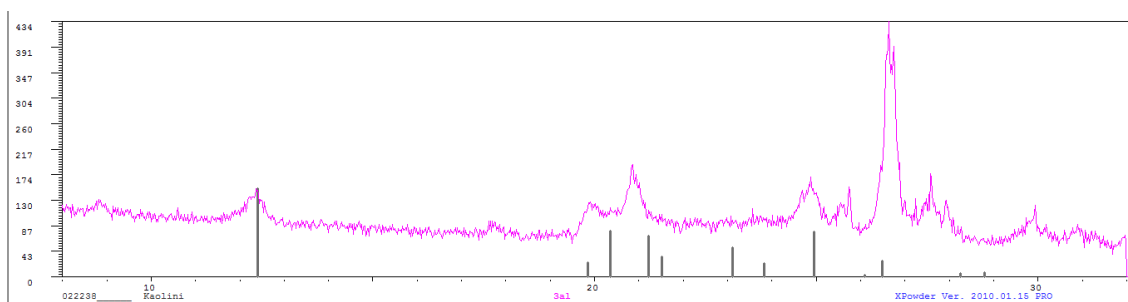


Figura 32: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da caulinite.

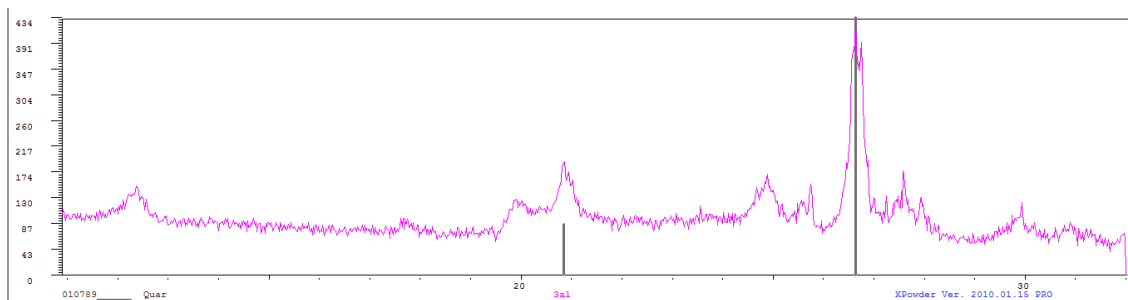


Figura 33: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade do quartzo.

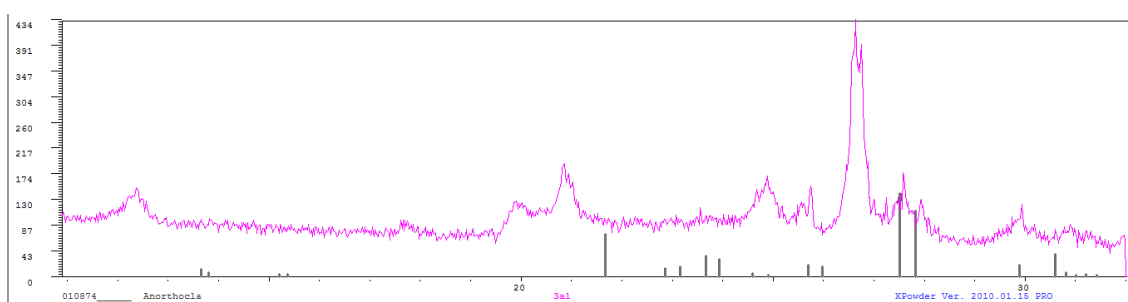


Figura 34: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da anortoclase.

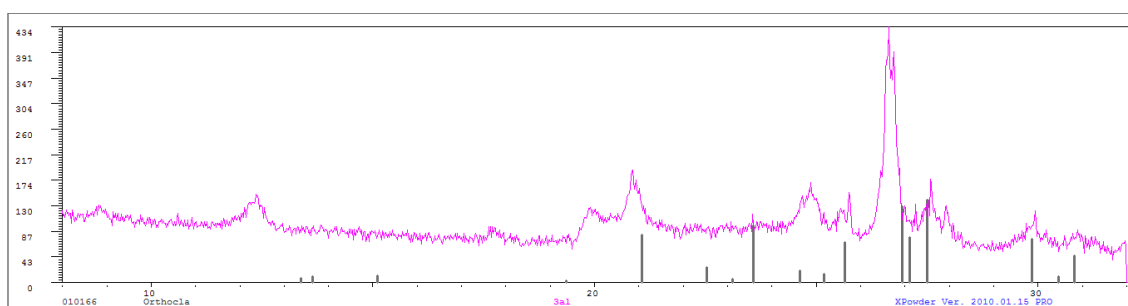


Figura 35: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL3 com os picos de intensidade da ortoclase.

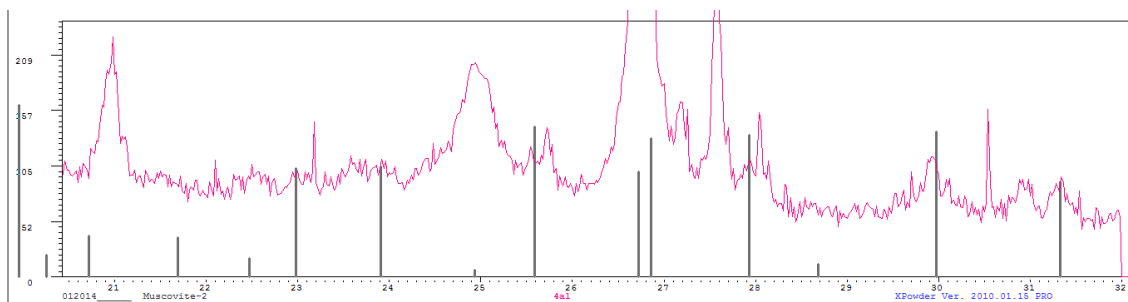


Figura 36: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da moscovite.

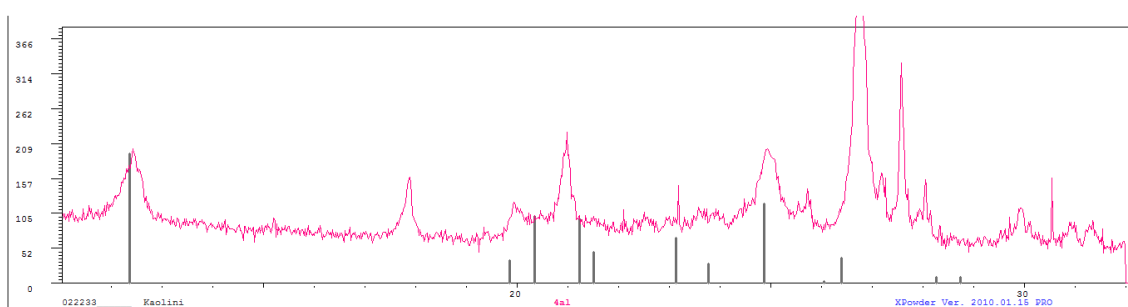


Figura 37: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da caulinite.

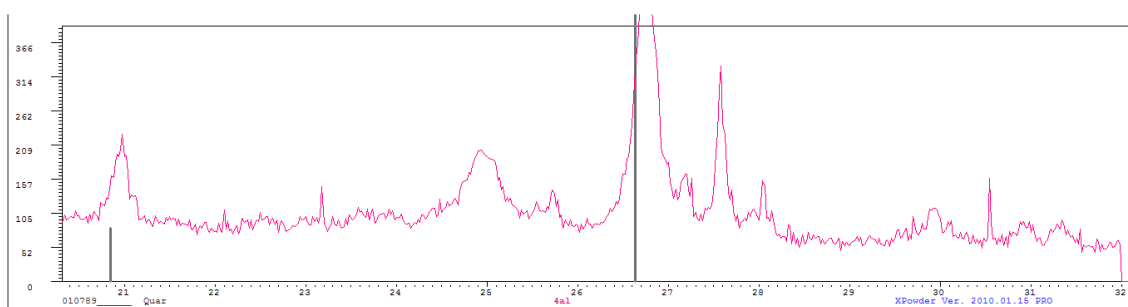


Figura 38: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade do quartzo.

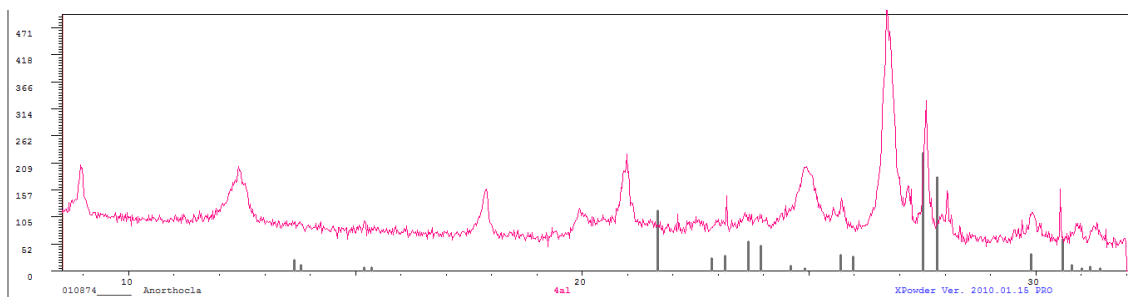


Figura 39: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da anortoclase.

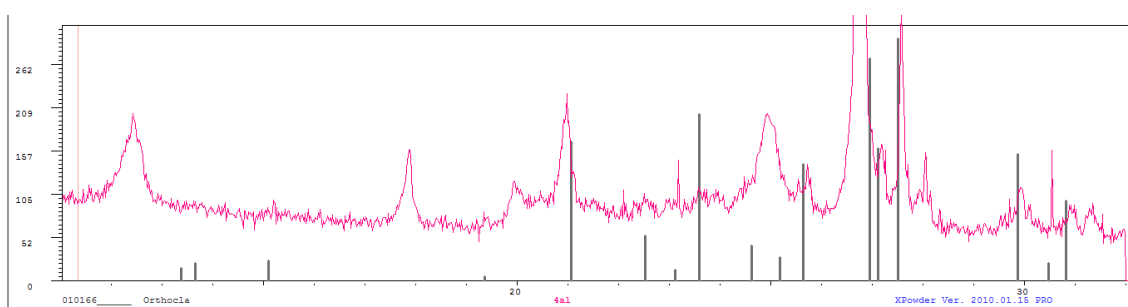


Figura 40: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL4 com os picos de intensidade da ortoclase.

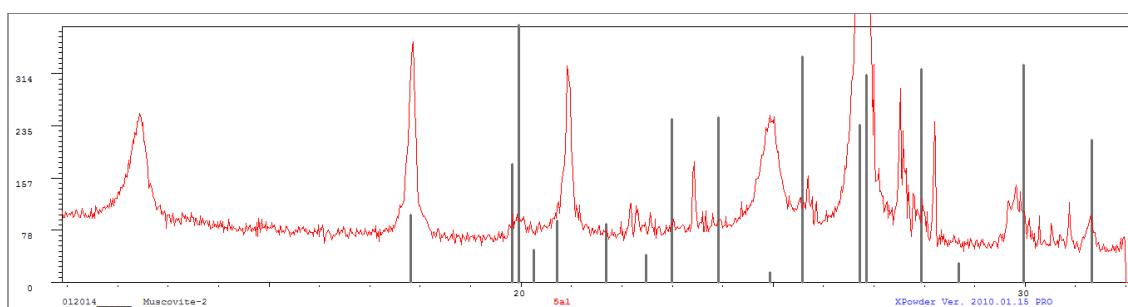


Figura 41: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da moscovite.

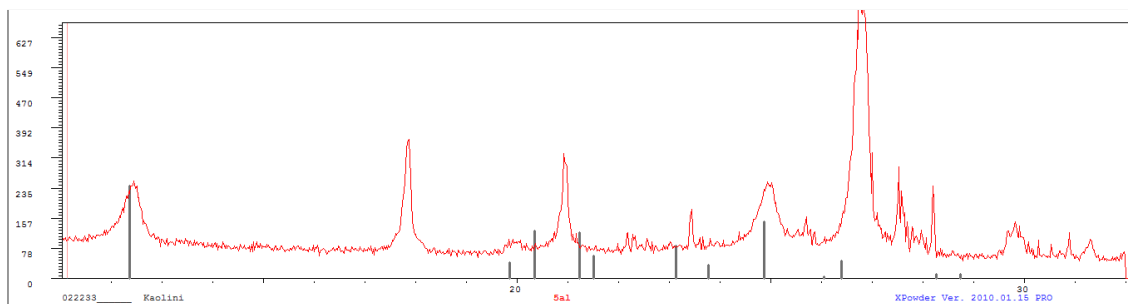


Figura 42: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da caulinite.

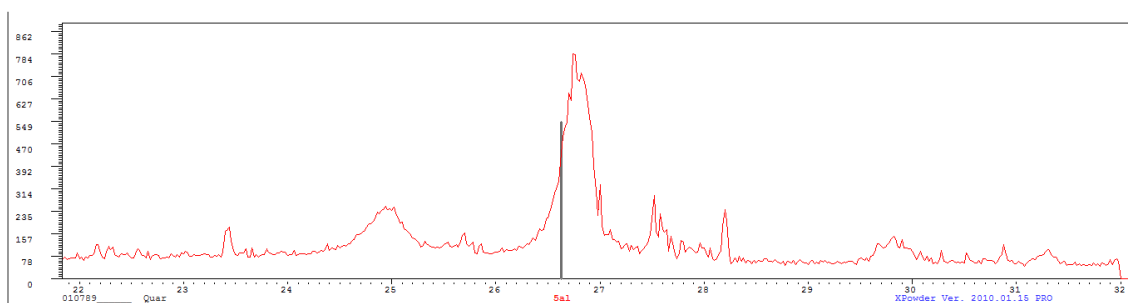


Figura 43: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade do quartzo.

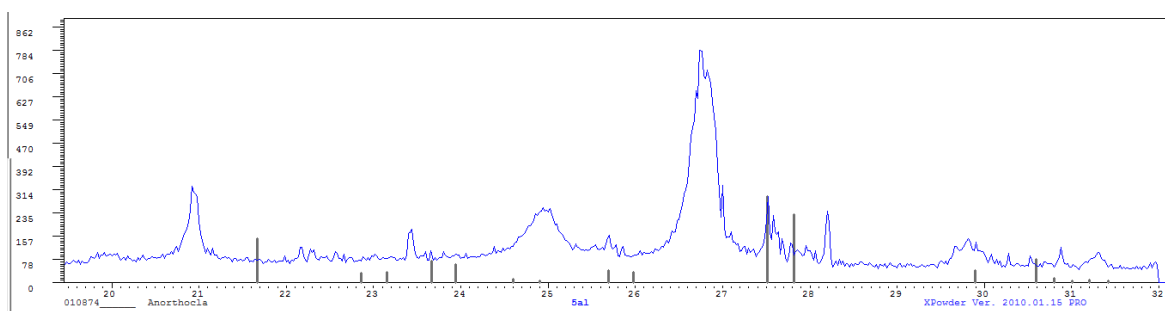


Figura 44: Sobreposição, no programa XPowder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da anortoclase.

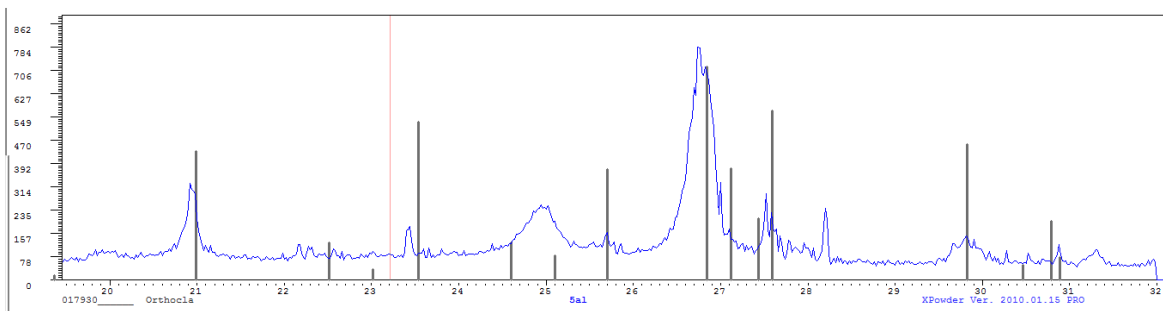


Figura 45: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL5 com os picos de intensidade da ortoclase.

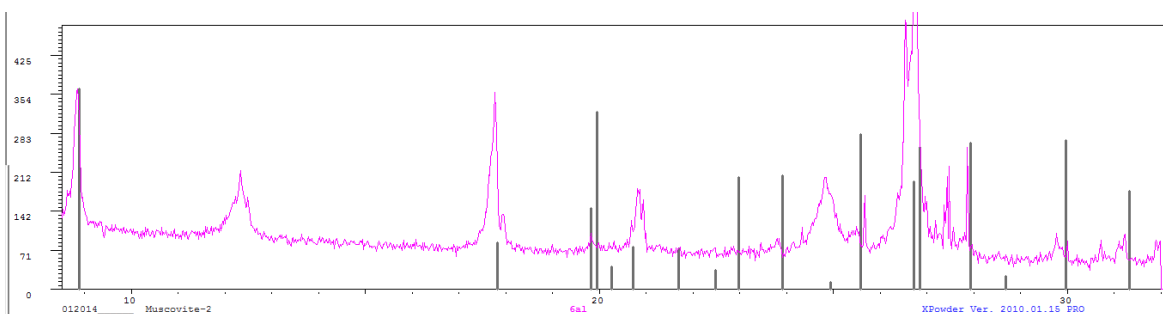


Figura 46: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da moscovite.

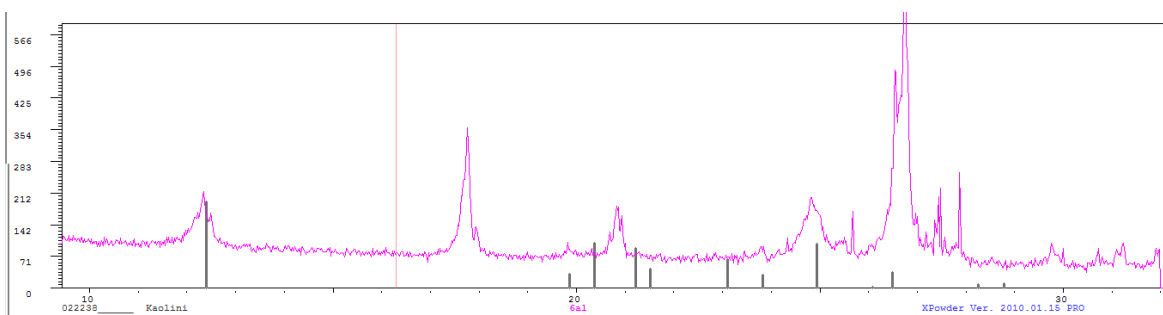


Figura 47: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da caulinite.

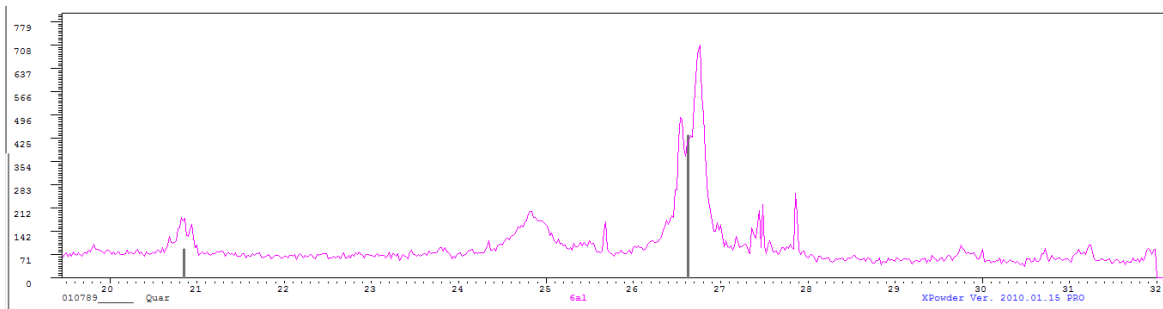


Figura 48: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade do quartzo.

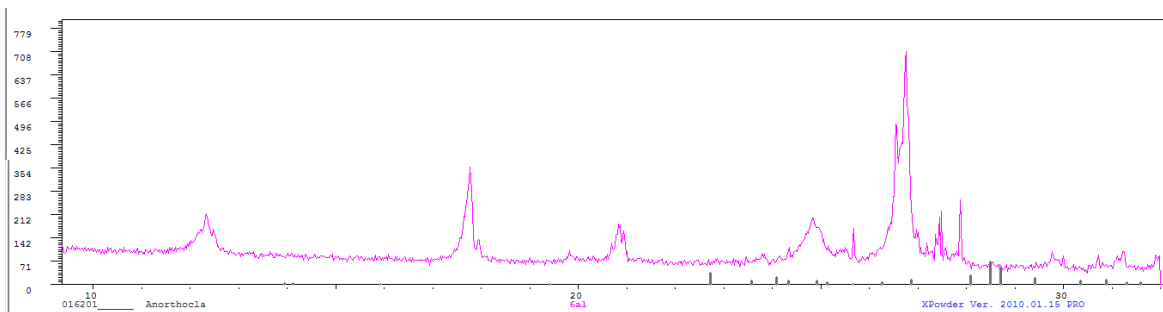


Figura 49: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da anortoclase.

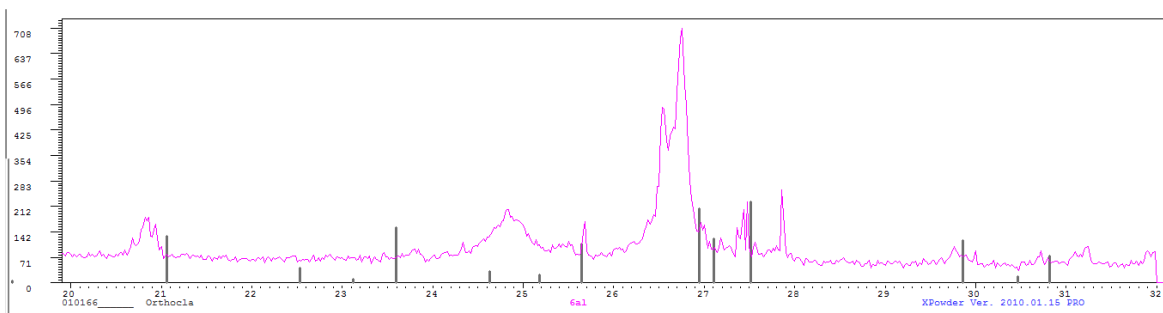


Figura 50: Sobreposição, no programa X Powder, do difractograma obtido por DRX para a amostra AL6 com os picos de intensidade da ortoclase.

Os difractogramas mostram que a moscovite, a caulinite, o quartzo e a anortoclase são minerais presentes nas seis amostras obtidas previamente pela separação granulométrica na coluna de crivos. A ortoclase deixa algumas dúvidas, pois não é certa a sua existência nas seis amostras, uma vez que não é clara a sobreposição dos picos

característicos desta espécie mineral (representados com os traços a cinza) com os picos obtidos pela DRX de cada uma das amostras em estudo. No entanto, é uma hipótese a considerar.

4.1.3. FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Os resultados do estudo da FRX das seis amostras que resultaram da separação granulométrica pela coluna de crivos são dados em percentagem de óxidos para os elementos maiores e em partes por milhão (ppm) para os elementos menores e podem ser analisados nos anexos 3A e 3B.

Com os resultados obtidos, relacionou-se a composição em percentagem de óxidos da base de dados em <http://webmineral.com/data/> com os cinco minerais identificados com as análises de DRX:

- Anortoclase

Fórmula química - $(\text{Na,K})\text{AlSi}_3\text{O}_8$

Potássio – 3.67% K; 4.42% K_2O

Sódio – 6.48% Na; 8.73 % Na_2O

Alumínio – 10.13% Al; 19.15% Al_2O_3

Sílica - 31.65% Si; 67.70% SiO_2

Óxigénio – 48.07% O

- Caulinite

Fórmula química - $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$

Alumínio – 20.90% Al; 39.50% Al_2O_3

Sílica – 21.76% Si; 46.55% SiO_2

Hidrogénio – 1.56% H; 13.96% H_2O

Oxigénio – 55.78% O

- Moscovite

Fórmula química - $\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$

Potássio – 9.81% K; 11.81% K_2O

Alumínio – 20.30% Al; 38.36% Al_2O_3

Sílica - 21.13% Si; 45.21% SiO_2

Hidrogénio – 0.46% H; 4.07 H_2O

Flúor – 0.95% F; 0.95% F

Óxigénio – 47.35% O

- Ortoclase

Fórmula química - KAlSi_3O_8

Potássio – 14.05% K; 16.92% K_2O

Alumínio – 9.69% Al; 18.32% Al_2O_3

Sílica - 30.27% Si; 64.76% SiO_2

Óxigénio – 47.35% O

- Quartzo

Fórmula química – SiO_2

Sílica – 46.74% Si; 100% SiO_2

Oxigénio – 53.26% O

Almeida, F. (2011) conjugou os resultados qualitativos, em termos de espécies minerais, com os resultados obtidos, em percentagens de óxidos de elementos maiores, da FRX e relacionou-os com a base de dados de <http://webmineral.com/data/> para a moscovite, a caulinite, o quartzo e a anortoclase, construindo uma *script* em MATLAB, que nos permite calcular uma norma para as seis amostras em estudo:

Script MATLAB:

```
% teste de norma em coluna com Moscovite, anortoclase, caulinite, quartzo  
% contra em linha oxidos LOI-H2O Al2O3 SiO2 K2O Na2O CaO
```

```

close all
clear all

Índice=[' LOI-H2O+F' ' Al2O3' ' SiO2' ' K2O' ' Na2O' ]
M=[ 0.0502 0.3836 0.4521 0.1181 0.0 ; 0 0.1915 0.6770 0.0442 0.0873 ; 0.1396 0.395 0.4655 0 0 ; 0
0 1 0 0 ]

%total2=total
%introduzir FRX por linha de acordo com o índice

% seis analises em linha por lotes granulométricos x=[0.02 0.038 0.063 0.125 0.250 0.50]
%de acordo com indice em coluna ['LOI-H2O+F' ' Al2O3' ' SiO2' ' K2O' 'Na2O' ]
totalfrx= [0.1151 0.3524 0.498 0.0159 0.0011 ; 0.0850 0.3016 0.5737 0.0217 0.0016 ; 0.0728
0.2933 0.5881 0.0295 0.0026 ; 0.0512 0.2826 0.6099 0.0381 0.0035 ; 0.0378 0.2873 0.6047 0.0501 0.0036 ;
0.0339 0.2793 0.6125 0.0539 0.0037 ]

soma=sum(totalfrx')
[linhas,colunas]=size(totalfrx)
somas=soma'*ones(1,colunas)
totalfrxn=totalfrx./somas
legenda=['Muscovite ' ; 'Anortoclase ' ; 'Caulinite ' ; 'Quartzo ' ];

norm=100*totalfrxn*M'*inv(M*M') %inversa
x=[0.02 0.038 0.063 0.125 0.250 0.50]
[nl,nc]=size(M)
x=x'*ones(1,nl)
Semilogx (x,norm,'*-')
Legend (legenda)
Xlabel ('limite superior do lote granulométrico em mm')
Ylabel ('percentagem de peso da espécie mineral')
Title ('Norma')

```

O resultado está representado na figura 50, que relaciona o limite superior de cada um dos lotes com a percentagem de peso da espécie mineral, admitindo que os minerais dominantes nas seis amostras são a moscovite, a caulinite, o quartzo e a anortoclase – a ortoclase não foi incluída no cálculo da norma pelo facto de as análises de DRX não confirmarem com certeza a sua presença no material estudado.

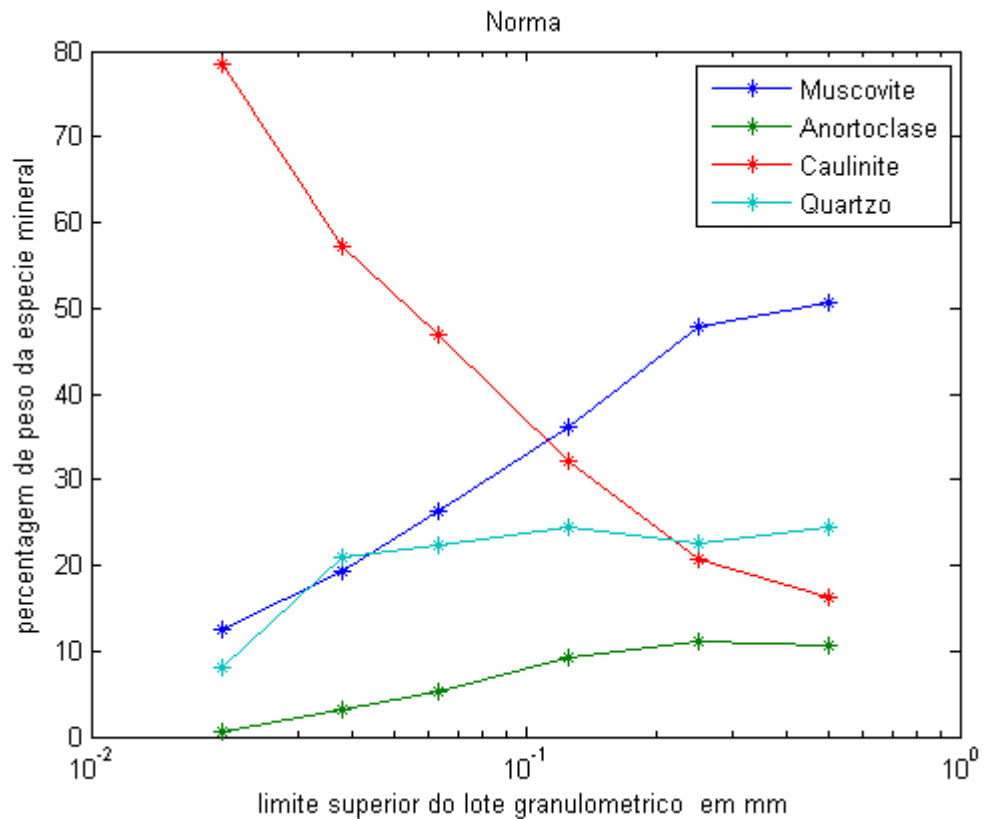


Figura 51: Norma construída em MATLAB, admitindo que as espécies minerais presentes nas amostras são a moscovite, a caulinite, o quartzo e a anortoclase.

Interessa-nos saber, com este estudo, qual a percentagem, em peso, de moscovite em cada um dos lotes, de modo a compreender em qual deles este mineral é mais significativo. Observando a figura 50, verificamos que a percentagem em peso da moscovite em cada um dos lotes é proporcional ao calibre dos mesmos, isto é, aumenta com o tamanho do grão das amostras, pelo que a maior percentagem de moscovite se verifica no lote >500 μm . Também se pode retirar da imagem que a caulinite tem um comportamento inverso ao da moscovite, ou seja, a percentagem de peso deste mineral diminui com o aumento da granulometria do lote, o que seria esperado, tratando-se de um mineral considerado fino (2 μm). A sua presença nos lotes de granulometria superior revela que a lavagem do material não foi totalmente conseguida, uma vez que o esperado seria não encontrar este mineral nos lotes de calibre superior a 38 μm .

Os estudos seguintes recaíram, como já havia sido referido no capítulo 3. Métodos e Técnicas, sobre os lotes de granulometria superior (125 – 250 μm e de 250 – 500 μm), uma vez que neles se encontra maior percentagem em peso de moscovite.

Estes dois lotes, resultantes da separação granulométrica na coluna de crivos, foram estudados à lupa, para compreender se visualmente os resultados correspondem ao obtido no cálculo da norma. É um procedimento que serve como controlo de rigor científico. A estimativa, a nível visual, é dada nas figuras 51 e 52:

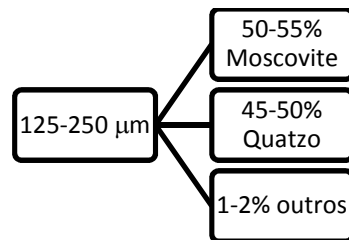


Figura 52: Estimativa visual (à lupa) da composição mineralógica do lote com granulometria 125 – 250 μm .

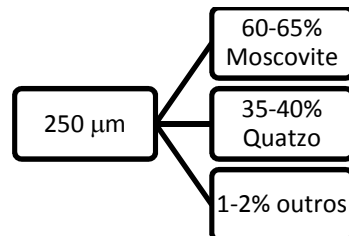


Figura 53: Estimativa visual (à lupa) da composição mineralógica do lote com granulometria 250 – 500 μm .

4.1.4. COLUNA DE CORRENTE ASCENSIONAL PERTURBADA E SEPARADOR MAGNÉTICO FRANTZ

Na segunda parte deste trabalho laboratorial, usamos material do mesmo local numa coluna de corrente ascensional perturbada. Os resultados obtidos, em termos de pesagem após secagem do material, apresentam-se na tabela 4.

Tabela 4: Resultados das pesagens de três lotes retirados da coluna de corrente ascensional perturbada após passagem, por via húmida, num conjunto de crivos.

| | <i>Overflow</i> (g) | <i>Underflow</i> (g) | Pseudo-Alimentação (g) |
|--------------|---------------------|-------------------------|----------------------------------|
| <38µm | 97,1 | 41,01 | 138,11 |
| 38-63µm | 70,42 | 29,86 | 100,28 |
| 63-125µm | 86,3 | 41,21 | 127,51 |
| 125-250µm | 35,83 | 31,47 | 67,3 |
| 250-500µm | 7,69 | 13,15 | 20,84 |
| >500µm | 0,29 | 0,53 | 0,82 |
| Total | 297,63 | 157,23 | 454,86 |

A pseudo-alimentação é um lote fictício, que resulta da soma dos valores obtidos das pesagens do *overflow* e do *underflow* e que, teoricamente, corresponde à alimentação em termos percentuais. As amostras *overflow* e *underflow* foram recolhidas simultaneamente para dois recipientes diferentes durante 15 segundos, pelo que a pseudo-alimentação é a soma dos dois produtos.

Para uma melhor estimativa gráfica e visual, os valores de peso (g) da tabela 4 foram recalculados para as respectivas percentagens de peso, dividindo a massa de cada granulometria pela massa total do lote (Figura 53). Os valores percentuais estão representados na tabela 1 do anexo 4.

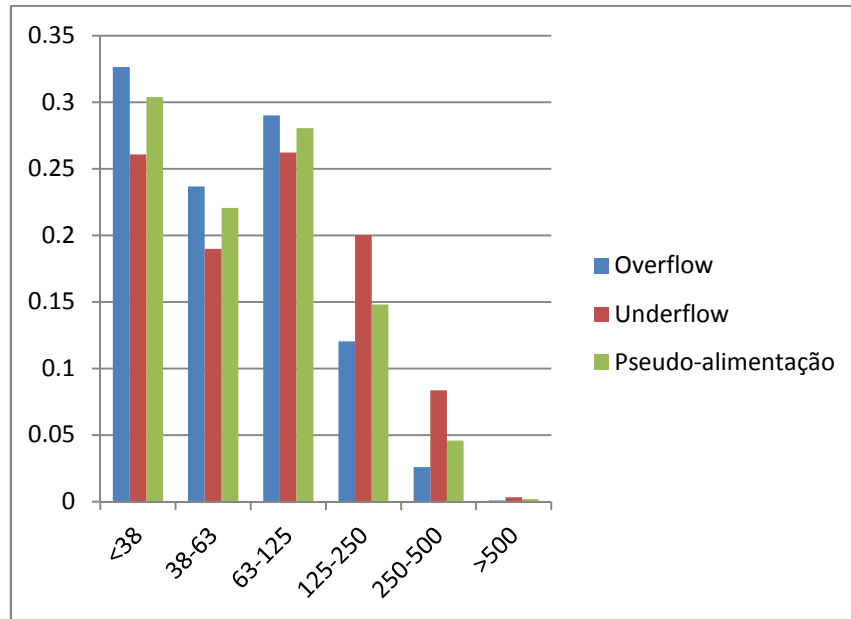


Figura 54: Gráfico dos valores de peso do *overflow*, *underflow* e pseudo-alimentação recalculados para 1 (percentagem de peso).

Usando os pesos cumulados – e recalculados para 1 – obtemos curvas de relação entre as diferentes amostras. Teoricamente, e admitindo que não há perdas nem erros de pesagens, a curva correspondente à alimentação (neste caso pseudo-alimentação, tratando-se de valores virtuais) deverá encontrar-se entre as curvas do *overflow* e do *underflow*, como se verifica na análise do gráfico da figura 54. A curva correspondente ao lote do *underflow* encontra-se, como seria esperado, abaixo das outras duas curvas, o que significa que as granulometrias mais baixas têm menor representatividade neste lote. O mesmo se aplica ao *overflow*, mas de forma inversa, ou seja, encontra-se acima das outras duas curvas pelo facto de os minerais de granulometria mais fina terem maior representatividade neste lote.

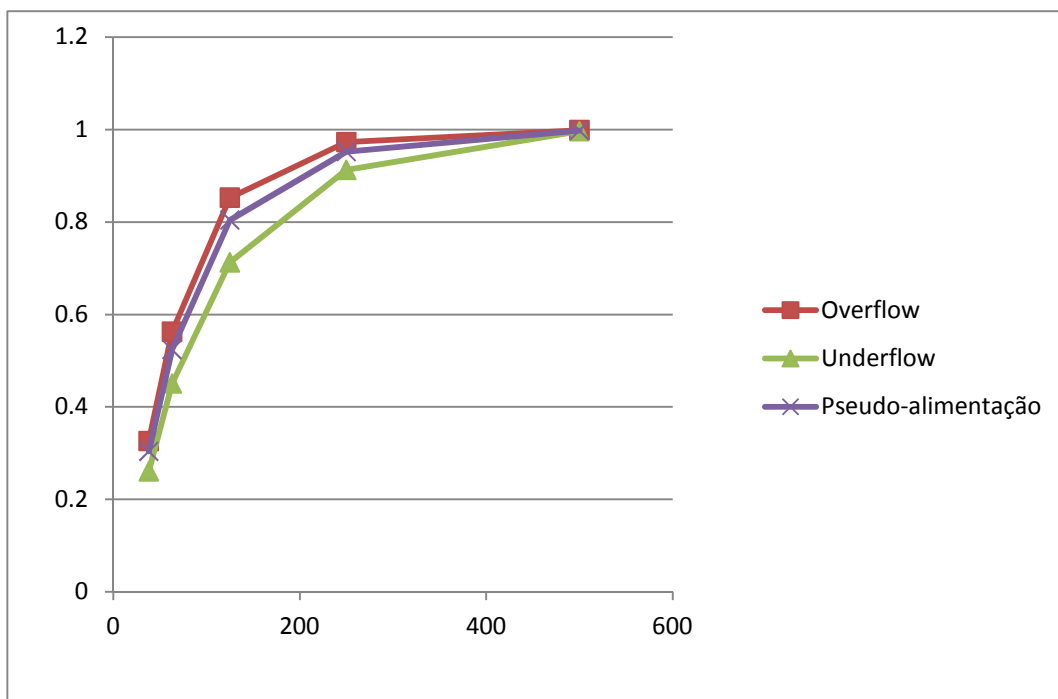


Figura 55: Curvas dos pesos cumulados das quatro amostras, que relaciona a granulometria do lote com a percentagem de peso (recalculada para 1).

Partindo dos dados obtidos, podemos projectar uma curva de partição, que nos permite compreender qual o calibre de corte, ou seja, qual a granulometria cuja probabilidade de ser encontrada no *overflow* é igual à de ser encontrada no *underflow* – 0.5.

Para calcular a curva de partição, utilizamos a seguinte fórmula:

$$(o_i(a_i - u_i))/(a_i(o_i - u_i))$$

Em que:

a é a alimentação (pseudo-alimentação)

o é o *oversize*, ou seja, o *underflow*

u é o *undersize*, ou seja, o *overflow*

Aplica-se a fórmula usando os pesos passantes em cada um dos crivos, obtendo os resultados presentes na tabela 2 do anexo 3. Calculamos também os valores com a fórmula em ordem ao *undersize*, ou seja, o *overflow* (Tabela 3, Anexo 3).

Na figura 55 apresentam-se as curvas de partição em ordem a dois lotes distintos: *overflow* e *underflow*.

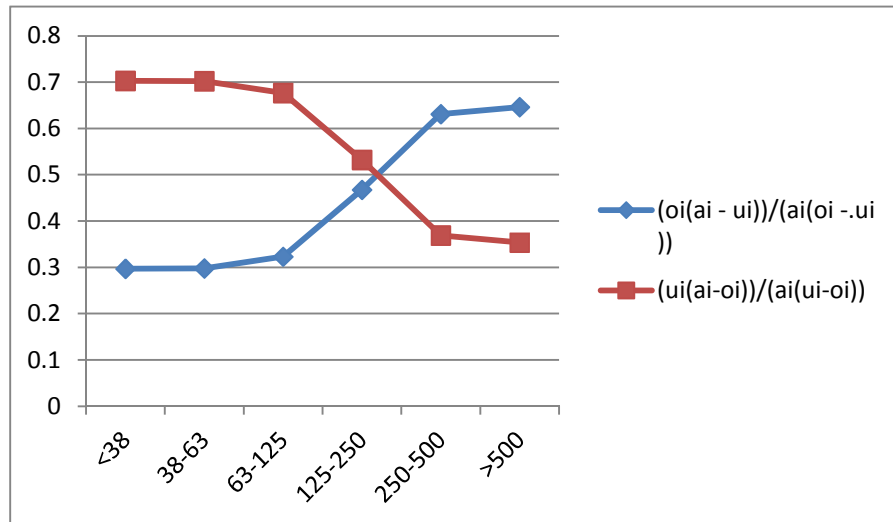


Figura 56: Curvas de partição. A azul, a curva de partição é em ordem ao *underflow*, a vermelho, a curva é em ordem ao *overflow*.

Com o estudo das curvas de partição, podemos facilmente retirar que o lote com granulometrias compreendidas entre 125 e 250 μm tem 50% (0,5) de probabilidade de se encontrar no *overflow* e 50% de probabilidade de se encontrar no *underflow*. Também se infere que a probabilidade de encontrarmos as granulometrias mais baixas no *oversize*, ou *underflow*, é de 0,3. É portanto mais provável que estas granulometrias se encontrem no *overflow*, com uma probabilidade próxima de 70% (0,7).

Após a obtenção destes resultados, procedeu-se à separação no separador magnético Frantz e no final oito amostras – descritas no capítulo 3. Métodos e Técnicas – foram enviadas para análise de FRX. À semelhança do que foi feito com as seis amostras resultantes da passagem pela coluna de crivos, Almeida. F, (2011) realizou uma *script* em MATLAB e o resultado encontra-se projectado na figura 56. Os resultados, em

percentagem de óxidos para elementos maiores e ppm para elementos menores, encontram-se tabelados nos anexos 3C e 3D.

Script MATLAB:

```
% teste de norma em coluna com Muscovite, anortoclase, caulinite, quartzo
% contra em linha oxidos LOI-H2O Al2O3 SiO2 K2O Na2O CaO
%com damping k=0.005 norm=100*totalfrxn*M'*inv(M*M'+k*eye(nl))
close all
clear all

indice=[' LOI-H2O+F' ' Al2O3' ' SiO2' ' K2O' ' Na2O' 'CaO']
M=[ 0.0502 0.3836 0.4521 0.1181 0.0 0.0 ; 0 0.1915 0.6770 0.0442 0.0873 0.0; 0.1396 0.395 0.4655
0 0 0; 0 0 1 0 0 0]

%total2=total
%introduzir FRX por linha de acordo com o indice

% oito analises em linha por lotes [1FA 2FA 3FA 4FA 5FA 6FA 7FA
8FA]
%de acordo com indice em coluna ['LOI-H2O+F' ' Al2O3' ' SiO2' ' K2O' 'Na2O' 'CaO']
%totalfrx= [0.1151 0.3524 0.498 0.0159 0.0011 0.0034; 0.0850 0.3016 0.5737 0.0217 0.0016
0.0018; 0.0728 0.2933 0.5881 0.0295 0.0026 0.001; 0.0512 0.2826 0.6099 0.0381 0.0035 0.0008; 0.0378
0.2873 0.6047 0.0501 0.0036 0.0009; 0.0339 0.2793 0.6125 0.0539 0.0037 0.0009]
t1=[0.04146 0.28746 0.5833 0.06525 0.0038 0.00117;0.0153 0.16145 0.76244 0.04595
0.00361 0.00099;0.0173 0.16668 0.75524 0.04603 0.00369 0.00099]
t2=[0.0243 0.21616 0.68715 0.05505 0.00396 0.00085;0.0272 0.23328 0.66487 0.05632
0.00397 0.0009;0.053 0.32409 0.52635 0.06807 0.0034 0.00067]
t3=[0.0319 0.26989 0.61485 0.06512 0.004 0.00094;0.04 0.28391 0.589 0.06545
0.00384 0.00087]
totalfrx=[t1;t2;t3]
k=0.001

soma=sum(totalfrx')
[linhas,colunas]=size(totalfrx)
somas=soma'*ones(1,colunas)
totalfrxn=totalfrx./somas
legenda=['Muscovite ' ; 'Anortoclase ' ; 'Caulinite ' ; 'Quartzo '];
[nl,nc]=size(M)
norm=100*totalfrxn*M'*inv(M*M'+k*eye(nl))
%x=[0.02 0.038 0.063 0.125 0.250 0.50]

x=1:linhas
x=x'*ones(1,nl)
plot(x,norm,'*-')
legend(legenda)
xlabel('1FA 2FA 3FA 4FA 5FA 6FA 7FA 8FA')
Ylabel ('percentagem de peso da especie mineral')
title('Norma')
norm
```

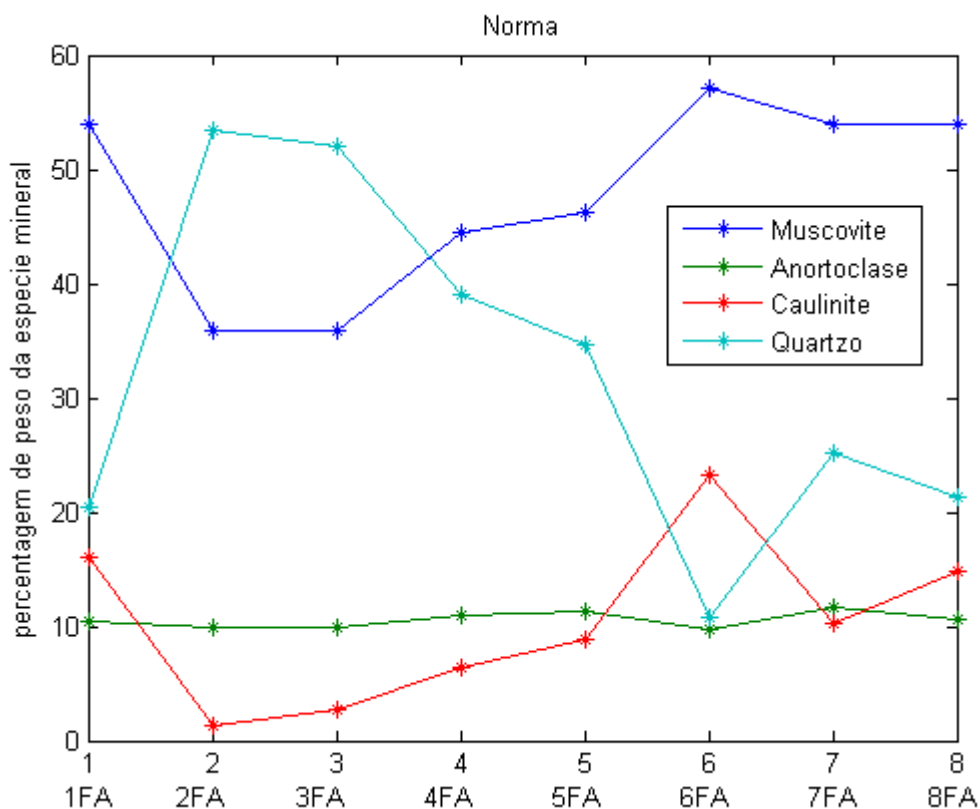


Figura 57: Norma construída em MATLAB, admitindo que as espécies minerais presentes nas amostras são a moscovite, a caulinite, o quartzo e a anortoclase.

Os resultados de FRX permitem-nos compreender se este processo da coluna de corrente ascensional perturbada, juntamente com o separador magnético Frantz, foi ou não eficaz para se obter um concentrado de moscovite.

A amostra 6FA corresponde ao concentrado de moscovite obtido pela separação magnética no Frantz e é o lote com maior percentagem deste mineral (cerca de 60%), contendo ainda alguma caulinite, anortoclase e quartzo. Isto mostra que o método não é totalmente eficaz. A amostra 7, correspondente ao rejeitado do separador Frantz revela o que verificamos em laboratório: o rejeitado contém uma elevada percentagem de moscovite (55%), pelo que se deve repetir o processo até que grande parte do mineral de estudo se tenha separado dos restantes minerais. É, portanto, um processo lento.

4.2. Estudo de factor de protecção solar e análise textuométrica

4.2.1. FPS

Os feixes de luz UV com comprimentos de onda entre 290 e 400 nm passaram pelas placas PMMA em duas posições distintas, o que originou duas leituras diferentes. Estas leituras foram realizadas apenas para uma concentração de 7,5% de moscovite, em três granulometrias diferentes, numa base de *Atoderm*. Os resultados estão representados na tabela 5.

Tabela 5: Leituras do FPS numa mistura de *Atoderm* com 7,5% de moscovite e com três granulometrias diferentes.

| | 1ª Leitura | 2ª Leitura | Média |
|-------------------|------------|------------|-----------------|
| 63-125 µm | 0,556714 | 0,667534 | 0,612124 |
| 125-250 µm | 0,40424 | 0,469279 | 0,43676 |
| >250 µm | 0,218125 | 0,211232 | 0,214679 |

Como foram realizadas duas leituras em posições diferentes da placa PMMA, calculamos as médias.

Representando graficamente os resultados obtidos, notamos que há uma relação directa entre o FPS medido e o tamanho do grão de moscovite: quanto maior a granulometria, menor é o FPS medido (Figura 57).

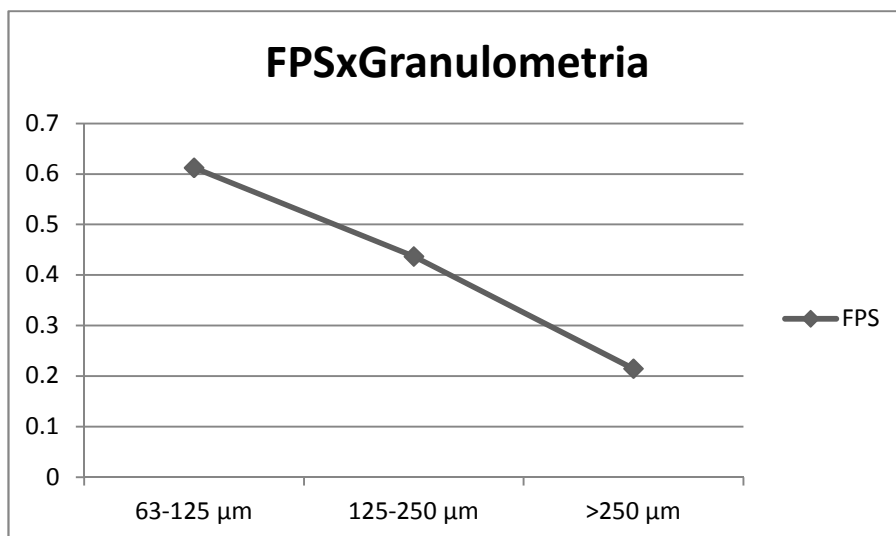


Figura 58: Representação gráfica do FPS em função do tamanho do grão de moscovite.

Como o objectivo principal dos trabalhos realizados nos laboratórios da Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto era compreender até que ponto a moscovite pode funcionar como filtro solar, na tabela 6 estão apresentadas as categorias dos protectores solares recomendados pela Comissão Europeia consoante o FPS.

Tabela 6: Categorias dos protectores solares recomendadas pela Comissão Europeia.

| Categoria | FPS rotulado | FPS Medido |
|------------------------|---------------------|-------------------|
| Protecção Baixa | 6 | 6-9,9 |
| | 10 | 10-14,9 |
| Protecção Média | 15 | 15-19,9 |

| | | |
|-----------------------------|------|-----------|
| | 20 | 20-24,9 |
| Protecção Alta | 25 | 25-29,9 |
| | 30 | 30-49,9 |
| Protecção Muito Alta | 50 | 50-59,9 |
| | 50 + | ≥ 60 |

Com uma análise dos dados presentes na tabela 5 e comparando com os da tabela 6, podemos facilmente concluir que os valores dos FPS obtidos nos testes efectuados na nossa mistura são demasiado baixos para serem considerados para protecção solar.

4.2.2. ANÁLISE TEXTUROMÉTRICA

A mistura de *Atoderm* com a moscovite foi também sujeita a um teste texturométrico, em que foram medidos dois parâmetros: o pico positivo de força máxima (resultados em N) que corresponde à firmeza, e a área negativa (resultados em Nxseg.), que corresponde à adesividade da amostra à sonda.

Nas figuras 58 e 59 estão representadas, graficamente, a força máxima (pico positivo) e a área negativa que obtivemos para 5% de moscovite e 7,5% de moscovite, respectivamente.

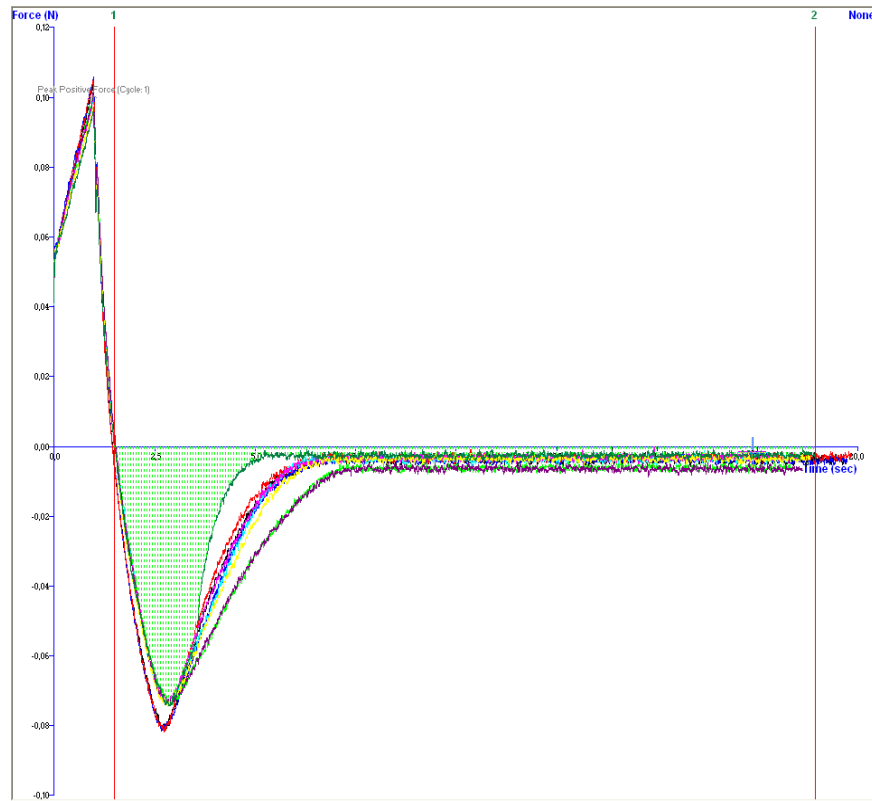


Figura 59: Gráfico obtido na leitura do teste no texturómetro, para 5% de moscovite. A força máxima dá-nos informação sobre a firmeza do creme e a área negativa dá-nos informação acerca da adesividade. Os valores obtidos são de força (N) em função do tempo (sec.).

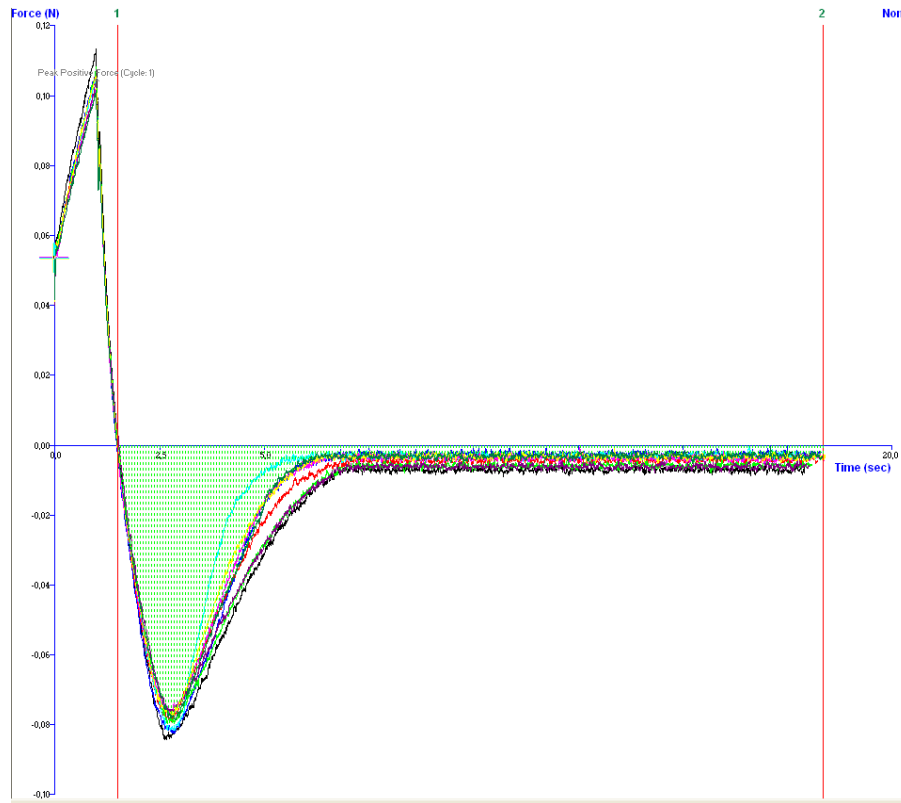


Figura 60: Gráfico obtido na leitura do teste no texturómetro, para 7.5% de moscovite. A força máxima dá-nos informação sobre a firmeza do creme e a área negativa dá-nos informação acerca da adesividade. Os valores obtidos são de força (N) em função do tempo (sec.).

Os resultados obtidos com o estudo destes dois factores encontram-se nas tabelas 1, 2, 3, 4, 5 e 6 do anexo 5. A seguir estão projectadas as representações gráficas, em colunas, da força máxima (N) e adesividade (Nxseg) para as três granulometrias estudadas e respectivos desvios padrões, para 5% e 7,5%.

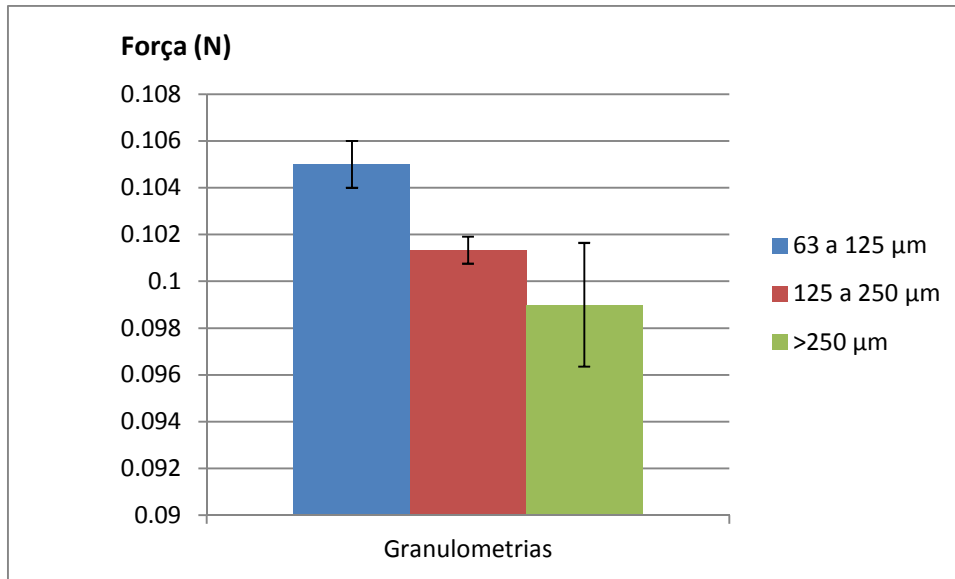


Figura 61: Força máxima (N) para três granulometrias diferentes e com 5% de moscovite na amostra.

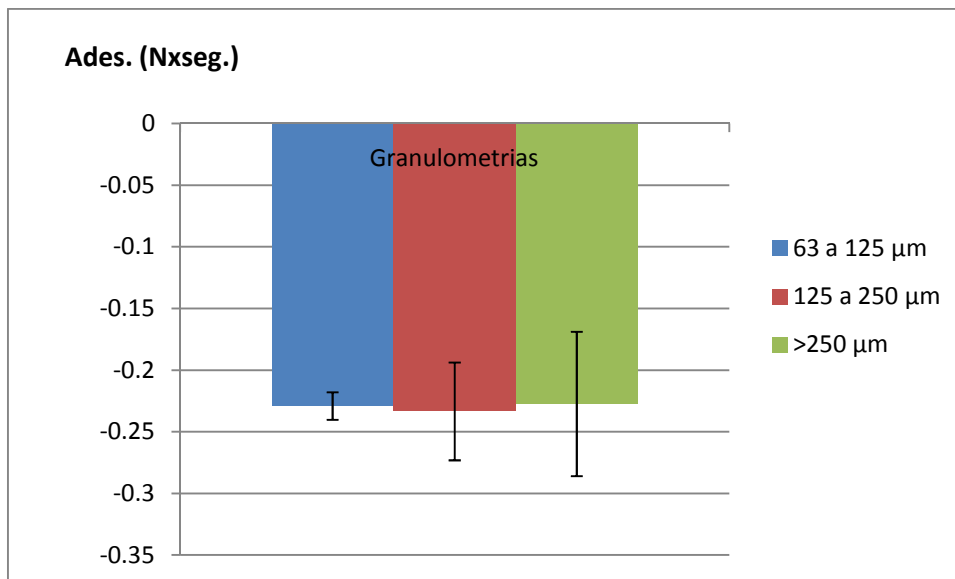


Figura 62: Adesividade da base de *Atoderm* (Nxseg) para três granulometrias diferentes e com 5% de moscovite na amostra.

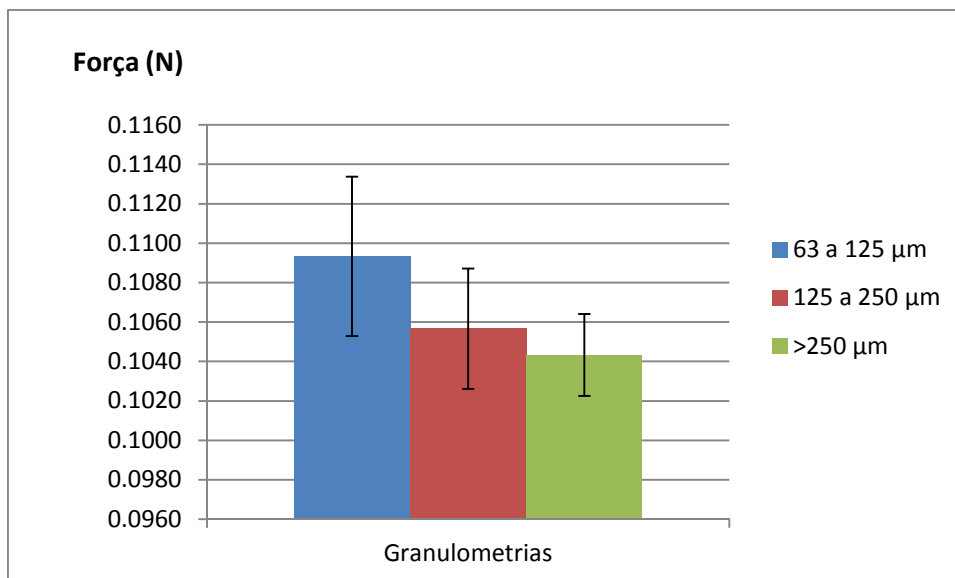


Figura 63: Força máxima (N) para três granulometrias diferentes e com 7,5% de moscovite na amostra.

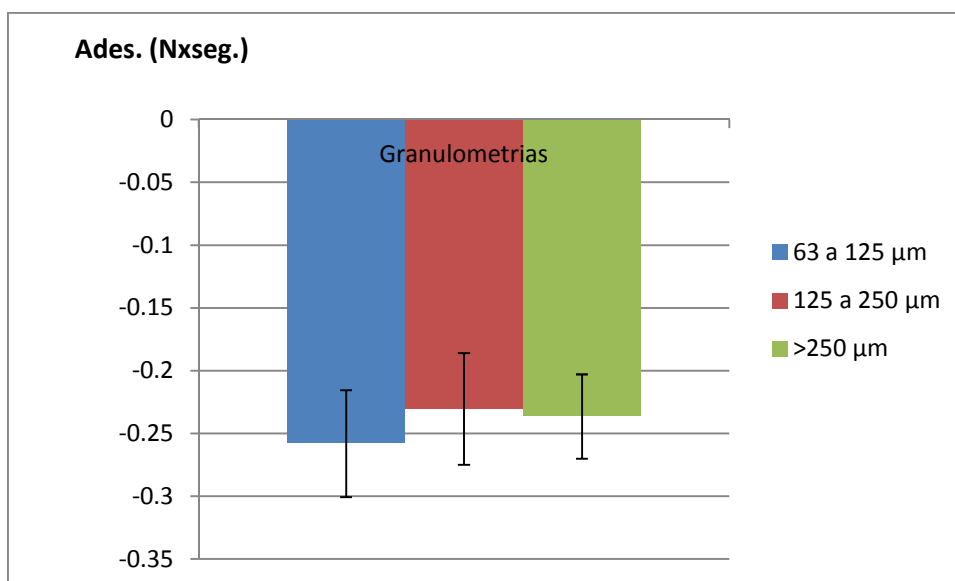


Figura 64: Adesividade (Nxseg) para três granulometrias diferentes e com 7,5% de moscovite na amostra.

Para uma mais fácil percepção visual entre as granulometrias e respectivas percentagens e os dois factores estudados (firmeza e adesividade), foram construídos os gráficos das figuras 64 a 67, que nos permitem retirar algumas conclusões acerca do estudo.

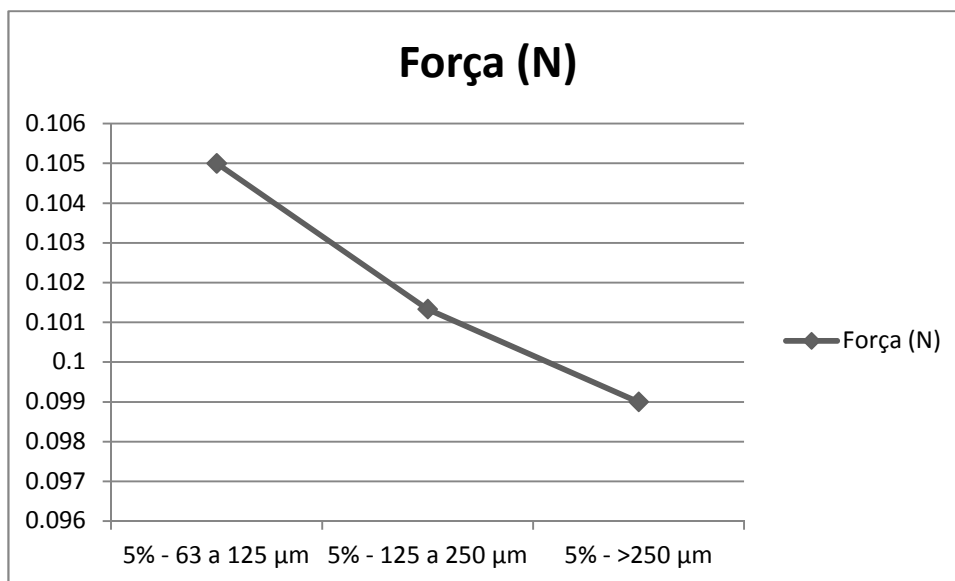


Figura 65: Representação gráfica das médias das forças máxima para três granulometrias diferentes de moscovite, a 5%.

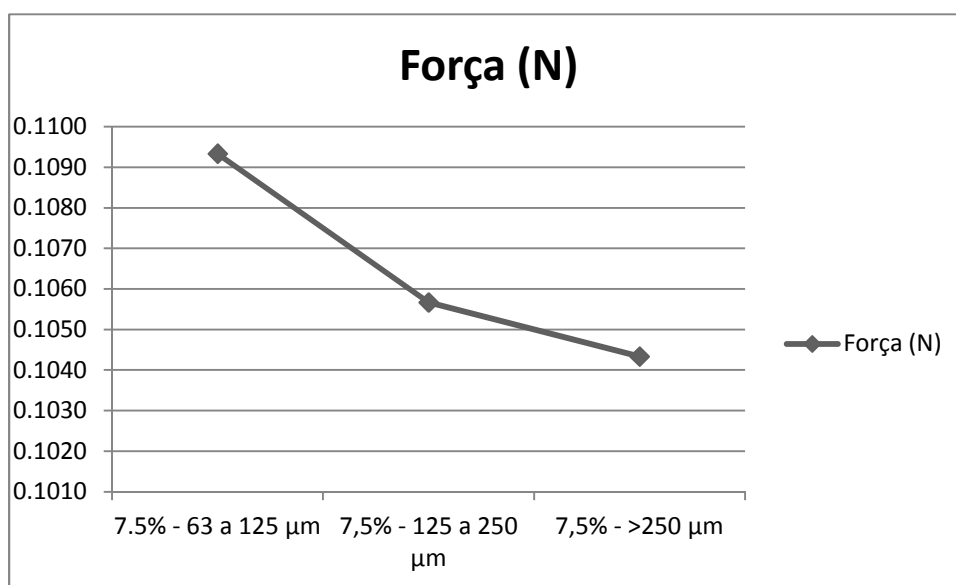


Figura 66: Representação gráfica das médias das forças máxima para três granulometrias diferentes de moscovite, a 7.5%.

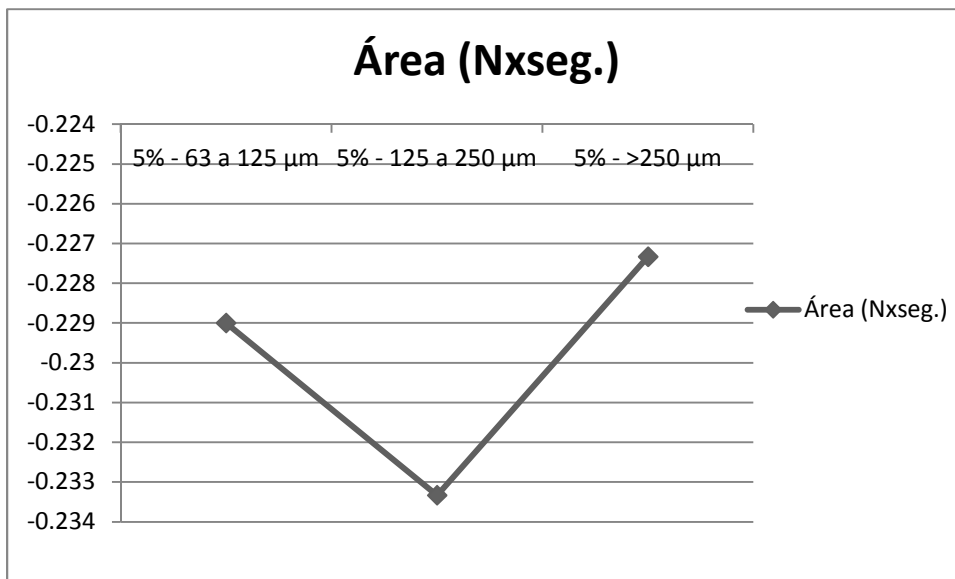


Figura 67: Representação gráfica das médias das áreas negativas para três granulometrias diferentes de moscovite, a 5%.

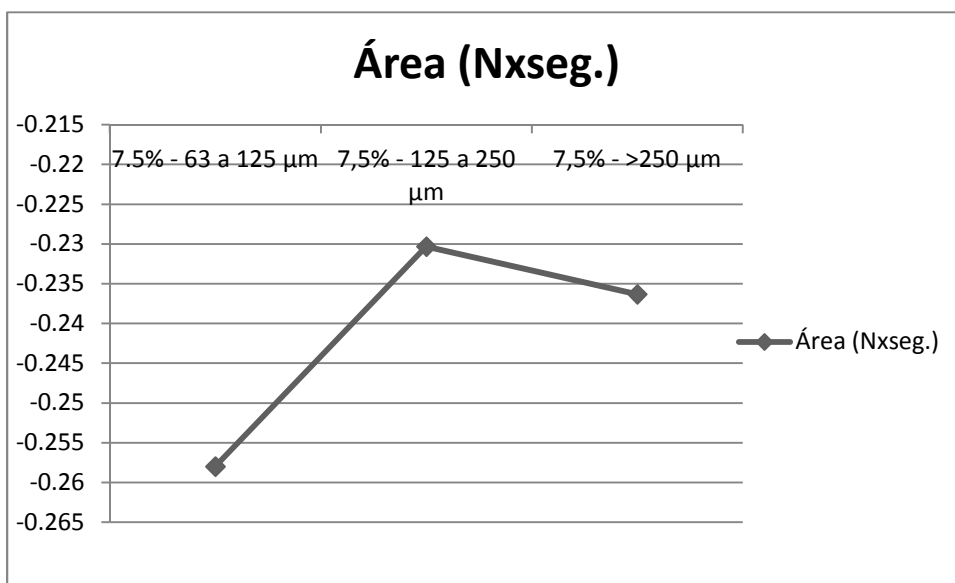


Figura 68: Representação gráfica das médias das áreas negativas para três granulometrias diferentes de moscovite, a 7.5%.

Com o estudo dos gráficos representados nas figuras acima, vemos que há uma relação directa entre o calibre dos grãos de moscovite na amostra e o valor de força

máxima, ou seja, quanto maior o tamanho dos grãos, menor o valor de força máxima. Neste caso, a firmeza do creme diminui com o aumento da granulometria da moscovite. Quanto à relação percentagem de moscovite x firmeza, os valores são semelhantes para 5 e 7.5 % de mineral, embora se verifique maior firmeza na amostra com maior percentagem de moscovite.

Em termos de adesividade, ou seja, área negativa, parece não haver uma relação desta com o tamanho do grão ou com a percentagem de moscovite. Pressupõe-se, portanto, que a variação da adesividade da amostra esteja relacionada com algum factor externo que não foi incluído neste estudo.

Os resultados obtidos, tanto para a firmeza do creme, quanto para a adesividade, mostram também valores que enquadram nas faixas aceites para aplicação na pele, pelo que a adição da moscovite não alterou as propriedades de textura já existentes no *Atoderm*.

5. Conclusão

A metodologia usada na parte prática deste trabalho pretendeu simular um processo industrial de separação e beneficiação de minerais, nomeadamente da moscovite presente num rejeitado de uma extracção de caulino. Este processo revelou-se, em parte, eficaz, uma vez que com as análises de DRX e de FRX foi-nos possível determinar quais os lotes com maior percentagem de moscovite e assim isolá-los dos restantes e trabalhar sobre eles. Estes lotes são os de granulometria igual a superior a $125\mu\text{m}$, tendo que os de granulometria inferior eram muito ricos em argilas, como seria de esperar conhecendo a proveniência do material.

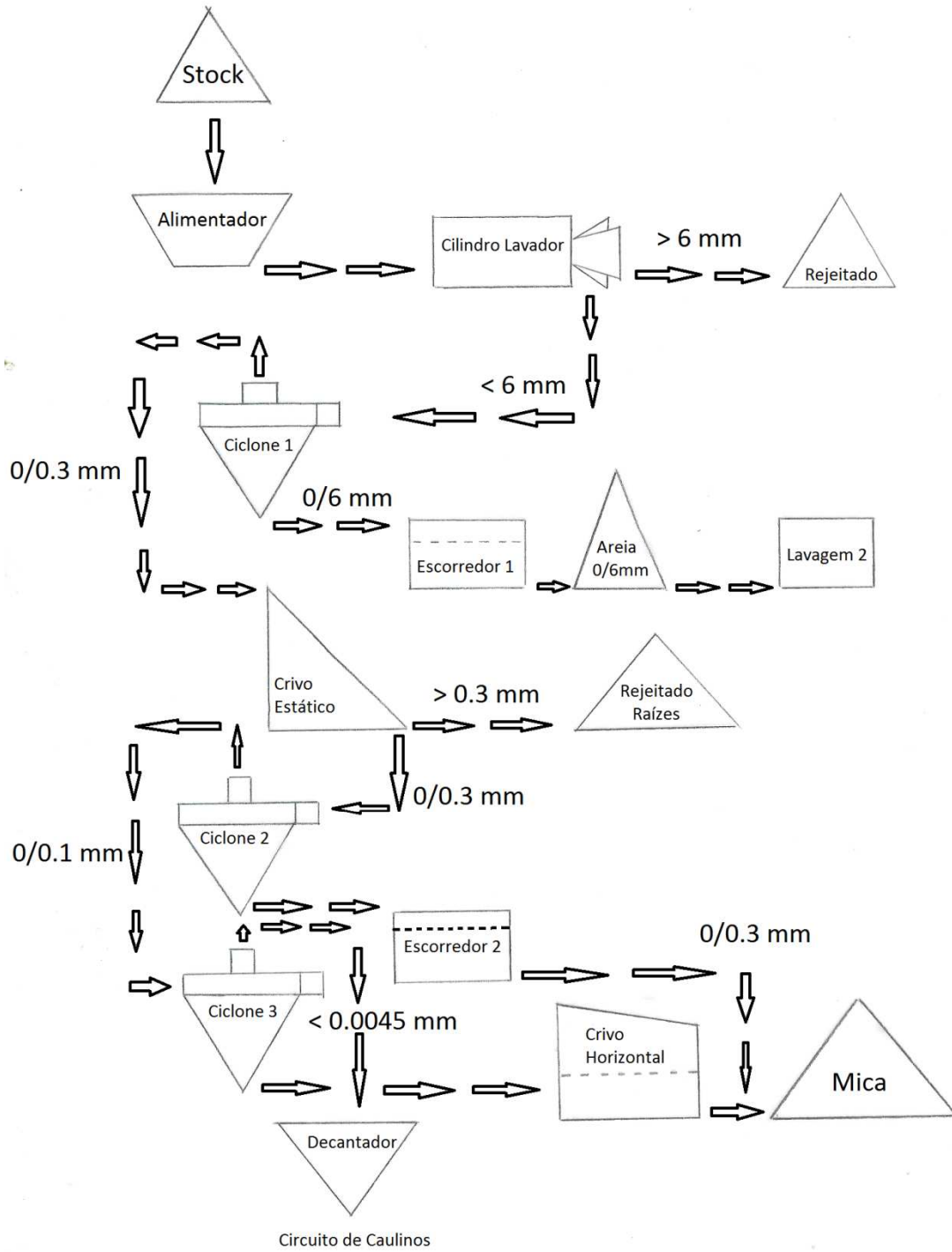
O método hidrogravítico é um processo de permite uma separação grosseira mas com algum significado, uma vez que conseguimos obter um material com maior percentagem de moscovite que aquele presente antes de qualquer beneficiação. O uso do separador electromagnético Frantz foi também útil, uma vez que nos permitiu obter um concentrado com alguma percentagem do mineral em estudo (60%). É, no entanto, um processo demorado, pelo que é pertinente procurar outros métodos de separação e beneficiação dos minerais presentes na amostra.

Os resultados obtidos na Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto, com vista à incorporação de um concentrado de moscovite numa base para uso como filtro solar, revelou-se infrutífera. A análise do FPS apresentou valores demasiado baixos, sendo portanto impossível, nas actuais condições, usar a moscovite como filtro solar. No entanto, compreendemos, através dos resultados obtidos, que o FPS aumenta com a diminuição do tamanho das partículas. Poder-se-à desenvolver um novo estudo que nos permita usar moscovite micronizada, para compreender se se obterá resultados mais favoráveis ao objectivo inicial.

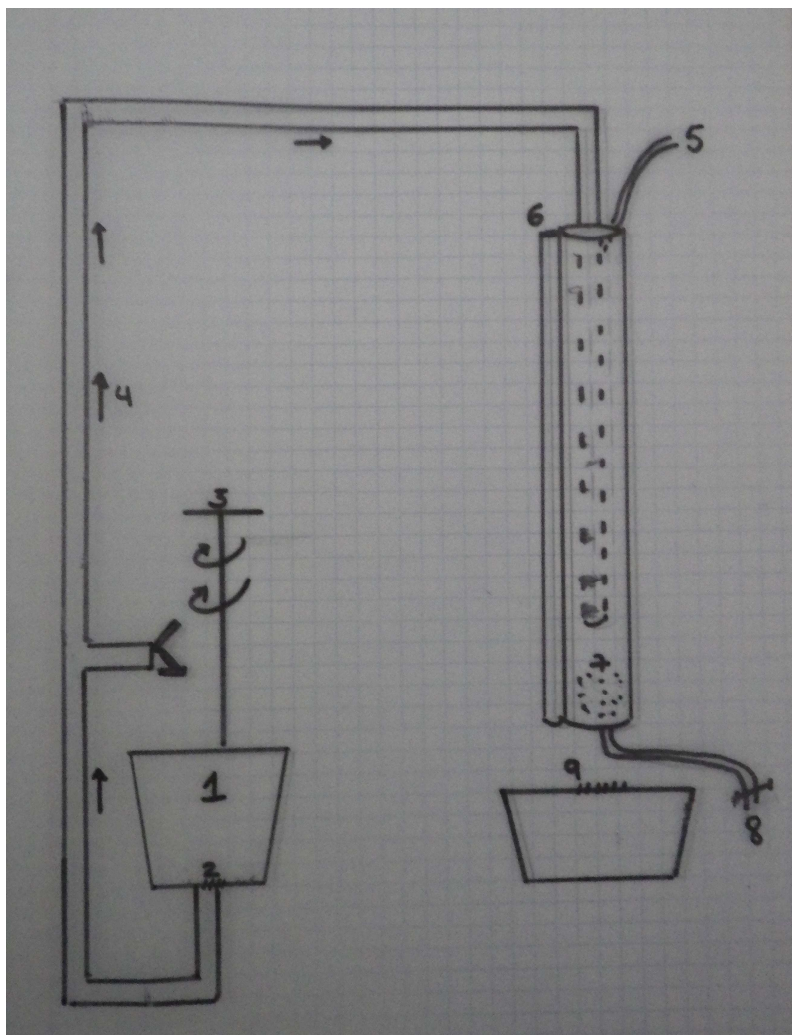
A partir das análises textuométricas, retiramos a conclusão de que não parece haver qualquer relação entre o tamanho do grão/percentagem de moscovite e a adesividade da amostra. Porém, há uma relação directa que nos indica que o aumento do tamanho do grão na amostra diminui a firmeza da mesma.

6. Anexos

Anexo 1: Esquema representativo do circuito de lavagem do material em de São Vicente de Pereira Jusã.



Anexo 2: Esquema que representa a coluna ascensional perturbada criada em laboratório; (1) Alimentação, (2) Rede de 500 μm de abertura, (3) Agitador mecânico, (4) Sentido do movimento da polpa, (5) Injecção de ar, (6) Saída overflow, (7) Deposição de partícula mais graúdas, (8) Underflow, (9) Crivo de abertura 125 μm .



Anexo 3:

Anexo 3A: Resultado da FRX, em percentagem de óxidos, de elementos maiores para as amostras AL1 (<38µm), AL2 (38-63µm), AL3 (63-125µm), AL4 (125-250µm), AL5 (250-500µm) e AL6 (>500µ).

| AL1 | | AL2 | | AL3 | |
|--------------------------------|--------------|--------------------------------|--------------|--------------------------------|--------------|
| | Concentração | | Concentração | | Concentração |
| | (%) | | (%) | | (%) |
| LOI | 11,51 | LOI | 8,50 | LOI | 7,28 |
| Na ₂ O | 0,11 | Nb | 0,00 | Na ₂ O | 0,26 |
| MgO | 0,14 | Na ₂ O | 0,16 | MgO | 0,16 |
| Al ₂ O ₃ | 35,24 | MgO | 0,16 | Al ₂ O ₃ | 29,33 |
| SiO ₂ | 49,80 | Al ₂ O ₃ | 30,16 | SiO ₂ | 58,81 |
| P ₂ O ₅ | 0,10 | SiO ₂ | 57,37 | P ₂ O ₅ | 0,02 |
| SO ₃ | 0,06 | P ₂ O ₅ | 0,07 | SO ₃ | 0,02 |
| Cl | 0,07 | SO ₃ | 0,03 | K ₂ O | 2,95 |
| K ₂ O | 1,59 | Cl | 0,02 | CaO | 0,10 |
| CaO | 0,34 | K ₂ O | 2,17 | TiO ₂ | 0,09 |
| TiO ₂ | 0,08 | CaO | 0,18 | MnO | 0,02 |
| MnO | 0,01 | TiO ₂ | 0,10 | Fe ₂ O ₃ | 0,89 |
| Fe ₂ O ₃ | 0,87 | MnO | 0,02 | | |
| | | Fe ₂ O ₃ | 0,97 | | |

| AL4 | | AL5 | | AL6 | |
|--------------------------------|--------------|--------------------------------|--------------|--------------------------------|--------------|
| | Concentração | | Concentração | | Concentração |
| | (%) | | (%) | | (%) |
| LOI | 5,12 | LOI | 3,78 | LOI | 3,39 |
| As | 0,00 | Nb | 0,00 | Na ₂ O | 0,37 |
| Nb | 0,00 | Na ₂ O | 0,36 | MgO | 0,25 |
| Na ₂ O | 0,35 | MgO | 0,24 | Al ₂ O ₃ | 27,93 |
| MgO | 0,18 | Al ₂ O ₃ | 28,73 | SiO ₂ | 61,25 |
| Al ₂ O ₃ | 28,26 | SiO ₂ | 60,47 | P ₂ O ₅ | 0,03 |
| SiO ₂ | 60,99 | P ₂ O ₅ | 0,02 | SO ₃ | 0,04 |
| P ₂ O ₅ | 0,02 | SO ₃ | 0,02 | Cl | 0,01 |
| SO ₃ | 0,02 | Cl | 0,01 | K ₂ O | 5,39 |
| Cl | 0,01 | K ₂ O | 5,01 | CaO | 0,09 |
| K ₂ O | 3,81 | CaO | 0,09 | TiO ₂ | 0,12 |
| CaO | 0,08 | TiO ₂ | 0,11 | MnO | 0,02 |
| TiO ₂ | 0,09 | MnO | 0,02 | Fe ₂ O ₃ | 1,04 |
| MnO | 0,02 | Fe ₂ O ₃ | 1,05 | | |
| Fe ₂ O ₃ | 0,98 | | | | |

Anexo 3B: Resultado da FRX, em ppm, de elementos menores para as amostras AL1 (<38 μ m), AL2 (38-63 μ m), AL3 (63-125 μ m), AL4 (125-250 μ m), AL5 (250-500 μ m) e AL6 (>500 μ m).

| | | AL1 | AL2 | AL3 | AL4 | AL5 | AL6 |
|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Sc | (ppm) | nd | nd | nd | nd | nd | nd |
| V | (ppm) | 6,8 | 5,1 | 5,1 | 5,3 | 6,6 | 7,0 |
| Cr | (ppm) | 12,3 | 5,9 | 5,1 | 7,8 | 16,4 | 13,4 |
| Mn | (ppm) | 102,8 | 179,9 | 147,3 | 156,0 | 147,6 | 137,7 |
| Co | (ppm) | nd | nd | nd | nd | nd | nd |
| Ni | (ppm) | 9,6 | 6,7 | 6,2 | 4,4 | 3,9 | 3,3 |
| Cu | (ppm) | 22,4 | 25,7 | 11,8 | 9,2 | 5,8 | 10,2 |
| Zn | (ppm) | 65,8 | 81,6 | 42,5 | 43,1 | 43,0 | 39,7 |
| Ga | (ppm) | 35,0 | 29,9 | 30,0 | 29,8 | 31,6 | 35,7 |
| Ge | (ppm) | 1,3 | nd | nd | nd | nd | nd |
| As | (ppm) | 13,9 | 11,4 | 10,0 | 4,7 | 5,8 | nd |
| Se | (ppm) | nd | nd | nd | nd | nd | nd |
| Br | (ppm) | 5,2 | 1,4 | 2,0 | 2,3 | 12,9 | 10,0 |
| Rb | (ppm) | 122,2 | 155,1 | 205,5 | 238,6 | 277,9 | 292,0 |
| Sr | (ppm) | 14,3 | 22,7 | 33,8 | 40,2 | 42,1 | 36,0 |
| Y | (ppm) | 25,1 | 60,4 | 25,9 | 13,5 | 1,7 | nd |
| Zr | (ppm) | 92,6 | 279,9 | 102,4 | 62,6 | 23,5 | 24,5 |
| Nb | (ppm) | 14,1 | 21,1 | 15,2 | 15,5 | 18,4 | 20,9 |
| Mo | (ppm) | nd | nd | nd | nd | nd | nd |
| Ag | (ppm) | nd | nd | nd | Nd | nd | nd |
| Cd | (ppm) | nd | nd | nd | Nd | nd | nd |
| Sn | (ppm) | 14,9 | 16,3 | 19,9 | 24,4 | 32,3 | 34,6 |
| Sb | (ppm) | nd | nd | nd | Nd | nd | nd |
| Te | (ppm) | nd | nd | nd | Nd | nd | nd |
| I | (ppm) | nd | nd | nd | Nd | nd | nd |
| Cs | (ppm) | 10,6 | 11,4 | 15,7 | 19,3 | 20,4 | 22,0 |
| Ba | (ppm) | 51,0 | 87,9 | 113,7 | 137,4 | 151,5 | 143,9 |
| La | (ppm) | 14,8 | 32,6 | 19,2 | 12,1 | 7,3 | 11,7 |
| Ce | (ppm) | 23,2 | 70,1 | 36,6 | 13,3 | nd | 10,9 |
| Nd | (ppm) | 14,2 | 30,7 | 18,8 | Nd | nd | 6,6 |
| Sm | (ppm) | nd | 10,8 | nd | Nd | nd | nd |
| Yb | (ppm) | nd | 5,6 | nd | Nd | nd | nd |
| Hf | (ppm) | nd | 10,5 | 4,1 | Nd | nd | nd |
| Ta | (ppm) | nd | 4,5 | nd | Nd | nd | nd |
| W | (ppm) | 6,7 | nd | 4,1 | Nd | 5,0 | nd |
| Tl | (ppm) | 2,7 | 2,4 | 2,8 | 2,3 | 3,9 | 2,5 |
| Pb | (ppm) | 89,1 | 115,6 | 103,0 | 100,4 | 95,1 | 79,7 |
| Bi | (ppm) | 7,6 | 8,7 | 4,7 | 3,0 | 2,4 | nd |
| Th | (ppm) | 6,3 | 23,3 | 11,3 | 7,5 | 2,6 | nd |
| U | (ppm) | 5,9 | 11,1 | 6,4 | 4,2 | 3,1 | 2,8 |

Anexo 3C: Resultado da FRX, em percentagem de óxidos, de elementos maiores para as amostras 1 (concentrado 125 – 250 μm após 2ª lavagem), 2 (rejeitado da relavagem do *underflow* 125 – 250 μm), 3 (*underflow* 125 – 250 μm após a 1ª passagem), 4 (*overflow* após 1ª lavagem >125 μm), 5 (alimentação), 6 (moscovites obtidas pela separação magnética), 7 (rejeitado da separação magnética) e 8 (concentrado overflow tal&qual).

| | 1FA | 2FA | 3FA | 4FA | 5FA | 6FA | 7FA | 8FA |
|--------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| LOI | 4,03 | 1,53 | 1,73 | 2,43 | 2,72 | 5,30 | 3,19 | 4,00 |
| F | 0,12 | - | - | - | - | - | - | - |
| Na2O | 0,38 | 0,36 | 0,37 | 0,40 | 0,40 | 0,34 | 0,40 | 0,38 |
| MgO | 0,28 | 0,15 | 0,14 | 0,19 | 0,21 | 0,36 | 0,24 | 0,27 |
| Al2O3 | 28,75 | 16,15 | 16,67 | 21,62 | 23,33 | 32,41 | 26,99 | 28,39 |
| SiO2 | 58,33 | 76,24 | 75,52 | 68,72 | 66,49 | 52,64 | 61,49 | 58,90 |
| P2O5 | 0,02 | 0,02 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | - | 0,01 | - |
| SO3 | 0,02 | 0,01 | - | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,02 |
| Cl | - | 0,01 | - | - | - | 0,01 | 0,01 | - |
| K2O | 6,53 | 4,60 | 4,60 | 5,51 | 5,63 | 6,81 | 6,51 | 6,55 |
| CaO | 0,12 | 0,10 | 0,10 | 0,09 | 0,09 | 0,07 | 0,09 | 0,09 |
| TiO2 | 0,18 | 0,13 | 0,13 | 0,14 | 0,13 | 0,21 | 0,14 | 0,17 |
| MnO | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,02 | - | 0,01 |
| Fe2O3 | 1,15 | 0,63 | 0,63 | 0,81 | 0,88 | 1,72 | 0,82 | 1,13 |

Anexo 3D: Resultado da FRX, em ppm, de elementos menores para as amostras 1 (concentrado 125 – 250 µm após 2ª lavagem), 2 (rejeitado da relavagem do *underflow* 125 – 250 µm), 3 (*underflow* 125 – 250 µm após a 1ª passagem), 4 (*overflow* após 1ª lavagem >125 µm), 5 (alimentação), 6 (moscovites obtidas pela separação magnética), 7 (rejeitado da separação magnética) e 8 (concentrado overflow tal&qual).

| | Sc | V | Cr | Mn | Co | Ni | Cu | Zn | Ga | Ge | As | Se | Br | |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | |
| 1FA | 4,7 | 19,2 | 18,4 | 97,8 | nd | 3,6 | 8,6 | 43,4 | 52,9 | nd | 4,3 | nd | 3,1 | |
| 2FA | nd | 8,0 | 12,8 | 87,7 | nd | nd | 7,7 | 21,7 | 20,9 | nd | 10,8 | nd | 8,7 | |
| 3FA | 3,0 | 10,4 | 9,8 | 84,6 | nd | 2,9 | 9,2 | 21,9 | 22,9 | nd | 9,0 | nd | 5,1 | |
| 4FA | nd | 12,0 | 11,9 | 81,7 | nd | 3,2 | 6,5 | 26,5 | 31,2 | nd | 8,8 | nd | 5,6 | |
| 5FA | 3,5 | 13,8 | 15,2 | 81,4 | nd | 3,9 | nd | 28,4 | 35,4 | nd | 7,7 | nd | 7,7 | |
| 6FA | 4,7 | 27,6 | 21,4 | 144,0 | nd | 7,0 | 13,0 | 67,1 | 70,2 | nd | 10,5 | nd | 8,5 | |
| 7FA | 4,1 | 16,7 | 11,3 | 60,6 | nd | 2,5 | 5,7 | 31,7 | 43,0 | nd | nd | nd | 12,3 | |
| 8FA | 4,7 | 18,7 | 16,2 | 92,5 | nd | 3,2 | 7,2 | 42,1 | 53,2 | nd | 4,7 | nd | 17,5 | |
| | Rb | Sr | Y | Zr | Nb | Mo | Ag | Cd | Sn | Sb | Te | I | Cs | |
| | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | |
| 1FA | 401,5 | 51,4 | nd | 14,5 | 29,1 | nd | nd | 3,8 | 47,6 | nd | nd | nd | 22,9 | |
| 2FA | 218,1 | 50,2 | nd | 19,6 | 12,4 | nd | nd | nd | 18,6 | nd | nd | nd | 12,7 | |
| 3FA | 237,6 | 53,7 | nd | 20,1 | 13,7 | 0,8 | nd | nd | 21,6 | nd | nd | 6,7 | 14,6 | |
| 4FA | 289,5 | 53,6 | nd | 16,1 | 17,6 | 0,9 | nd | 6,0 | 28,4 | nd | nd | 6,8 | 20,2 | |
| 5FA | 312,0 | 54,8 | nd | 17,6 | 19,7 | nd | nd | nd | 30,5 | nd | nd | 8,4 | 19,9 | |
| 6FA | 462,3 | 32,0 | nd | 18,3 | 40,5 | 0,9 | nd | 4,7 | 62,6 | nd | nd | 7,6 | 27,3 | |
| 7FA | 356,9 | 58,6 | nd | 14,1 | 22,7 | 0,7 | nd | nd | 38,5 | nd | nd | nd | 21,9 | |
| 8FA | 395,4 | 48,8 | nd | 15,4 | 29,3 | nd | nd | 4,8 | 45,3 | nd | nd | 6,6 | 22,2 | |
| | Ba | La | Ce | Nd | Sm | Yb | Hf | Ta | W | Tl | Pb | Bi | Th | U |
| | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) | (ppm) |
| 1FA | 246,2 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 3,0 | 80,1 | nd | nd | 2,9 |
| 2FA | 163,3 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 3,1 | 86,6 | nd | nd | 3,3 |
| 3FA | 183,8 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 4,9 | 3,9 | 92,3 | nd | nd | 3,3 |
| 4FA | 211,7 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 3,5 | 89,9 | nd | nd | 3,0 |
| 5FA | 218,3 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 4,4 | 3,3 | 90,6 | nd | nd | 2,6 |
| 6FA | 242,1 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 8,4 | 3,8 | 74,5 | nd | nd | 3,5 |
| 7FA | 238,4 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 6,7 | 3,7 | 82,0 | nd | nd | 3,2 |
| 8FA | 234,7 | nd | nd | nd | nd | nd | nd | nd | 6,7 | 3,6 | 78,8 | nd | nd | 3,0 |

Anexo 4: Tabelas de auxílio para cálculos das curvas de partição

Tabela 1: Pesos de *overflow*, *underflow* e pseudo-alimentação recalculados para um total de 1.

| | Overflow | Underflow | Pseudo-alimentação |
|----------------|-----------------|------------------|---------------------------|
| <38 | 0,326243994 | 0,260828086 | 0,303631887 |
| 38-63 | 0,236602493 | 0,189912867 | 0,220463439 |
| 63-125 | 0,28995733 | 0,262100108 | 0,280328013 |
| 125-250 | 0,12038437 | 0,200152643 | 0,147957613 |
| 250-500 | 0,025837449 | 0,083635439 | 0,045816295 |
| >500 | 0,000974364 | 0,003370858 | 0,001802752 |
| Total | 1 | 1 | 1 |

Tabela 2: Valores do cálculo da curva de partição em ordem ao *oversize* (*underflow*).

| $(o_i(a_i - u_i))/(a_i(o_i - u_i))$ |
|-------------------------------------------------------|
| 0,296937224 |
| 0,297766254 |
| 0,323190338 |
| 0,467607727 |
| 0,630998081 |
| 0,646341463 |

Tabela 3: Valores do cálculo da curva de partição em ordem ao *undersize* (*overflow*).

| $(u_i(a_i - o_i))/(a_i(u_i - o_i))$ |
|-------------------------------------------------------|
| 0,703062776 |
| 0,702233746 |
| 0,676809662 |
| 0,532392273 |
| 0,369001919 |
| 0,353658537 |

Anexo 5: Resultados obtidos com as análises textuométricas realizadas na Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto.

Tabela 1: Valores de força máxima e área negativa medidos para 5% de moscovite na amostra, com uma granulometria de 63 a 125 μm .

| 5% - 63 a 125 μm | | | |
|-----------------------------|---------------|-----------------|---------------------|
| Força (N) | Área (Nxseg.) | Média Força (N) | Média Área (Nxseg.) |
| 0,104 | -0,231 | | |
| 0,106 | -0,239 | 0,105 | -0,229 |
| 0,105 | -0,217 | | |

Tabela 2: Valores de força máxima e área negativa medidos para 5% de moscovite na amostra, com uma granulometria de 125 a 250 μm .

| 5% - 125 a 250 μm | | | |
|------------------------------|---------------|-----------------|---------------------|
| Força (N) | Área (Nxseg.) | Média Força (N) | Média Área (Nxseg.) |
| 0,102 | -0,279 | | |
| 0,101 | -0,214 | 0,1013 | -0,2333 |
| 0,101 | -0,207 | | |

Tabela 3: Valores de força máxima e área negativa medidos para 5% de moscovite na amostra, com uma granulometria de $> 250 \mu\text{m}$.

| 5% - $>250 \mu\text{m}$ | | | |
|-------------------------|---------------|-----------------|---------------------|
| Força (N) | Área (Nxseg.) | Média Força (N) | Média Área (Nxseg.) |
| 0,102 | -0,286 | | |
| 0,098 | -0,227 | 0,099 | -0,2273 |
| 0,097 | -0,169 | | |

Tabela 4: Valores de força máxima e área negativa medidos para 7.5% de moscovite na amostra, com uma granulometria de 63 a 125 μm .

| 7.5% - 63 a 125 μm | | | |
|-------------------------------|---------------|-----------------|---------------------|
| Força (N) | Área (Nxseg.) | Média Força (N) | Média Área (Nxseg.) |
| 0,114 | -0,306 | | |
| 0,107 | -0,225 | 0,1093 | -0,258 |
| 0,107 | -0,243 | | |

Tabela 5: Valores de força máxima e área negativa medidos para 7.5% de moscovite na amostra, com uma granulometria de 125 a 250 μm .

| 7,5% - 125 a 250 μm | | | |
|--------------------------------|---------------|-----------------|---------------------|
| Força (N) | Área (Nxseg.) | Média Força (N) | Média Área (Nxseg.) |
| 0,109 | -0,278 | | |
| 0,105 | -0,19 | 0,1057 | -0,2303 |
| 0,103 | -0,223 | | |

Tabela 6: Valores de força máxima e área negativa medidos para 7.5% de moscovite na amostra, com uma granulometria de > 250 μm .

| 7,5% - >250 μm | | | |
|---------------------------|---------------|-----------------|---------------------|
| Força (N) | Área (Nxseg.) | Média Força (N) | Média Área (Nxseg.) |
| 0,105 | -0,275 | | |
| 0,106 | -0,215 | 0,1043 | -0,2363 |
| 0,102 | -0,219 | | |

7. Bibliografia

Albers, A. P. F., Melchades, F. G., Machado, R., Baldo, J. B., Boschi, A. O. (2002). *Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X*. Cerâmica 48 (305) Jan/Fev/Mar 2002; 34:37.

Araujo, T. S., Lima, T. A. R. M., Valerio, M. E. G. (2007). *Estudo espectroscópico de Fe^{3+} em hidroxiapatita para aplicações como filtros solares*. SIENTIA PLENA, Vol. 3, Num. 7, 285-291. Departamento de Física, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão (SE), Brasil.

Azevedo Jr., W. F. (2009). *Difração de raios X*. (Unpubl). In Azevedolab.net

Batista, T. S. A. (2010). *Desenvolvimento de nanomateriais absorvedores no ultravioleta para aplicação em filtros solares*. São Cristóvão.

Belmonte, E. P. (2005). *Espectrometria por fluorescência de raios X por reflexão total: um estudo simulado utilizando o método de Monte Carlo*. Rio de Janeiro.

Carretero, M. I. (2002). *Clay minerals and their beneficial effects upon human health - A review*. Applied clay science 21, pp. 155–163, ELSEVIER.

Coelho, A., Teixeira, J., Chaminé, H. I., Gomes, A., Fonseca, P. E., Rocha, F.T. (2006). *Controlo geotectónico e morfoestrutural dos depósitos de caulino ao longo da faixa metamórfica de Porto – Albergaria-a-velha*. VII Congresso Nacional de Geologia – Universidade de Évora.

Dário, G. M. (2008). *Avaliação da atividade cicatrizante de formulação contendo argila medicinal sobre feridas cutâneas em ratos*. Criciúma (SC).

Deer, W. A., Hoowie R. A. & Zussman J. (2008). *Minerais constituintes das rochas: Uma introdução*. Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa - 3ª edição.

Filho, V.F.N. (1999). *Técnicas analíticas nucleares de fluorescência de raios X por dispersão de energia (ED-XRF) e por reflexão total (TXRF)*. Departamento de ciências exactas, ESALQ.

Gomes, C. (2002). *Argilas: Aplicações na Indústria*. Aveiro.

- Gomes, C.** (1988). *Argilas: o que são e para que servem*. Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian.
- Henning, M.** (2011). *Utilização de micas como filtros solares físicos em preparações silicónicas*. PORTO, Faculdade de Farmácia.
- Karickhoff, S. W., Bailey, G. W.** (1972). *Optical absorption spectra of clay minerals. Clays and clay minerals, 1973*, Vol. 21, pp. 59-70.
- Kemira** (sem identificação de autor), (2006). *Kemira UV-Titan for Cosmetics*. Finland.
- Lima, R. M. F., Luz, J. A. M.** (2001). *Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes*. REM: Revista Escola de Minas, vol. 54, nº2, Apr/Jun. 2001.
- Miranda, A. Velho, J., Gomes, C.** (1998). *Contribution of fluid inclusions analysis to elucidate the effect of hydrothermal alteration in S. Vicente de Pereira kaolin deposit (Portugal)*. Proceedings of the 2nd Mediterranean Clay Meeting, Aveiro 1998, v. 2, pp. 370-374.
- Nunes, E. H. M.** (2008). *Caracterização de ametistas naturais*. Universidade Federal de Minas Gerais.
- Packter, A.** (1956). *Studies in the Rheology of Clay-Water Systems. Part I. The Viscosity of Sodium Montmorillonite Sols*. Pp. 109-115, London, England.
- Salvador, A., Chisvert, A.** (2007). *Analysis of cosmetic products*. ELSEVIER.
- Suárez, M., Vicente, M. Á., Rives, V., Sánchez, M. J.** (2006). *Materiales arcillosos: de la geología a las nuevas aplicaciones*. Salamanca.
- Teixeira, C.** (1963). *Carta geológica de Portugal na escala 1/50000 – Notícia explicativa de Ovar*. Serviços Geológicos de Portugal.
- Velho, J.** (2005). *Mineralogia Industrial: Princípios e aplicações*. LIDEL, Lisboa.
- Zague, V., Santos, D. A., Baby, A. R., Velasco, M. V. R.** (2007). *Argilas: Natureza nas máscaras faciais*. São Paulo, Brasil. Cosmetics & Toiletries (Brasil), Vol. 19, jul-ago 2007, pp. 64-66.

Carta Geológica de Portugal, (1968); Escala 1:1000000. Serviços Geológicos de Portugal.

<http://epsc.wustl.edu/geochronology/frantz.htm>

<http://maps.google.pt/>

http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRF.html

<http://web.letras.up.pt/asaraujo/seminario/Aula10.htm>

<http://webmineral.com/data/>

<http://www.colipa.eu/>

<http://www.earthturns.com/>

http://www.ldeo.columbia.edu/res/fac/argon/LAB%20PROCEDURE%20PDFs/AGES_Mi-neralSeparations.pdf

<http://www.geotech.nl/mica.html>

<http://www.rtvanderbilt.com>

<http://www.stablemicrosystems.com>

<https://sites.google.com/site/geologiaebiologia/carta-geol%C3%B3gica-de-portugal>