

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
ENGENHARIA QUÍMICA**

Luís Felipe de Macedo

**ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE
SECAGEM DO ÓXIDO DE FERRO EM
ESTUFA**

São Carlos - SP

2025

Luís Felipe de Macedo

**ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DE SECAGEM
DO ÓXIDO DE FERRO EM ESTUFA**

Trabalho de conclusão de curso apresentada ao Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, ao Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos, para obtenção do título de bacharel em Engenharia Química.

Orientação Prof. Dr. Thiago Faggion de Pádua

São Carlos - SP

2025

FICHA CATALOGRÁFICA

de Macedo, Luís Felipe

Análise do comportamento de secagem do óxido de ferro amarelo em estufa / Luís Felipe de Macedo -- 2025.

44f.

TCC (Graduação) - Universidade Federal de São Carlos, campus São Carlos, São Carlos

Orientador (a): Thiago Faggion de Pádua

Banca Examinadora: Thiago Faggion de Pádua, Adriana de Paula, Gustavo Dias Maia

Bibliografia

1. Secagem industrial. 2. Material inorgânico. I. de Macedo, Luís Felipe. II. Título.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e Tecnologia
Programa de Graduação Do Departamento de Engenharia Química

Folha de aprovação

Assinatura dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de trabalho de conclusão de curso do candidato Luis Felipe de Macedo, realizada em 08/12/2025:

Prof. Dr. Thiago Faggion de Pádua
Instituição: Universidade Federal de São Carlos

Prof. Dr. Adriana de Paula
Instituição: Universidade Federal de São Carlos

Prof. Dr. Gustavo Dias Maia
Instituição: Universidade Federal de São Carlos

Dedico este trabalho ao meu eu jovem, assustado, que desacreditava ser capaz de realizar coisas complexas. E a todos que o ajudaram a persistir, a tentar e a evoluir, ainda que, por diversas vezes, tenha cogitado desistir. Dedico a todos que tornaram o caminho mais leve e acolhedor, e possibilitaram que este momento se tornasse realidade.

Agradecimentos

Agradeço de coração aos professores da UFSCar que demonstram um compromisso inabalável com o nosso desenvolvimento. São aqueles que se tornam verdadeiros parceiros, sentindo a dor das nossas dificuldades e celebrando, com entusiasmo, cada etapa da nossa evolução. Minha gratidão especial é dedicada a três professores que foram determinantes no meu crescimento: Gustavo Maia, Thiago Faggion e Maria do Carmo. Eles talvez desconheçam a magnitude de sua contribuição, mas foram altamente responsáveis pelo meu desenvolvimento. Nas minhas maiores dificuldades, quando eu já não conseguia acreditar em mim, eles me impulsionaram a fazê-lo ou, com generosidade, simplesmente acreditaram em meu potencial por mim.

Um agradecimento especialíssimo ao professor Thiago Faggion. Ele não apenas aceitou prontamente me orientar neste trabalho, mas, mesmo com o curtíssimo prazo, topou correr ao meu lado. Sua postura sempre paciente, atenciosa, otimista e animada foi a chave para o sucesso.

Vitor Soares, brevemente falando, seria impossível sem você. Passarei todos os meus dias sendo grato a você, o tanto que você deixou o caminho mais leve é imensurável, espero poder comemorar muitas conquistas além dessa com você. Muito obrigado!

Agradeço também aos meus amigos de jornada e de vida, Victória Petroni, Pamela Peruchi, Julia Liciê, Carlos Miguel e Deny Lima. O companheirismo e a valiosa amizade de vocês foram fundamentais. Vocês foram o apoio que garantiu que a solidão não encontrasse espaço, oferecendo constante motivação e alegria, e não permitindo que eu me sentisse só em momento algum

Por fim a minha família, por me apoiarem financeiramente quando as coisas apertaram e pelo tempo dedicado nas últimas etapas onde foi mais corrido e mais necessário.

“A mente que se abre a uma nova ideia jamais voltará ao seu tamanho original.”
(Albert Einstein)

Resumo

O presente Trabalho de Conclusão de Curso, intitulado “*Análise do Comportamento de Secagem do Óxido de Ferro em Estufa*”, foi proposto o estudo e caracterização da secagem de dois importantes pigmentos inorgânicos amplamente utilizados na indústria: o óxido de ferro amarelo (Goethita, α -FeOOH) e o óxido de ferro preto (Magnetita, Fe_3O_4). A etapa de secagem é uma operação unitária fundamental na fabricação de pigmentos, exercendo influência direta sobre as propriedades do produto final, como cristalinidade, tamanho de partícula e poder tintorial. O objetivo principal deste trabalho foi analisar a variação da umidade e a taxa de secagem de amostras destes materiais em estufa, sob condições controladas de temperatura, visando a obter dados empíricos para otimizar a eficiência energética e o tempo de processo. Ensaio gravimétricos foram conduzidos nas temperaturas de 100 °C, 110 °C e 120 °C. Os fundamentos teóricos indicaram que as diferenças estruturais entre a Goethita, um oxihidróxido com alta afinidade por água, e a Magnetita, um óxido anidro de estrutura compacta, são determinantes para o comportamento cinético. Os resultados experimentais confirmaram que a Goethita apresentou maior retenção de umidade e um tempo de secagem superior, com a cinética predominantemente no período de taxa decrescente, limitado pela difusão interna da umidade ligada. Já a Magnetita demonstrou um processo de secagem significativamente mais rápido. O aumento da temperatura de 100 °C para 120 °C resultou em uma redução no tempo total de secagem de ambas as amostras. Concluiu-se que o processo de secagem da Magnetita é mais favorável em termos de velocidade e potencialmente de consumo energético, fornecendo resultados comparativos importantes e que são ponto de partida seguras para a análise e aprofundamento dos materiais em questão.

Palavras-chave: Cinética de secagem; Óxido de Ferro; Goethita; Magnetita; Otimização de Processos.

Abstract

The present Final Course Project, entitled “*Drying Behavior Analysis of Iron Oxide in an Oven*”, proposes the study and characterization of the drying process of two important inorganic pigments widely used in industry: yellow iron oxide (Goethite, α -FeOOH) and black iron oxide (Magnetite, Fe_3O_4). The drying stage is a fundamental unit operation in the manufacture of pigments, exerting direct influence on the properties of the final product, such as crystallinity, particle size, and tinting strength. The main objective of this work was to analyze the variation of moisture content and the drying rate of samples of these materials in an oven under controlled temperature conditions, aiming to obtain empirical data to optimize energy efficiency and processing time. Gravimetric tests were conducted at temperatures of 100 °C, 110 °C, and 120 °C. The theoretical foundations indicate that the structural differences between Goethite, an oxyhydroxide with high affinity for water, and Magnetite, an anhydrous oxide with a compact structure, are determining factors for their kinetic behavior. The experimental results confirmed that Goethite exhibited higher moisture retention and a longer drying time, with kinetics predominantly in the falling-rate period, limited by internal diffusion of bound moisture. Magnetite, on the other hand, demonstrated a significantly faster drying process. Increasing the temperature from 100 °C to 120 °C resulted in a reduction of the total drying time for both samples. It was concluded that the drying process of Magnetite is more favorable in terms of speed and potentially energy consumption, providing important comparative results that serve as a reliable starting point for the analysis and further investigation of the materials in question.

Keywords: Drying kinetics; Iron Oxide; Goethite; Magnetite; Process Optimization.

Lista de Ilustrações

Figura 1 – Estrutura Cristalina da Goethita	12
Figura 2 – Estrutura Cristalina da Magnetita	14
Figura 3 – Estrutura Cristalina da Magnetita	20
Figura 4 – Balança no suporte acima da estufa	23
Figura 5 – Posicionamento da amostra sobre o suporte no interior da estufa	25
Figura 6 – Amostra em pedaços de tamanhos variados e não uniformes	26
Figura 7 – Amostra de goethita depois de ser forçada a passar pela peneira	27
Figura 8 – Óxido de ferro preto com 47% de umidade	28
Figura 9 – Amostra de óxido de ferro preto após passar pela peneira	28
Figura 10 – Umidade Admensional em função Tempo da Secagem da Goethita	29
Figura 11 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 100°C	30
Figura 12 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 110°C	30
Figura 13 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 120°C	31
Figura 14 – Umidade admensional em função Tempo da Secagem da Goethita	32
Figura 15 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca da magnetita	33
Figura 16 – Umidade admensional em função do tempo: comparação entre materiais	34
Figura 17 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 100°C: comparação entre materiais	35
Figura 18 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 110°C: comparação entre materiais	35
Figura 19 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 120°C: comparação entre materiais	36

Lista de tabelas

Tabela 1 – Resultados Experimentais da Secagem da Goethita: Tempos de secagem	29
Tabela 2 – Resultados Experimentais da Secagem da Goethita: Taxa de secagem no período constante e Umidade Crítica	32
Tabela 3 – Resultados Experimentais da Secagem da Magnetita: Tempos de secagem	33
Tabela 4 – Resultados Experimentais da Secagem da Magnetita: Taxa de secagem no período constante e Umidade Crítica	33

Sumário

1	INTRODUÇÃO	10
2	FUNDAMENTOS TEÓRICOS	12
2.1	Goethita	12
2.2	Magnetita	13
2.3	Processos Industrial de Obtenção de Óxidos de Ferro	15
2.3.1	Reação de Transformação no Estado Sólido	16
2.3.1.1	Processo Copperas	16
2.3.1.2	Processo Laux	17
2.3.2	Processos de Precipitação de Soluções ferrosas	17
2.3.3	Processo Penniman-Zoph	18
2.4	Secagem	18
2.4.1	Umidade Não ligada e Umidade Ligada	19
2.5	Secagem Industrial de Óxido de Ferro: Métodos e Tecnologia Atual	21
3	MATERIAIS E MÉTODOS	22
3.1	Materiais	22
3.2	Métodos	23
3.2.1	Goethita	24
3.2.2	Magnetita	25
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	26
4.1	Reumidificação da Magnetita	26
4.2	Reumidificação da Magnetita	26
4.3	Cinética de Secagem da Goethita	27
4.4	Cinética de Secagem da Magnetita	32
4.5	Comparação das Secagens dos Materiais	34
5	CONCLUSÕES	37
6	REFERÊNCIAS	38

1 Introdução

Os óxidos de ferro representam uma classe de materiais inorgânicos de fundamental importância para a indústria moderna. Sua ampla gama de tonalidades, que variam do amarelo ao preto, aliada à excelente resistência a intempéries, estabilidade química e atoxicidade, os consagra como os pigmentos inorgânicos mais consumidos globalmente. São empregados em uma diversidade de setores, incluindo a produção de materiais de construção (cimento, argamassas), plásticos, tintas e revestimentos (BAPTISTA, 2010).

Dentre as diversas formas, o óxido de ferro amarelo (Goetita, α -FeOOH) merece especial destaque, não apenas por sua cor vibrante, mas também pela relativa dificuldade em manter suas propriedades cristalográficas e de cor durante as etapas finais de processamento. Sua obtenção de alta pureza e desempenho é crucial para o valor agregado do produto final (BAPTISTA, 2010).

De modo similar, o óxido de ferro preto (Magnetita, Fe_3O_4) é amplamente utilizado em aplicações que demandam alta opacidade e resistência, como em revestimentos protetores e componentes magnéticos (BAPTISTA, 2010).

A etapa de secagem é um das operações unitários mais críticos na fabricação de pigmentos de óxido de ferro (BAPTISTA, 2010). Ela é responsável pela remoção da umidade residual do material, influenciando diretamente nas características físicas finais do pigmento, como tamanho de partícula, área superficial específica, cristalinidade e, conseqüentemente, sua capacidade de dispersão e poder tintorial nas aplicações práticas. A escolha e o controle rigoroso dos parâmetros de secagem são determinantes para garantir a qualidade, a padronização e o desempenho do produto final (BAPTISTA, 2010).

Na escala industrial, a secagem do óxido de ferro amarelo é tipicamente conduzida em equipamentos como os secadores de pás rotativas, operando em condições severas, como temperaturas acima de 100°C (BAPTISTA, 2010). Tais condições visam a assegurar a máxima remoção de umidade em um tempo de processo economicamente viável. No entanto, o conhecimento aprofundado da cinética de secagem em condições mais brandas e controladas é fundamental para a otimização do processo, a redução do consumo energético e a melhoria contínua do controle de qualidade industrial (LIU et al., 2022).

O estudo da secagem em escala laboratorial, por meio de ensaios gravimétricos em estufa, permite isolar e analisar os fenômenos de transferência de calor e massa envolvidos. A obtenção de curvas cinéticas de umidade em função do tempo e de taxa de secagem em função da umidade constitui o ponto de partida para a identificação da umidade crítica e a determinação da taxa de secagem no período constante (GEANKOPLIS, 2003).

Neste contexto, este trabalho de graduação propôs a aprofundar a compreensão do processo de secagem, não apenas para o óxido de ferro amarelo, mas também para o óxido de ferro preto, sob condições laboratoriais controladas. A metodologia empregada permitirá a obtenção de dados quantitativos para ajuste de parâmetros de equações cinéticas para o período decrescente, oferecendo subsídios valiosos para a compreensão dos mecanismos limitantes do processo e contribuindo para a proposição de melhorias no controle operacional industrial. Além disso, os comportamentos de secagem de ambos os materiais em foco serão confrontados.

O presente trabalho de conclusão de curso teve como objetivo principal levantar e analisar a cinética de secagem de dois pigmentos de óxido de ferro (amarelo e preto) sob diferentes condições laboratoriais, visando aprofundar o conhecimento sobre o comportamento cinético desses materiais.

Para tal, serão perseguidos os seguintes objetivos específicos:

1. **Obter Curvas Cinéticas de Secagem:** Obter dados experimentais de variação de massa em função do tempo para amostras de óxido de ferro amarelo e óxido de ferro preto, submetidas a três diferentes temperaturas de secagem controladas (100, 110 e 120 °C) em estufa.
2. **Determinar Parâmetros Fundamentais:** A partir dos dados experimentais, determinar a umidade crítica e a taxa de secagem no período constante para cada condição de temperatura e para ambos os tipos de óxido.
3. **Analisar os Comportamentos:** Realizar uma análise comparativa detalhada do comportamento cinético de secagem entre o óxido de ferro amarelo e o óxido de ferro preto sob as mesmas condições de temperatura. Essa comparação visa a destacar as diferenças e similaridades no processo de remoção de umidade.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

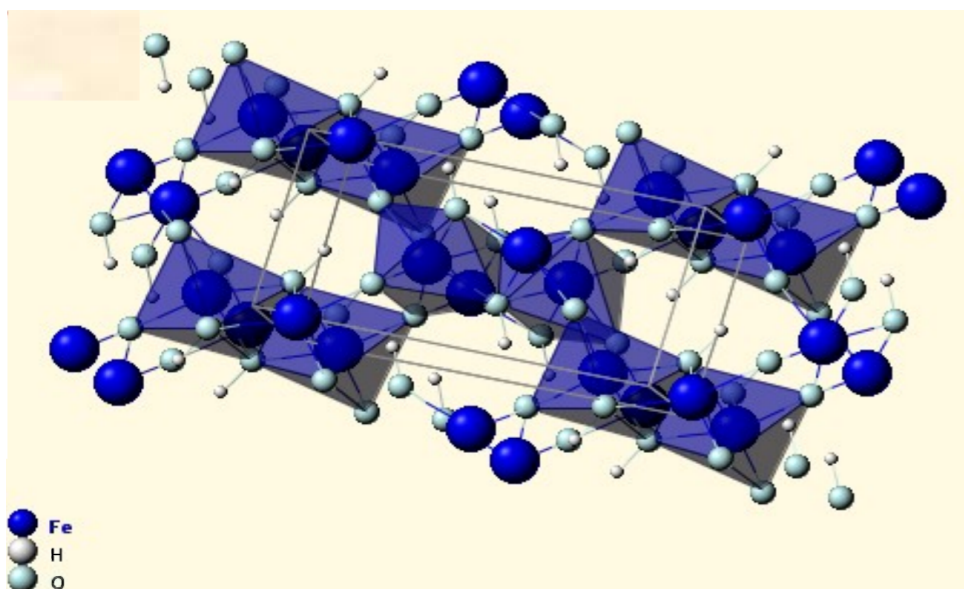
Este capítulo tem como objetivo revisar e sintetizar informações relevantes disponíveis na literatura acerca das propriedades dos materiais estudados, com ênfase nos óxidos de ferro amarelo (Goethita) e preto (Magnetita). Serão discutidos os efeitos observados durante processos de secagem em estufa, bem como outros fenômenos associados, permitindo a compreensão dos comportamentos apresentados nos resultados experimentais. A análise crítica dessas referências fornece a base teórica necessária para interpretar adequadamente os dados obtidos e contextualizar os achados dentro do estado da arte da área.

2.1 Goethita

A goethita (α -FeO(OH)) é um dos hidróxidos/óxidos de ferro mais comuns na natureza, formada com frequência por processos de oxidação e hidratação de minerais de ferro primários como a magnetita e a pirita em ambientes superficiais ou pouco profundos (DOUGLAS, S., n.d.).

Sua estrutura cristalina, Figura 1 pertence ao sistema ortorrômbico, grupo espacial Pbnm, onde os ânions O^{2-} e OH^- formam uma rede compacta em arranjo próximo hexagonal com íons Fe^{3+} ocupando metade dos interstícios octaédricos. Dessa forma, Fe(III) se encontra rodeado por ligações a três O^{2-} e OH^- , formando unidades octaédricas que partilham arestas e vértices (SHARAN; KHANDELWAL; PODDAR, 2015).

Figura 1 – Estrutura Cristalina da Goethita



Fonte: (MINERALOGY DATABASE, 2010a)

A densidade típica da goethita varia entre 3,8 e 4,4 gcm^{-3} (HANDBOOK OF MINERALOGY, 2006). Sua dureza, segundo a escala de Mohs, situa-se entre 5,0 e 5,5 (WEBMINERAL, 2025). A coloração natural desse mineral abrange tons de amarelo-ocre, marrom-amarelado e avermelhado, apresentando risca geralmente amarela a marrom-amarelada (CORNELL; SCHWERTMANN, 2003). Em termos de estabilidade térmica e transformação, a goethita pode, sob condições de aquecimento ou desidratação, converter-se em óxido de ferro, por exemplo, hematita (Fe_3O_3), processo que altera sua estrutura e propriedades (DOUGLAS, S., n.d.).

O estudo de AQUINO (2007) analisou como a água interage com a superfície da goethita ($\alpha\text{-FeOOH}$). Os autores mostraram que a goethita possui grupos hidroxila ($-\text{OH}$) em sua superfície que permitem a formação de pontes de hidrogênio com as moléculas de água. Isso faz com que a água se ligue fortemente ao mineral, tanto doando quanto recebendo hidrogênios. Mesmo quando está seca, a goethita consegue atrair e reter moléculas de água, formando ligações estáveis que alteram levemente sua superfície. Essa forte afinidade explica por que a goethita é comum em solos úmidos e desempenha papel importante na adsorção de contaminantes e nutrientes.

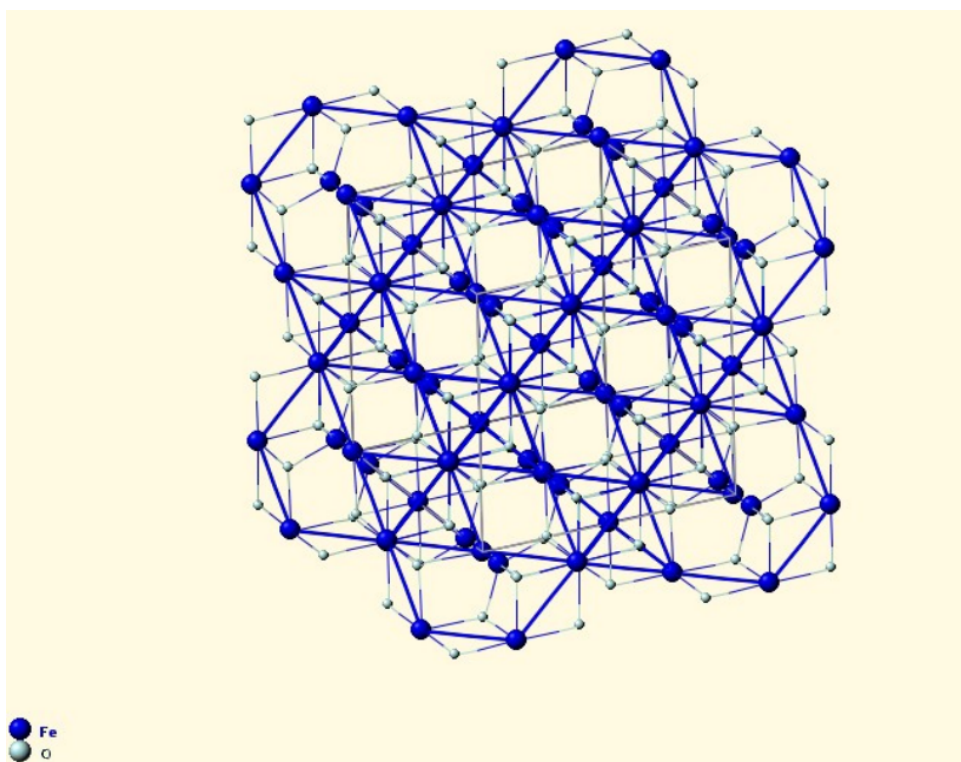
2.2 Magnetita

A magnetita (Fe_3O_4) é um dos principais óxidos de ferro, notável por ser o mineral mais fortemente magnético que ocorre naturalmente na Terra, amplamente presente em rochas ígneas, sedimentares e metamórficas (JIEYA, P, 2024). Sua formação está associada a processos de cristalização magmática, mas também a eventos hidrotermais e metamórficos, podendo resultar da alteração de outros minerais (CARDOZO; VITER, 2025).

Sua estrutura cristalina Figura 2 pertence ao sistema cúbico, com a rede organizada no grupo espacial $Fd\bar{3}m$, sendo classificada como um espinélio inverso. Nessa estrutura, os íons de oxigênio (O^{2-}) formam uma rede cúbica de faces centradas, com os íons de ferro distribuídos por sítios octaédricos e tetraédricos (JIEYA, P, 2024). Especificamente, metade dos íons Fe^{3+} ocupam os sítios tetraédricos, enquanto os íons Fe^{2+} e a outra metade dos Fe^{3+} ocupam os sítios octaédricos (DUNLOP; ÖZDEMIR, 1997).

A densidade relativa da magnetita é tipicamente alta, variando entre 5,17 e 5,18 g cm^{-3} (MUSEU DE ROCHAS E MINERAIS DA UFRRJ, 2025). Sua dureza, segundo a escala de Mohs, situa-se entre 5,5 e 6,5 (MUSEU DE ROCHAS E MINERAIS DA UFRRJ, 2025). A coloração natural do mineral é o preto ferro e seu brilho é metálico, apresentando uma risca preta característica, propriedade fundamental para sua distinção da hematita (INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS (USP), 2025).

Em termos de estabilidade térmica e transformação, a magnetita é estável até temperaturas elevadas. No entanto, sob aquecimento em ambientes oxidantes, ela se

Figura 2 – Estrutura Cristalina da Magnetita

Fonte: (MINERALOGY DATABASE, 2010b)

converte inicialmente em maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), e posteriormente em hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) acima de 550°C ou 740°C , dependendo das substituições químicas presentes no cristal, como as de alumínio (VIANA; BICALHO; GOULART, 1988).

O estudo de ORTIZ (2002), ao investigar a magnetita como adsorvente, revela que sua interação com a água é significativamente menor em comparação com hidróxidos como a goethita. O motivo cristalográfico primário para essa menor adsorção de água reside no fato de a magnetita ser um óxido anidro (sem OH^- estrutural) e possuir uma estrutura compacta e simétrica (Fe_3O_4), enquanto a goethita é um oxihidróxido (FeOOH). A goethita apresenta uma alta concentração de grupos hidroxila (OH^-) expostos em sua superfície, que atuam como sítios ativos ideais para a formação de pontes de hidrogênio com as moléculas de H_2O . Na magnetita, a superfície é composta primariamente por íons O^{2-} e Fe^{n+} , requerendo a adsorção inicial de moléculas de água para criar sítios hidroxilados de superfície, resultando em uma afinidade intrínseca menor por água em comparação com a estrutura já hidratada da goethita (ORTIZ, 2002).

2.3 Processos Industrial de Obtenção de Óxidos de Ferro

A fabricação industrial de óxidos de ferro está fortemente ligada ao uso desses materiais como pigmentos colorantes, agentes magnéticos e matérias-primas químicas. A pureza exigida varia conforme o destino do produto: para tintas e revestimentos, teores próximos de 97% são aceitáveis, enquanto pigmentos de grau magnético podem requerer até 99,99% de pureza (CORNELL; SCHWERTMANN, 1996).

Em aplicações voltadas a pigmentos, o controle da síntese é essencial para garantir uniformidade no tamanho das partículas, na distribuição granulométrica e na morfologia. Essas variáveis definem propriedades como tonalidade, brilho e capacidade de dispersão no veículo de aplicação. Além disso, o custo das matérias-primas, a recuperação de subprodutos e a conformidade ambiental são fatores determinantes para a escolha do processo (ULLMANN, 1998).

Na prática industrial, a maioria das rotas parte de sais ferrosos (Fe^{2+}), mais baratos e reativos que os sais férricos (Fe^{3+}). Os compostos de ferro (III) são normalmente empregados apenas em rotas hidrotérmicas destinadas a produtos de maior valor agregado (CORNELL; SCHWERTMANN, 1996).

Entre os métodos amplamente utilizados para produzir pigmentos de qualidade, como hematita, goethita e magnetita, destacam-se três grupos principais de processos:

- A) Transformações no estado sólido, incluindo a decomposição térmica de sais e óxidos hidratados, para obtenção de pigmentos vermelhos, pretos e marrons;
- B) Reduções com compostos orgânicos, conhecidas como processo Laux, nas quais o nitrobenzeno é reduzido na presença de ferro, originando pigmentos pretos, vermelhos e amarelos;
- C) Precipitação de soluções ferrosas com álcalis e oxidação subsequente, responsável pela produção de pigmentos de diferentes colorações do amarelo ao preto (ULLMANN, 1998).

Métodos alternativos, como a precipitação hidrotérmica, a decomposição térmica do pentacarbonil de ferro [$\text{Fe}(\text{CO})_5$] e a pirólise de FeCl_2 em alta temperatura, são usados apenas em escala reduzida, voltados a pigmentos especiais (ULLMANN, 1998).

Os processos discutidos a seguir, amplamente empregados na produção industrial de óxidos de ferro, evidenciam a relevância das etapas de secagem na cadeia produtiva. Grande parte dessas rotas ocorre em meio aquoso, seja pela necessidade de precipitação e oxidação controladas, seja pelo uso de lavagens sucessivas destinadas à remoção de sais

solúveis e outros subprodutos formados durante a síntese. Dessa forma, a etapa de secagem torna-se fundamental para assegurar a obtenção de pigmentos com maior pureza, melhor estabilidade físico-química e adequado desempenho nas aplicações finais.

2.3.1 Reação de Transformação no Estado Sólido

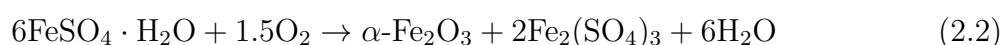
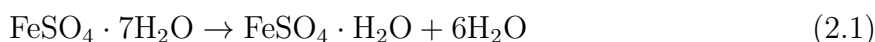
Nos processos em estado sólido, óxidos e sais de ferro são calcinados em fornos rotativos sob atmosfera oxidante. Após a reação, os pigmentos são suspensos em água, filtrados e secos, removendo-se as impurezas solúveis. A etapa final envolve moagem, ajustando o tamanho das partículas. As matérias-primas comumente empregadas incluem sulfato ferroso, cloreto férrico, óxidos hidratados e magnetita (CORNELL; SCHWERTMANN, 1996). Dentre as rotas mais consolidadas desse grupo, destacam-se os processos *Copperas* e *Laux* (ULLMANN, 1998).

2.3.1.1 Processo *Copperas*

O método *Copperas* é amplamente adotado para a produção de pigmentos vermelhos de alta pureza, baseando-se na decomposição térmica do sulfato ferroso (FeSO_4). Esse processo, muito utilizado nos Estados Unidos, aproveita o FeSO_4 proveniente de subprodutos industriais, especialmente das indústrias de dióxido de titânio e siderurgia. O nome “*Copperas*” vem da coloração verde-azulada dos sais ferrosos, semelhante à de compostos cúpricos (ULLMANN, 1998).

O processo pode ocorrer em um ou dois estágios. Na rota de duplo estágio, a mais comum, o FeSO_4 é primeiramente cristalizado e desidratado até a forma monoidratada, reduzindo impurezas. Em seguida, é calcinado a cerca de 650°C , frequentemente com adição de carbonatos ou óxidos alcalinos. Durante a calcinação, parte do sulfato é reduzida com carbono, liberando dióxido de enxofre (SO_2), que é oxidado novamente a ácido sulfúrico (WEISE, 1929; SMITH, 1941; NOPONEN, 1947; PETZEL, 1952). Embora eficiente, o processo gera gases e resíduos que exigem controle ambiental.

As principais reações envolvidas são:



2.3.1.2 Processo Laux

O Processo Laux, desenvolvido em 1925, baseia-se na redução de compostos nitro aromáticos, como o nitrobenzeno, na presença de ferro metálico. Esse método possibilita a produção de pigmentos pretos, vermelhos, amarelos e marrons, com tonalidades controláveis conforme as condições da reação (LAUX, 1925b). A adição de FeCl_2 resulta em pigmentos pretos intensos, enquanto a presença de AlCl_3 ou ácido fosfórico leva à formação de pigmentos amarelos e marrons, respectivamente (LAUX, 1925a; LAUX, 1925c; HABERLAND, 1930).

A proporção entre ferro, nitrobenzeno e pH influencia diretamente a coloração e o tamanho das partículas formadas. Durante o processo, os íons Fe^{2+} são oxidados a Fe^{3+} pelos compostos nitro aromáticos, e o ácido liberado dissolve novamente parte do ferro metálico, permitindo que a reação se sustente sem necessidade de grande adição de ácido externo.

Os pigmentos obtidos podem ser calcinados em atmosfera oxidante entre 500 e 700 °C para obtenção de tonalidades vermelhas, enquanto a calcinação sob atmosfera inerte favorece pigmentos pretos de maior intensidade (WESTERHAUS; GANTER; BUXBAUM, 1987).

As reações principais são:



O processo Laux destaca-se também por sua segurança ambiental, já que os subprodutos gerados são de baixa toxicidade (LAUX, 1925b; FIREMAN, 1936).

2.3.2 Processos de Precipitação de Soluções ferrosas

A precipitação química é amplamente empregada na produção de pigmentos de óxido de ferro com granulometria fina e elevada pureza. Nesse método, soluções aquosas de sais ferrosos são tratadas com bases (NaOH , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ou NH_3) e oxidadas pelo ar. Os subprodutos principais são sais neutros solúveis, como Na_2SO_4 e NaCl . (BENNETCH, 1947)

A goethita ($\alpha\text{-FeOOH}$) é obtida quando a precipitação ocorre sob temperatura próxima a 90 °C e pH alcalino, segundo a reação (BENNETCH, 1947):



A magnetita (Fe_3O_4) pode ser sintetizada sob as mesmas condições, mantendo-se uma proporção equilibrada entre Fe^{2+} e Fe^{3+} , e temperatura acima de 90°C . Pressões elevadas favorecem pigmentos pretos de alta densidade (HOLST; BJÖRNED, 1950).

2.3.3 Processo Penniman-Zoph

O processo Penniman–Zoph (PENNIMAN M. ZOPH, 1917; PENNIMAN M. ZOPH, 1920) é um dos mais difundidos industrialmente para a obtenção de pigmentos amarelos de óxido de ferro. Esse método utiliza sucata metálica, sulfato ferroso e ar atmosférico como reagentes principais, apresentando ótimo balanço entre custo e qualidade do produto.

Inicialmente, forma-se uma suspensão de núcleos de óxido de ferro por precipitação de FeSO_4 com base em meio aquoso a $20\text{--}50^\circ\text{C}$. Em seguida, a suspensão é transferida para reatores contendo ferro metálico e submetida a oxidação controlada entre $75\text{--}90^\circ\text{C}$. O ácido liberado reage novamente com a sucata, regenerando FeSO_4 , o que torna o processo cíclico e econômico (BAPTISTA, 2010).

Os pigmentos resultantes apresentam boa absorção de água, baixa tendência à floculação e cores puras (PENNIMAN M. ZOPH, 1920; MARSH, 1947). Além disso, o processo é seguro, opera a baixa pressão e gera resíduos inertes, como partículas metálicas e sais neutros, que podem ser removidos por filtração e peneiramento (BENNETCH, 1947; HUND, 1954).

2.4 Secagem

A secagem pode ser definida como a operação de remoção de substâncias voláteis (umidade) visando a obtenção de um produto sólido com baixo teor líquido. No contexto dos óxidos de ferro, a eliminação da água é crucial não apenas para conferir estabilidade e qualidade ao material, mas também para assegurar a eficiência energética e a padronização necessárias para as fases subsequentes do processo produtivo.

Em materiais sólidos, a umidade presente pode ser classificada como umidade ligada e umidade não ligada (ou livre), dependendo das forças que mantêm a água no interior do sólido (KEEY, 2012). Uma quantia de água adsorvida em um material, mantida por uma combinação química fraca ou presa na microestrutura do sólido, é considerada como umidade ligada. Ela exerce uma pressão de vapor inferior a da água pura, isso significa que a água ligada tem menos tendência a evaporar que a água não ligada desses efeitos. A água que não se encontra ligada se encontra presente em poros maiores e na superfície do material, tendo maior tendência a evaporar (KEEY, 2012).

2.4.1 Umidade Não ligada e Umidade Ligada

No processo de secagem de acordo com, um sólido úmido submetido a um processo térmico apresenta dois eventos importantes simultaneamente (KEEY, 2012):

1. Transferência de energia do ambiente para o material em forma de calor para secadores convectivos, possibilitando que a água superficial do material evapore;
2. Movimento da umidade mais interna do sólido para a superfície.

A velocidade das diferentes etapas do processo determina a taxa global de secagem. Em geral, o calor é primeiramente transferido para a superfície do sólido úmido e, posteriormente, para seu interior. Os secadores industriais apresentam variações em tipo e configuração, dependendo do mecanismo predominante de transferência de calor. A energia térmica pode ser transmitida ao sólido úmido por convecção, condução ou radiação, ou ainda por uma combinação desses mecanismos, conforme o projeto do equipamento (KEEY, 2012).

A retirada da umidade livre envolve a transição da fase líquida para a fase de vapor, processo genericamente denominado vaporização, que pode ocorrer por dois mecanismos distintos: ebulição ou evaporação (KEEY, 2012).

A ebulição acontece quando a pressão de vapor da água na superfície do material iguala-se à pressão atmosférica, exigindo aquecimento intenso. No entanto, para materiais termossensíveis, esse processo pode ser conduzido sob vácuo; ao reduzir a pressão do sistema, diminui-se o ponto de ebulição da água, preservando as características do produto (KEEY, 2012).

Já a evaporação é um fenômeno de superfície que ocorre quando a pressão de vapor da água no sólido é inferior à pressão atmosférica. É o princípio que rege a secagem convectiva: o ar aquecido é conduzido sobre o produto, cedendo calor e removendo a umidade de forma contínua através da transferência de massa entre a superfície úmida e o meio gasoso (KEEY, 2012).

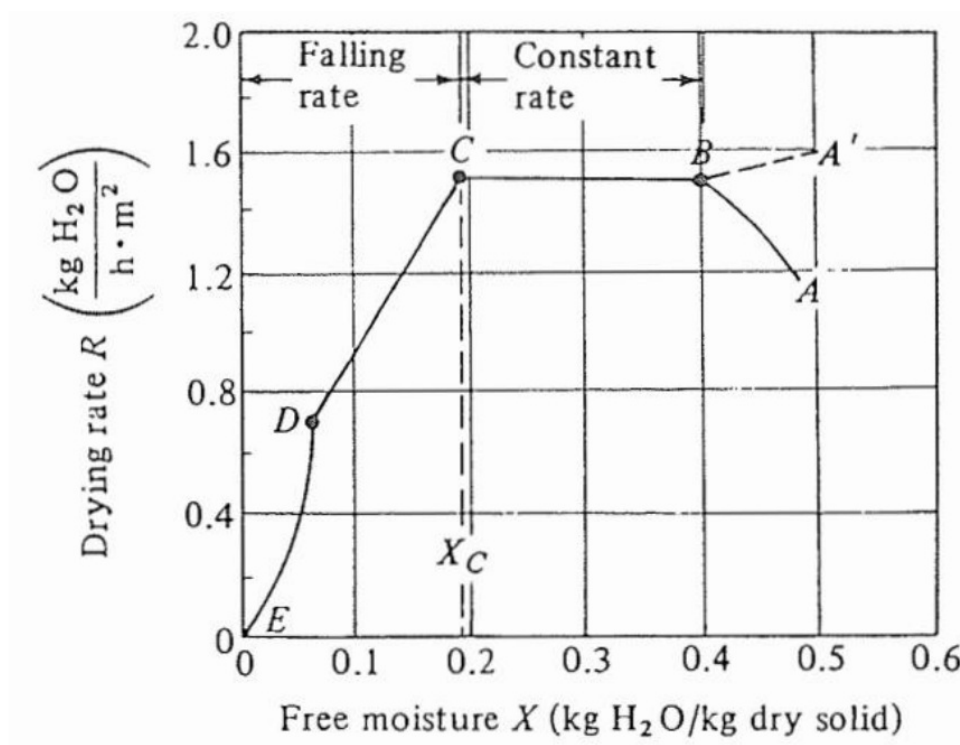
A secagem de um sólido pode ser avaliado medindo-se a variação de umidade ao longo do tempo, obtendo-se a chamada curva de taxa de secagem. Essa curva normalmente apresenta três estágios distintos. O primeiro é o período de taxa constante, durante o qual a superfície do material está completamente molhada e a evaporação ocorre de forma uniforme. A taxa é controlada pela difusão do vapor do produto para o ar. À medida que a superfície seca, surge o ponto crítico de umidade (X_{cr}), onde aparecem áreas secas e o ritmo de evaporação começa a diminuir (KEEY, 2012).

A partir desse ponto, inicia-se o período de taxa decrescente, dividido em duas fases. Na primeira presente em materiais porosos, a água ainda se move por forças capilares

das regiões internas até a superfície. Na segunda, com a umidade superficial já eliminada, a secagem passa a ser limitada pela difusão da umidade através da estrutura sólida, que depende da condutividade térmica, da porosidade e da espessura do material. O processo prossegue até que a umidade se iguale ao equilíbrio com o ar ambiente (X_{eq}), momento em que a secagem cessa (KEEY, 2012).

A imagem 3 demonstra um exemplo do livro do Geankplis (2003) onde demonstra uma curva de secagem passando pelo período de secagem constante e decrescente destacando cada pontos de virada onde a umidade crítica é representada pela letra C.

Figura 3 – Estrutura Cristalina da Magnetita



Fonte: (GEANKOPLIS, 2003)

O comportamento global de secagem pode ser descrito pela curva característica de secagem, que relaciona de forma adimensional a taxa de secagem com a umidade média. Essa representação permite comparar diferentes condições operacionais e prever o desempenho de equipamentos de secagem para um mesmo material. Esse método é amplamente utilizado no dimensionamento e otimização de secadores industriais (KEEY, 2012).

2.5 Secagem Industrial de Óxido de Ferro: Métodos e Tecnologia Atual

O processo de secagem é uma etapa crítica e de alto consumo energético na produção industrial de óxidos de ferro, sejam eles para uso como pigmentos (hematita, magnetita) ou para beneficiamento de minério. A escolha do método depende diretamente da aplicação final do produto e da sua granulometria (FURTADO, 2023).

Na produção de óxidos de ferro sintéticos, como pigmentos de alta pureza (processos via úmida ou precipitação), a secagem visa a remover a umidade de lamas ou suspensões, mantendo as propriedades finas das partículas. Os métodos industriais amplamente empregados incluem os seguintes tipos de secagem:

- Secagem por Atomização (*Spray Dryer*): É o método mais moderno e eficiente para transformar suspensões líquidas em pó fino e seco. A lama de óxido de ferro é atomizado em microgotas em uma câmara, entrando em contato com uma corrente de ar quente. A evaporação da água é rápida, o que preserva a qualidade e a morfologia das partículas, resultando em um pó seco com alta fluidez e granulometria controlada, ideal para a indústria de pigmentos e cerâmica (STUNDA-ZUJEVA; IRBE; BERZINA-CIMDINA, 2017).
- Secadores Rotativos (Tipo Tambor): Apesar da ascensão do *Spray Dryer* para pós ultra-finos, os secadores rotativos continuam sendo uma solução industrial eficiente e econômica para a remoção de umidade em materiais a granel, incluindo pigmentos e produtos químicos. Eles utilizam o movimento contínuo do tambor para garantir que o material seja exposto ao calor de forma uniforme, sendo versáteis para diferentes tipos de materiais e níveis de umidade, e ideais para processos contínuos de alto volume (PERRY, 2019).
- Secagem em Estufa e Centrífugas: Métodos mais tradicionais, onde o material (após filtragem ou centrifugação) é levado a estufas (geralmente com circulação de ar forçada e temperatura controlada) ou secadores de bandejas, especialmente em processos de batelada, pesquisa de novos materiais (como pigmentos cerâmicos) e para atingir a umidade final de controle de qualidade (LUZ; DUTRA; HOTZA, 2002).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo apresenta os materiais e métodos empregados na execução dos experimentos propostos, bem como os procedimentos adotados para a obtenção dos resultados posteriormente analisados e discutidos.

3.1 Materiais

- Estufa de secagem, modelo TE-394/L, marca Tecnal;
- Balança analítica, modelo PA214CP, marca Ohaus, capacidade máxima de 210 g e resolução de 0,1 mg;
- Balança analítica, modelo ATX224, marca Shimadzu, capacidade máxima de 220 g e resolução de 0,1 mg;
- Óxido de ferro amarelo (FeOOH), na forma de torta úmida com aproximadamente 47% de água ;
- Óxido de ferro preto (Fe_3O_4), em pó seco;
- Placas de Petri em vidro;
- Espátulas metálicas para manuseio das amostras;
- Peneira de aço inoxidável para homogeneização granulométrica do material;
- Paquímetro para medição da espessura da amostra;
- Luvas de proteção térmica e descartáveis;
- Bandeja metálica de apoio;
- Corrente e sistema de sustentação em ferro para fixação das amostras durante a secagem;
- Notebook conectado à balança para aquisição e registro automático dos dados.
- Saquinhos plásticos (*ziplock*)

3.2 Métodos

O experimento teve como objetivo obter a curva de secagem de amostras de óxido de ferro amarelo (FeOOH) e preto (Fe_3O_4) submetidas a diferentes temperaturas dentro de uma estufa. As temperaturas selecionadas foram 100°C , 110°C e 120°C , todas sob uma velocidade de entrada de ar de 800 U. Cada condição experimental foi realizada em duplicata para garantir a reprodutibilidade dos dados obtidos.

Para a secagem do óxido de ferro em estufa, esta foi ligada com antecedência, de modo a permitir o estabelecimento e estabilização da temperatura desejada. Após a estabilização térmica, uma balança de precisão foi posicionada sobre um suporte metálico localizado acima da estufa, conforme ilustrado na Figura 4. O gancho dentro da balança foi ajustado de modo a permanecer alinhado com a abertura superior da estufa, permitindo a suspensão da amostra em seu interior sem contato com as paredes do orifício de entrada. Após o nivelamento da balança, a corrente de sustentação foi acoplada e centralizada, sendo posteriormente removida.

Figura 4 – Balança no suporte acima da estufa



Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

Em seguida, aguardou-se cerca de 30 min para que a balança estabilizasse. Decorrido esse tempo, a estufa foi temporariamente desligada e procedeu-se à calibração da balança. Após a calibração, a estufa foi religada. A balança foi então conectada a um computador equipado com *software* de aquisição de dados, responsável por registrar as medidas de massa em um arquivo de texto com alta frequência de amostragem (várias medições por segundo).

Com o sistema devidamente montado, inseriu-se na balança o conjunto metálico de suporte da amostra. A estufa foi fechada e o programa de aquisição de dados foi executado por aproximadamente 5 min, a fim de determinar a massa total do sistema de suporte e a taxa de registro de dados do programa.

As seções seguintes descrevem os materiais, o modo de preparação da amostra, e inserção na estufa para iniciar o ensaio

3.2.1 Goethita

A torta de óxido de ferro amarelo foi inicialmente fragmentada manualmente com espátula metálica. Entretanto, logo após a preparação da amostra consistiu em forçar o material úmido, de aspecto argiloso, a passar pela grade de uma peneira de aço com o objetivo de obter grânulos menores e mais homogêneos. Os grânulos foram então depositados em placas de Petri previamente pesadas, utilizando-se aproximadamente 16 g de material úmido, quantidade suficiente para preencher uniformemente a superfície da placa. Em seguida, foi medida a espessura da camada de amostra depositada, por meio de um paquímetro, a fim de garantir sempre 7mm de espessura nas amostras, Uma espessura definida arbitrariamente para manter as propriedades da amostra constantes.

Em seguida, a amostra foi rapidamente posicionada no suporte metálico e introduzida na corrente de sustentação dentro da estufa, conforme mostra a Figura 5. O programa de aquisição de dados foi iniciado e a secagem foi conduzida por 1 h, período previamente determinado em testes preliminares como suficiente para atingir a umidade estável com o tempo.

Após o término da secagem, o registro de dados foi interrompido, o aparato experimental desmontado e a amostra transferida para uma segunda estufa, mantida a 105 °C por 24 h, para determinação da massa seca.

Com os dados obtidos, foi possível calcular a frequência de aquisição de medidas (em medidas por minuto), dividindo-se o número total de registros pelo tempo de operação do *software*. Conhecendo-se o peso do sistema metálico, o peso da placa de Petri e a massa seca da amostra, foi possível construir as curvas de secagem.

Para a construção desses curvas, foi utilizado o *software DRY CALCULATOR* desenvolvido pelo aluno de graduação Gabriel Duarte, esse *software* realiza o tratamento e o ajuste dos dados obtidos por meio da balança analítica de alta precisão processando-os para a geração de gráficos contendo informações de umidade em base seca, umidade em base úmida, umidade adimensionalizada, taxa de secagem e tempo. Além disso, o programa disponibiliza ferramentas de filtragem dos dados, incluindo o método de média móvel simples, com possibilidade de ajuste do tamanho da janela.

Para este estudo, as curvas apresentadas foram obtidas utilizando o método de média

Figura 5 – Posicionamento da amostra sobre o suporte no interior da estufa

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

móvel simples, adotando-se uma janela de 500 pontos, valor selecionado por proporcionar a melhor visualização e interpretação dos comportamentos analisados.

3.2.2 Magnetita

Para o preparo da amostra de óxido de ferro preto, inicialmente foi adicionada uma composição correspondente a 53% de massa seca e 47% de água em um saco plástico, de modo a igualar a umidade à do óxido de ferro amarelo. No entanto, observou-se que o material não adquiriu a consistência típica de torta, apresentando, em vez disso, uma textura lamacenta.

Com base na observação inicial, a amostra de óxido de ferro preto foi reumidificada em um saco plástico até atingir a consistência lamacenta previamente identificada. Essa abordagem permitiu estimar a quantidade de água necessária para o experimento, de modo que fosse possível registrar um período da secagem em taxa constante, assegurando que todo o período de secagem em taxa decrescente fosse contemplado durante a realização do ensaio.

Com as amostras preparadas, o procedimento de secagem do óxido de ferro preto foi conduzido seguindo os mesmos passos aplicados ao óxido de ferro amarelo. Inicialmente, a amostra foi passada por peneira para garantir a homogeneidade do material. Em seguida, a amostra foi introduzida na estufa, sendo aquisitadas as massas ao longo do processo de secagem. Esses dados permitiram a construção das curvas de secagem correspondentes, possibilitando a comparação direta com as curvas obtidas para o óxido de ferro amarelo.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos nos ensaios de secagem e nas análises gravimétricas, com o intuito de caracterizar o comportamento dos materiais estudados na secagem. Os dados experimentais são analisados de forma crítica, buscando identificar os fenômenos que controlam o processo de secagem e as possíveis influências das condições operacionais. Além disso, os resultados são confrontados com referências da literatura, de modo a fundamentar e explicar as tendências observadas ao longo dos experimentos.

4.1 Reumidificação da Magnetita

A figura 6 mostra a goethita após fragmenta-lá pela espátula, resultando em pedaços de tamanho variados o que resultaria em um experimento pouco reprodutível, assim após ser o material ser forçado a passar pela peneira ele se tornou mais uniforme, como apresenta a figura 7.

Figura 6 – Amostra em pedaços de tamanhos variados e não uniformes



Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

4.2 Reumidificação da Magnetita

Com o objetivo de obter a magnetita nas mesmas condições de umidade da goethita, utilizou-se um valor inicial aproximado, considerando que esses minerais são frequentemente encontrados com características similares na natureza. Durante os experimentos, porém,

Figura 7 – Amostra de goethita depois de ser forçada a passar pela peneira

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

observou-se um aspecto relevante: ao reumidificar a amostra seca de magnetita para igualar seu teor de umidade ao da amostra úmida de óxido de ferro amarelo, verificou-se uma diferença marcante no aspecto visual entre os dois materiais, conforme ilustrado na Figura 8 em comparação com a Figura 6, observou-se que a magnetita na mesma umidade da goethita se tornou lama.

Essa distinção pode ser explicada pela natureza estrutural de cada óxido. A goethita apresenta grupos hidroxila (OH^-) expostos em sua superfície cristalina, os quais favorecem a formação de pontes de hidrogênio e, conseqüentemente, uma forte interação com moléculas de água (AQUINO, 2007). Por outro lado, a magnetita é um óxido anidro, desprovido de hidroxilas estruturais, caracterizando-se por uma estrutura compacta e simétrica composta predominantemente por íons O^{2-} e Fe^{n+} . Essa configuração reduz sua afinidade intrínseca pela água, uma vez que a adsorção inicial de moléculas é necessária para a criação de sítios ativos de interação, diferentemente da goethita, cuja estrutura já favorece a retenção de umidade (ORTIZ, 2002).

Por fim, após reunimidar a mostra de magnetita até obter um aspecto parecido com a amostra de goethita inicial e depois de forçar a mesma a passar pela peneira, obteve-se um amostra uniforme, como apresenta a 9.

4.3 Cinética de Secagem da Goethita

A Figura 10 apresenta as curvas de secagem obtidas experimentalmente para a goethita nas temperaturas de 100 °C, 110 °C e 120 °C. Observa-se que todas as curvas

Figura 8 – Óxido de ferro preto com 47% de umidade

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

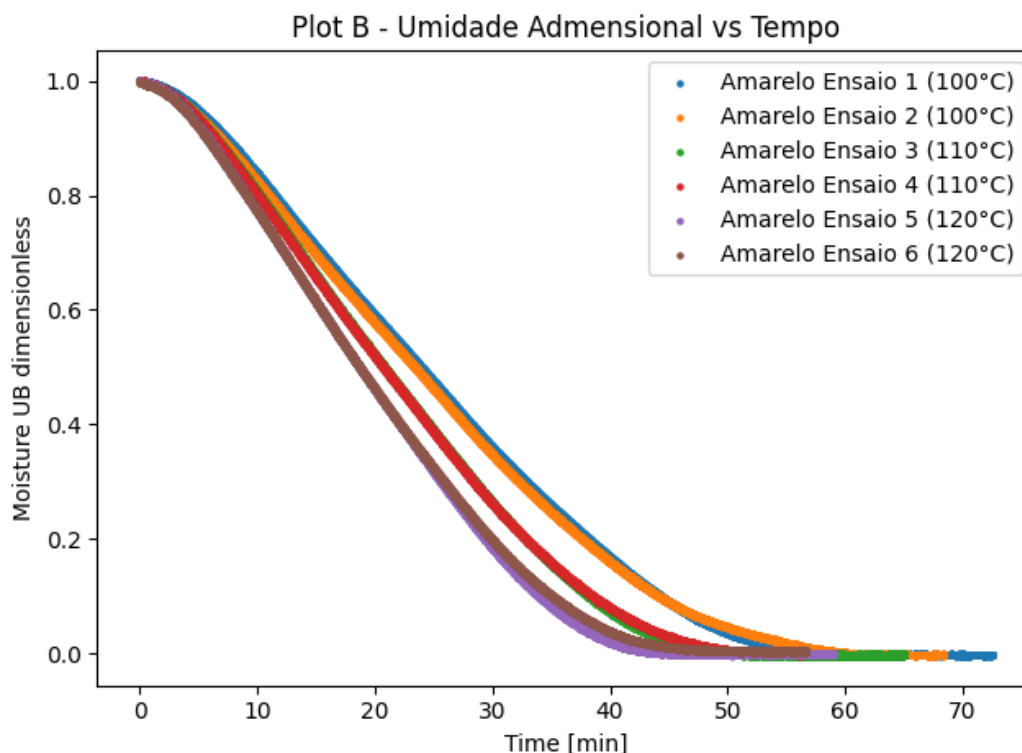
Figura 9 – Amostra de óxido de ferro preto após passar pela peneira

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

exibem o comportamento característico de um processo de secagem típico, com redução contínua da umidade até atingir valores próximos de zero e constantes.

As duplicatas apresentaram boa reprodutibilidade, com pequenas variações atribuídas às diferenças pontuais de massa inicial e à leve heterogeneidade das amostras. Tal concordância confirma a confiabilidade dos dados experimentais obtidos.

Conforme esperado, a elevação da temperatura resultou em um decréscimo no

Figura 10 – Umidade Adimensional em função Tempo da Secagem da Goethita

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

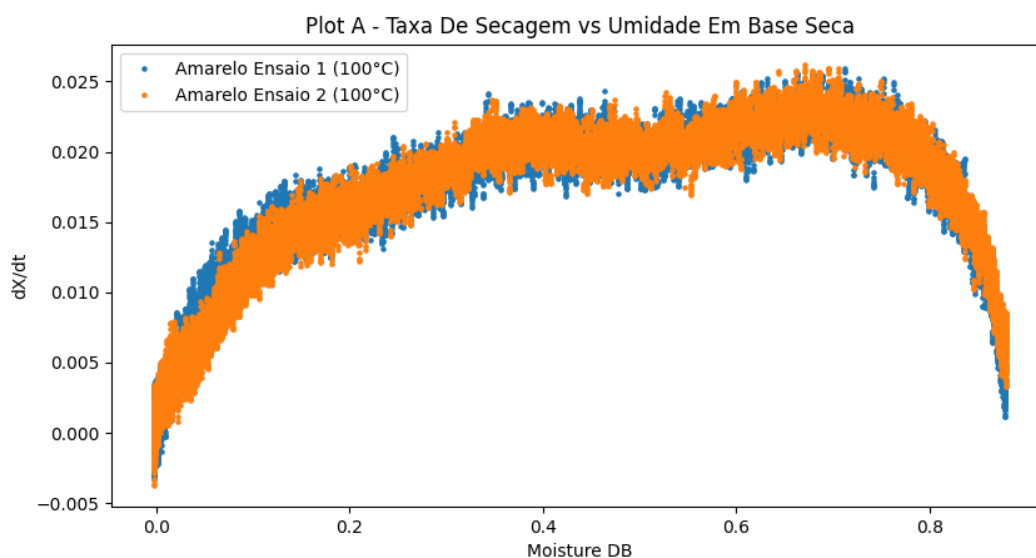
tempo necessário para atingir a umidade de equilíbrio. O tempo total de secagem até a umidade constante está apresentado Tabela 1, evidenciando uma clara influência da temperatura sobre a cinética do processo. Esse comportamento é explicado pelo aumento da diferença de temperatura entre o material e o ar, ampliando o gradiente de pressão de vapor de água entre a superfície do material e o ar de secagem, o que intensifica o fluxo de massa.

Tabela 1 – Resultados Experimentais da Secagem da Goethita: Tempos de secagem

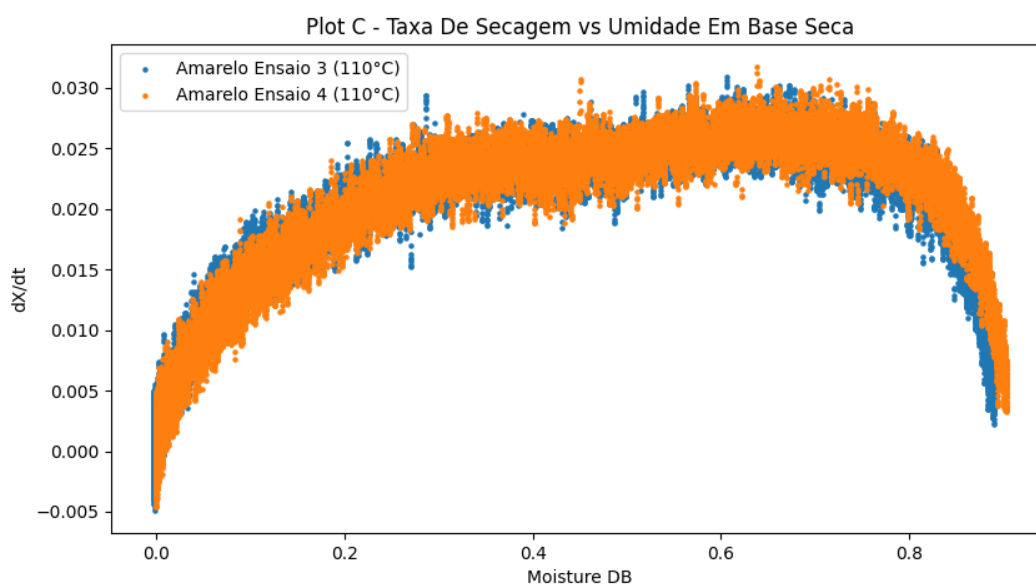
Temperaturas	Tempo até umidade estável
100°C	59 min
110°C	49 min
120°C	43 min

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

As Figuras 11, 12 e 13 apresentam as curvas de taxa de secagem em função da umidade, em base seca, da goethita submetida às temperaturas de 100, 110 e 120 °C, respectivamente. De acordo com a literatura clássica de secagem, o comportamento típico dessas curvas compreende um rápido aumento inicial da taxa, seguido por um período de

Figura 11 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 100°C

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

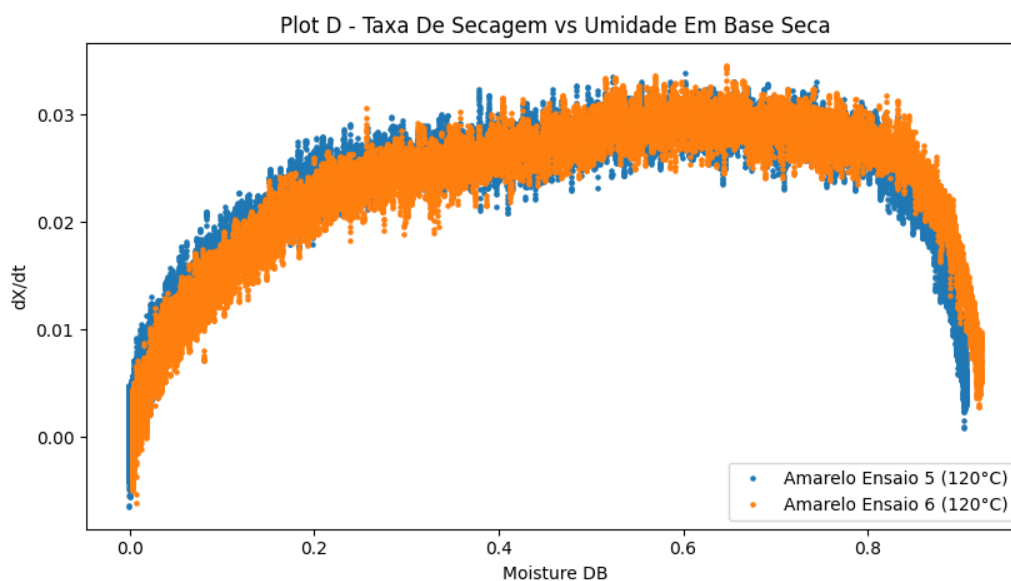
Figura 12 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 110°C

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

taxa constante, e posteriormente uma queda linear, até atingir um segundo período de taxa decrescente com velocidade distinta.

Entretanto, nas curvas obtidas experimentalmente observou-se um comportamento atípico: a presença de dois platôs, indicando dois períodos de taxa constante, quando o esperado seria a ocorrência de apenas um único período constante.

A hipótese levantada para explicar esse comportamento baseou-se na metodologia

Figura 13 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 120°C

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

experimental. Durante a condução dos ensaios, embora a operação de abertura da estufa tenha sido rápida, verificou-se que o equipamento apresentava uma perda momentânea de temperatura logo após a abertura da porta, com redução aproximada de 9 °C, conforme indicado pelo visor digital. Para recuperar rapidamente o setpoint, o controlador da estufa provavelmente aplicava uma ação proporcional acentuada, resultando em um ultrapasse da temperatura acima do valor programado.

Um estudo de Hidalgo (2025) demonstrou que, em experimentos similares conduzidos a temperaturas inferiores a 90 °C, esse comportamento não é observado, reproduzindo de forma mais fiel o que é reportado na literatura, sem a ocorrência de platôs no período de secagem constante decorrentes de oscilações térmicas.

Essa oscilação térmica inicial pode ter produzido um período artificial de taxa constante, não representativo da cinética real do processo de secagem. Dessa forma, considerou-se que o segundo platô observado corresponde de fato ao período constante verdadeiro, sendo esse o intervalo utilizado para determinar a taxa de secagem e a umidade crítica associada. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 2.

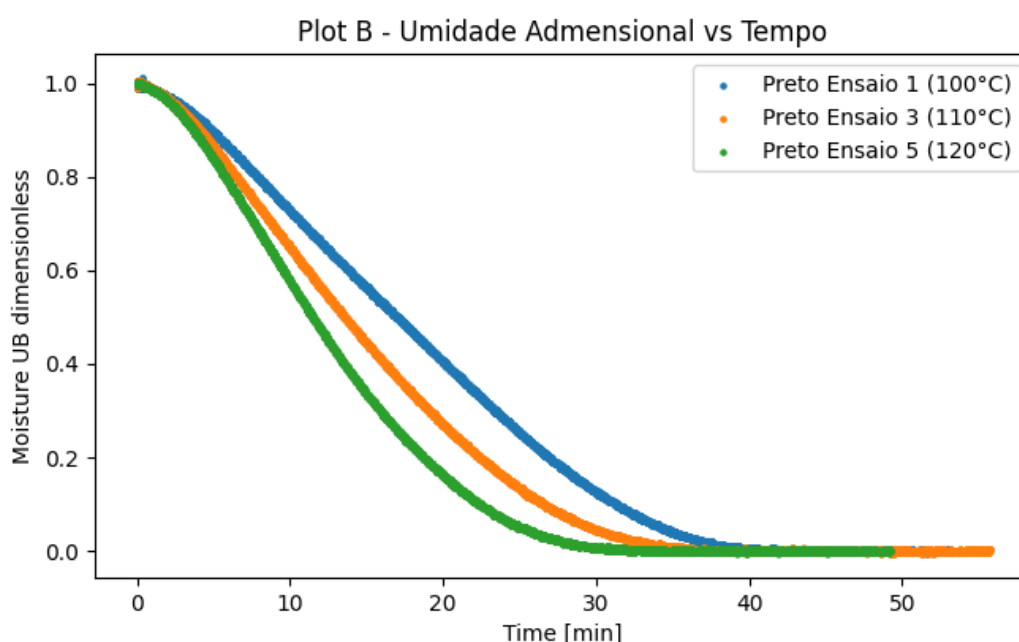
Os resultados mostram que as taxas de secagem seguem o comportamento esperado: temperaturas mais elevadas resultam em maiores taxas, enquanto temperaturas menores produzem menores taxas (KEEY, 2012). Além disso, a umidade crítica, parâmetro característico do material e independente da temperatura, manteve-se praticamente constante nos três ensaios, conforme previsto teoricamente.

Tabela 2 – Resultados Experimentais da Secagem da Goethita: Taxa de secagem no período constante e Umidade Crítica

Temperaturas	Taxa de secagem no período constante	Umidade Crítica
100°C	0,020 s ⁻¹	0,3
110°C	0,024 s ⁻¹	0,3
120°C	0,027 s ⁻¹	0,3

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

Figura 14 – Umidade adimensional em função Tempo da Secagem da Goethita



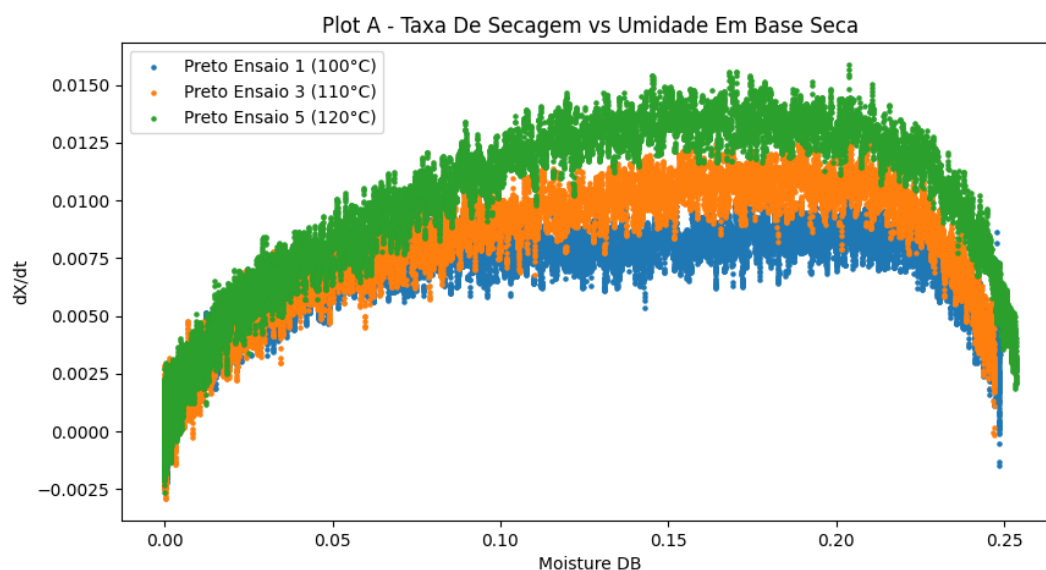
Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

4.4 Cinética de Secagem da Magnetita

Durante o procedimento de reumidificação da magnetita, verificou-se que a umidade correspondente ao ponto imediatamente anterior à perda de consistência do material, momento em que a amostra passa a apresentar comportamento de lama, foi de aproximadamente 0,25 kg de água por kg de massa seca. Assim, os ensaios subsequentes foram conduzidos utilizando amostras preparadas com essa umidade inicial.

Igualmente ao realizado para a goethita, foram geradas as respectivas curvas de secagem. A Figura 14 apresenta a curva de umidade adimensional em função do tempo, enquanto a Figura 15 reúne, em um único gráfico, os três ensaios de taxa de secagem em função da umidade, diferentemente do procedimento adotado para a goethita.

A análise da Figura 14 evidencia o comportamento típico de um processo de secagem conduzido em diferentes temperaturas. Observa-se que o aumento da temperatura reduz

Figura 15 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca da magnetita

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

o tempo necessário para que o material atinja a umidade de equilíbrio, comportamento amplamente descrito na literatura de secagem. Os tempos experimentais para atingir essa condição encontram-se apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Resultados Experimentais da Secagem da Magnetita: Tempos de secagem

Temperaturas	Tempo até a umidade estável
100°C	37 min
110°C	34 min
120°C	30 min

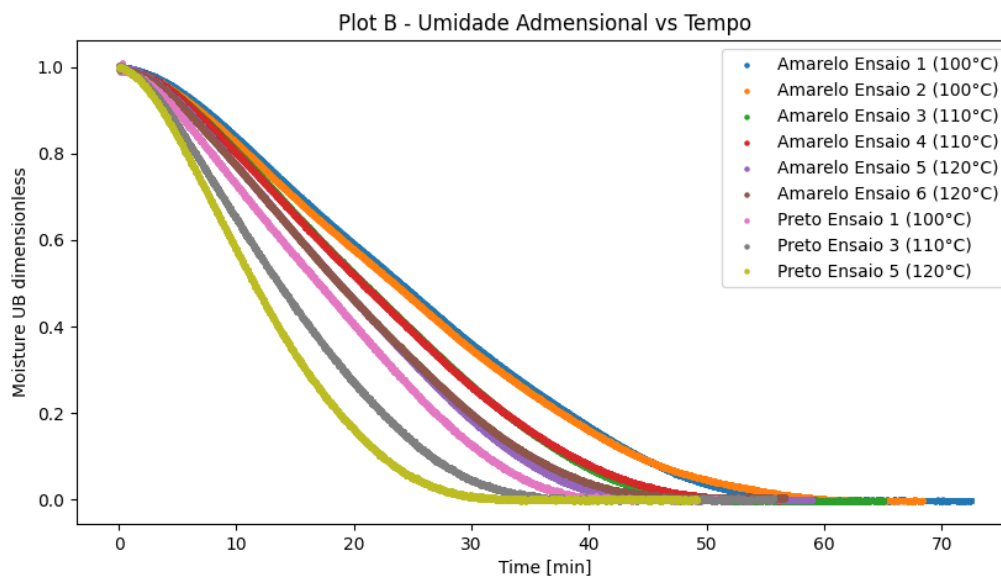
Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

De forma análoga ao caso anterior, a partir da Figura 15 foi possível determinar os valores da taxa de secagem no período constante e a umidade crítica correspondente para cada condição experimental. Esses resultados estão reunidos na Tabela 4.

Tabela 4 – Resultados Experimentais da Secagem da Magnetita: Taxa de secagem no período constante e Umidade Crítica

Temperaturas	Taxa de secagem no período constante	Umidade Crítica
100°C	0,0085 s ⁻¹	0,11
110°C	0,0115 s ⁻¹	0,11
120°C	0,0135 s ⁻¹	0,11

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

Figura 16 – Umidade adimensional em função do tempo: comparação entre materiais

Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

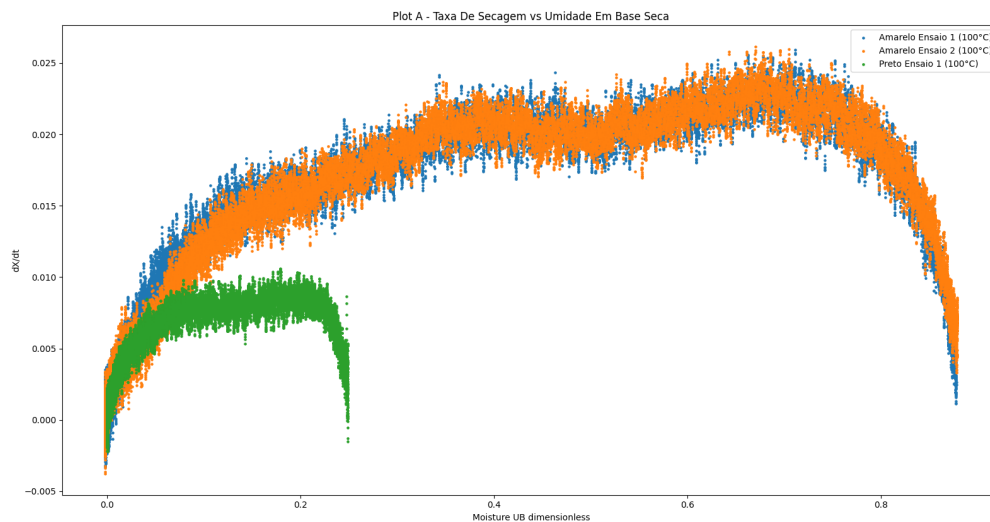
Os resultados obtidos indicam que as taxas de secagem apresentam a tendência prevista na literatura: condições de maior temperatura promovem velocidades de secagem superiores, enquanto temperaturas mais baixas resultam em velocidades menores. Observa-se também que a umidade crítica não foi influenciado pela temperatura de operação, permaneceu praticamente inalterada entre os três ensaios, em concordância com o comportamento teoricamente esperado.

4.5 Comparação das Secagens dos Materiais

A Figura 16 apresenta as curvas de umidade adimensional em função do tempo para todos os experimentos realizados. Observa-se claramente que a magnetita atinge a condição de umidade constante em um tempo significativamente menor, de aproximadamente 34 minutos, quando comparada à goethita. Isso indica que o óxido de ferro preto apresenta secagem facilitada em relação ao óxido de ferro amarelo. Este comportamento cinético acelerado é atribuído, às diferenças estruturais entre os minerais. A magnetita (Fe_3O_4) tipicamente possui água adsorvida por ligações superficiais mais fracas, resultando em um teor de umidade inicial e de equilíbrio mais baixo. Em contraste, a goethita ($\alpha\text{-FeOOH}$) é um oxihidróxido que contém água ligada quimicamente (hidroxila, exigindo maior energia e tempo para a desidroxilação e a remoção da umidade estrutural, o que se reflete em sua cinética de secagem mais lenta e maior umidade inicial.

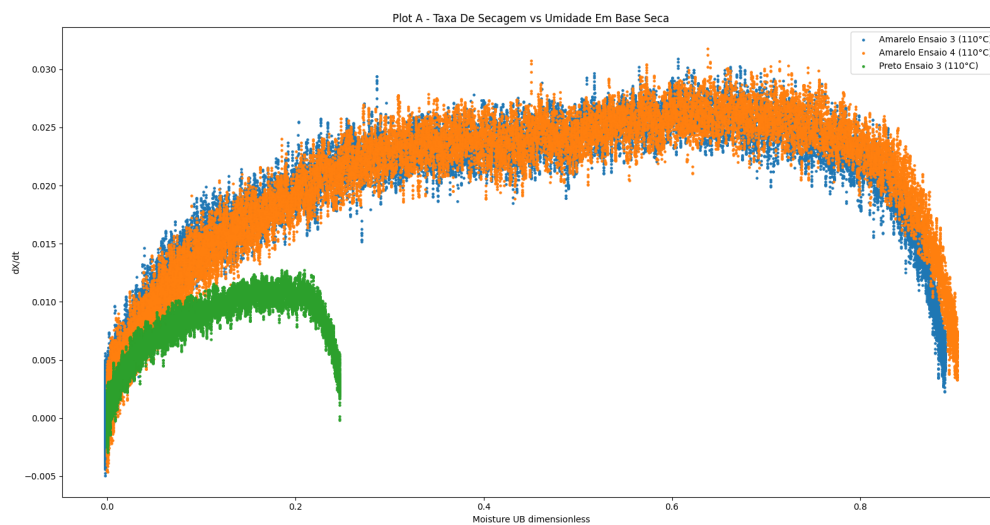
As Figuras 17, 18 e 19 apresentam a comparação entre as curvas de taxa de secagem em função da umidade em base seca para a goethita e a magnetita nas três

Figura 17 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 100°C: comparação entre materiais



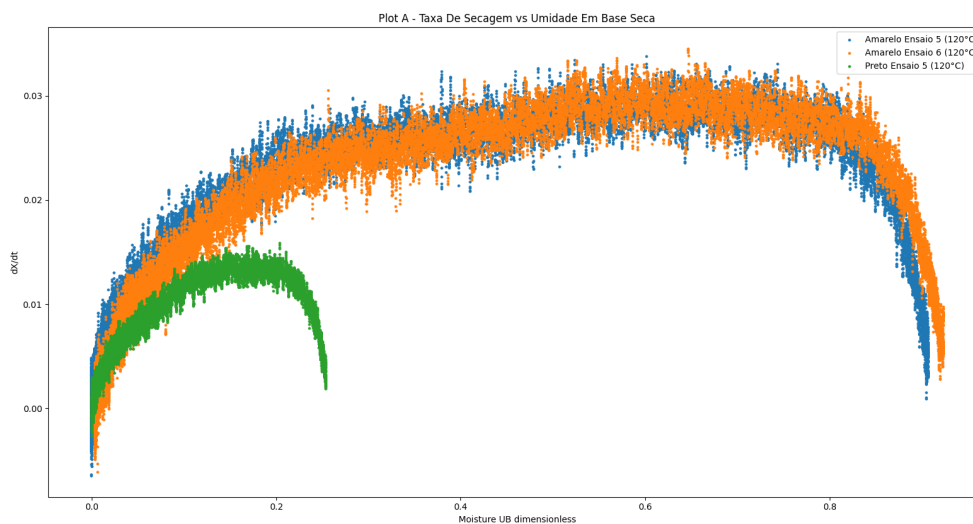
Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

Figura 18 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 110°C: comparação entre materiais



Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

Figura 19 – Taxa de secagem em função da umidade em base seca a 120°C: comparação entre materiais



Fonte: Elaborado pelo autor (2025)

temperaturas investigadas. Esses resultados reforçam a hipótese discutida no parágrafo anterior, relacionada à intensidade das interações entre a água e os materiais. Observa-se que, embora as amostras apresentem aspectos iniciais semelhantes, as curvas de taxa de secagem em função da umidade em base seca exibem diferenças significativas entre os dois óxidos. Nota-se que a curva correspondente à magnetita apresenta valores consideravelmente menores em ambos os eixos, embora mantenha um formato semelhante ao da goethita. Esse comportamento indica que, apesar das diferenças nas umidades iniciais, ambos os materiais percorrem as mesmas etapas características do processo de secagem.

Por fim, esses resultados constituem um ponto de partida robusto para a otimização do processo industrial de secagem dos diferentes óxidos de ferro. As informações obtidas podem subsidiar o dimensionamento de secadores com tempos de residência ajustados às características particulares de cada material, contribuindo para a definição de condições operacionais mais eficientes e energeticamente adequadas.

5 Conclusões

O presente Trabalho de Conclusão de Curso atingiu seu objetivo principal ao levantar e analisar a cinética de secagem dos pigmentos de óxido de ferro amarelo (goethita, α -FeOOH) e preto (magnetita, Fe_3O_4), fornecendo dados quantitativos sob condições laboratoriais controladas.

A análise gravimétrica em estufa permitiu obter curvas cinéticas nas diferentes temperaturas, essenciais para compreender os mecanismos de secagem do material. Os principais resultados obtidos demonstram que:

- **Influência Estrutural:** As diferenças de secagem entre os óxidos decorrem de suas estruturas cristalográficas. A magnetita, por ser um óxido anidro e compacto, retém pouca água, enquanto a goethita, um oxihidróxido, possui grupos hidroxila que favorecem maior interação com a umidade (AQUINO, 2007)(ORTIZ, 2002).
- **Cinética da Goethita:** Na goethita, o aumento da temperatura acelerou a secagem, reduzindo o tempo total de cerca de 59 minutos a 100 °C para 43 minutos a 120 °C, como esperado pelo maior gradiente de pressão de vapor.
- **Cinética da Magnetita:** Para a magnetita (Fe_3O_4), Observou-se uma secagem rápida, com equilíbrio atingido em cerca de 34 minutos, coerente com sua estrutura anidra e compacta, que retém pouca água.
- **Comparação Cinética (Magnetita vs. Goethita):** A magnetita demonstrou um processo de secagem mais rápido, atingindo a umidade de equilíbrio em um tempo significativamente menor que a goethita. Esta rápida cinética confirma a magnetita como um pigmento que exige menor gasto energético e menor tempo de residência nos secadores industriais, comparativamente à goethita.

Em suma, este trabalho evidencia a importância de ajustar os parâmetros de secagem de acordo com a composição mineralógica, a fim de otimizar o processo e garantir a qualidade do produto final.

Como trabalhos futuros, recomenda-se aplicar modelos matemáticos de secagem aos dados experimentais, realizar ensaios em temperaturas mais elevadas para correlacionar a cinética laboratorial com a operação industrial e repetir os testes da magnetita para verificar a reprodutibilidade. Sugere-se também mapear a temperatura durante o processo por meio de termopar, visando melhor compreender sua influência na cinética de secagem.

6 Referências

AQUINO, A. J. A. Quantum chemical adsorption studies on the (110) surface of the mineral goethite. *Journal of Physical Chemistry C*, v. 111, n. 2, p. 877–885, 2007. Citado 3 vezes nas páginas 13, 27 e 37.

BAPTISTA, N. P. *Investigação das características físicas, químicas e cristalográficas de óxidos de ferro produzidos por nucleação primária heterogênea*. Dissertação (Dissertação de Mestrado) — Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT), São Paulo, 2010. Citado 2 vezes nas páginas 10 e 18.

BENNETCH, R. *Synthetic Iron Oxides for Pigments*. New York: McGraw-Hill, 1947. Citado 2 vezes nas páginas 17 e 18.

CARDOZO, E. S.; VITER, G. H. A gênese hidrotermal dos megacristais de magnetita no magnetita granito, terreno pelotas (rs). *Anais do ... (Documento base UFPel)*, 2025. Citado na página 13.

CORNELL, R. M.; SCHWERTMANN, U. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. 2. ed. Weinheim: Wiley-VCH, 1996. Citado 2 vezes nas páginas 15 e 16.

CORNELL, R. M.; SCHWERTMANN, U. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. 2. ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2003. Citado na página 13.

DOUGLAS, S. *Goethite*. n.d. Disponível em: <<https://www.britannica.com/science/goethite>>. Citado 2 vezes nas páginas 12 e 13.

DUNLOP, D. J.; ÖZDEMİR, O. *Rock magnetism: Fundamentals and frontiers*. Cambridge University Press, 1997. Citado na página 13.

FIREMAN, F. Production of synthetic iron oxides. *Industrial & Engineering Chemistry*, v. 28, n. 5, p. 560–567, 1936. Citado na página 17.

FURTADO, M. d. C. *Secagem de minério de ferro em vagões e pilha: experimentos e simulação computacional*. Tese (Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia)) — Universidade Federal do Pará, Belém, PA, 2023. Citado na página 21.

GEANKOPLIS, C. J. *Transport Processes and Separation Process Principles (Includes Unit Operations)*. 4. ed. Upper Saddle River: Prentice Hall, 2003. Citado 2 vezes nas páginas 10 e 20.

HABERLAND, H. *Synthesis of Iron Oxide Pigments*. Berlin: Springer, 1930. Citado na página 17.

HANDBOOK OF MINERALOGY. *Goethite, α -FeO(OH)*. 2006. Disponível em: <<http://www.handbookofmineralogy.org/pdfs/goethite.pdf>>. Citado na página 13.

- HIDALGO, L. F. *Secagem convectiva de minério de manganês*. Tese ((Doutorado em Engenharia Química)) — Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2025. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Citado na página 31.
- HOLST, A.; BJÖRNED, T. Hydrothermal synthesis of magnetite pigments. *Acta Chemica Scandinavica*, v. 4, p. 561–569, 1950. Citado na página 18.
- HUND, F. *Iron Oxide Pigments: Manufacture and Properties*. Düsseldorf: Verlag Chemie, 1954. Citado na página 18.
- INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS (USP). *Magnetita*. 2025. Disponível em: <<https://didatico.igc.usp.br/minerais/oxidos-hidroxidos/magnetita/>>. Citado na página 13.
- JIEYA, P. *Explorando o mundo da magnetita: propriedades, usos e localidades deste mineral fascinante*. 2024. Disponível em: <<https://jieyatwinscrew.com/pt/blog/propriedades-especiais-da-magnetita/>>. Citado na página 13.
- KEEY, R. B. Principles, classification, and selection of dryers. In: MUJUMDAR, A. S. (Ed.). *Handbook of Industrial Drying*. 4. ed. Boca Raton: CRC Press, 2012. p. 3–47. Citado 4 vezes nas páginas 18, 19, 20 e 31.
- B. LAUX. *Black Iron Oxide Pigments via FeCl₂ Addition*. 1925. 432004. Citado na página 17.
- LAUX, B. *Process for Producing Iron Oxide Pigments*. 1925. German Patent DE428635. Citado na página 17.
- B. LAUX. *Yellow Iron Oxide Pigments via AlCl₃ Catalysis*. 1925. 433109. Citado na página 17.
- LIU, Z. P. et al. Scale-up of paddle dryer based on experimental drying kinetics data. *Drying Technology*, v. 40, n. 6, p. 1230–1242, 2022. Citado na página 10.
- LUZ, G. E.; DUTRA, R. P.; HOTZA, D. incorporação de resíduo de galvanoplastia na produção de pigmentos inorgânicos. *Universidade Federal de Santa Catarina (Dissertação de Mestrado)*, 2002. Citado na página 21.
- MARSH, J. *Pigment Properties and Production*. London: Edward Arnold, 1947. Citado na página 18.
- MINERALOGY DATABASE. *Goethite Mineral Data*. 2010. Disponível em: <<https://webmineral.com/data/Goethite.shtml>>. Citado na página 12.
- MINERALOGY DATABASE. *Magnetita Mineral Data*. 2010. Disponível em: <<https://webmineral.com/data/Magnetite.shtml>>. Citado na página 14.
- MUSEU DE ROCHAS E MINERAIS DA UFRRJ. *Magnetita (Magnetite)*. 2025. Disponível em: <<https://laboratorios.ufrj.br/mineraiserochas/magnetita/>>. Citado na página 13.
- NOPONEN, J. Thermal behavior of iron sulfates. *Acta Chemica Scandinavica*, v. 1, p. 78–84, 1947. Citado na página 16.

- ORTIZ, N. *Estudo da utilização de magnetita como material adsorvedor dos metais Cu, Pb, Ni e Cd em solução*. Tese (Tese (Doutorado em Engenharia Química)) — Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002. Citado 3 vezes nas páginas 14, 27 e 37.
- H. PENNIMAN M. ZOPH. *Process for the Manufacture of Ferric Oxide Pigments*. 1917. 1219189. Citado na página 18.
- H. PENNIMAN M. ZOPH. *Production of Goethite Pigments*. 1920. 1329897. Citado na página 18.
- PERRY (Ed.). *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. 9. ed. New York: McGraw-Hill Education, 2019. ISBN 978-0-07-183408-7. Citado na página 21.
- PETZEL, W. Thermal decomposition of ferrous sulfate. *Zeitschrift für Anorganische Chemie*, v. 270, p. 112–118, 1952. Citado na página 16.
- SHARAN, C.; KHANDELWAL, P.; PODDAR, P. The mechanistic insight into the biomilling of goethite (α -Fe(OH)) nanorods using the yeast *Saccharomyces cerevisiae*. *RSC Advances*, v. 5, p. 91785–91794, 2015. Citado na página 12.
- SMITH, H. Reactions of iron sulfate in thermal processes. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 24, p. 412–419, 1941. Citado na página 16.
- STUNDA-ZUJEVA, A.; IRBE, Z.; BERZINA-CIMDINA, L. Controlling the morphology of ceramic and composite powders obtained via spray drying - A review. *Ceramics International*, Elsevier, v. 43, p. 11543–11551, 2017. Citado na página 21.
- ULLMANN, F. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 5. ed. Weinheim: Wiley-VCH, 1998. Citado 2 vezes nas páginas 15 e 16.
- VIANA, L. V.; BICALHO, T. C.; GOULART, E. P. Influência do alumínio sobre as transformações magnetita \rightarrow maghemita \rightarrow hematita. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 12, n. 3, p. 217–224, 1988. Citado na página 14.
- WEBMINERAL. *Physical properties of goethite (FeO(OH))*. 2025. Disponível em: <<https://webmineral.com/data/Goethite.shtml>>. Citado na página 13.
- WEISE, E. Studies on the copperas process for iron oxide pigments. *Journal für Praktische Chemie*, v. 155, p. 233–241, 1929. Citado na página 16.
- WESTERHAUS, A.; GANTER, G.; BUXBAUM, G. Manufacture of iron oxide pigments by the laux process. In: *Pigment Handbook*. [S.l.: s.n.], 1987. v. 1, p. 105–121. Citado na página 17.