



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E RECURSOS NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM EXPLORAÇÃO
PETROLÍFERA E MINERAL

**EFICIÊNCIA DA LOGÍSTICA REVERSA NO BENEFICIAMENTO DO RESÍDUO DE
CAULIM DA PROVÍNCIA PEGMATÍTICA DA BORBOREMA PB/RN, EM UNIDADE
PILOTO DE HIDROCICLONAGEM**

Adriano Peixoto Leandro

Campina Grande - PB

2019



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E RECURSOS NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM EXPLORAÇÃO
PETROLÍFERA E MINERAL**

**EFICIÊNCIA DA LOGÍSTICA REVERSA NO BENEFICIAMENTO DO RESÍDUO DE
CAULIM DA PROVÍNCIA PEGMATÍTICA DA BORBOREMA PB/RN, EM UNIDADE
PILOTO DE HIDROCICLONAGEM**

Adriano Peixoto Leandro

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Exploração Petrolífera e Mineral, Unidade Acadêmica de Mineração e Geologia, da Universidade Federal de Campina Grande, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Exploração Petrolífera e Mineral.

Orientador: Prof. Dr. Elbert Valdiviezo Viera

Campina Grande - PB

2019

L437e Leandro, Adriano Peixoto.

 Eficiência da logística reversa no beneficiamento do resíduo de caulim da Província Pegmatítica da Borborema PB/RN, em unidade piloto de hidrociclonagem / Adriano Peixoto Leandro. – Campina Grande, 2019.

 80 f. : il. color.

 Dissertação (Mestrado em Exploração Petrolífera e Mineral) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2019.

 "Orientação: Prof. Dr. Elbert Valdiviezo Viera".

 Referências.

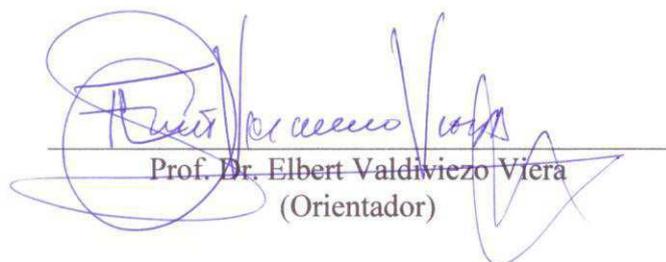
 1. Dispersão de partículas. 2. Hidrociclonagem. 3. Província Pegmatítica da Borborema. 4. Resíduo de caulim. I. Viera, Elbert Valdiviezo. II. Título.

CDU 553.612(043)

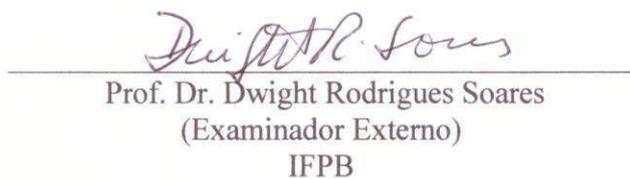
EFICIÊNCIA DA LOGÍSTICA REVERSA NO BENEFICIAMENTO DO RESÍDUO DE
CAULIM DA PROVÍNCIA PEGMATÍTICA DA BORBOREMA PB/RN, EM UNIDADE
PILOTO DE HIDROCICLONAGEM

ADRIANO PEIXOTO LEANDRO

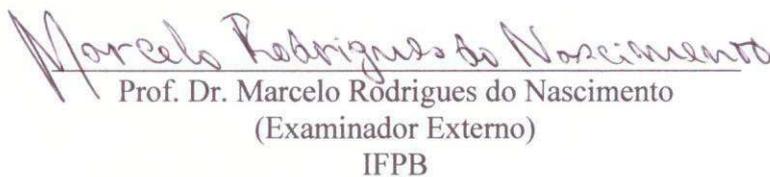
Dissertação Aprovada em 28/02/2019 pela banca examinadora constituída dos seguintes
membros:



Prof. Dr. Elbert Valdiviezo Viera
(Orientador)



Prof. Dr. Dwight Rodrigues Soares
(Examinador Externo)
IFPB



Prof. Dr. Marcelo Rodrigues do Nascimento
(Examinador Externo)
IFPB

Campina Grande - PB

2019

Aos meus pais Osvaldo André e Francisca Leandro pelo amor e dedicação, principalmente, na minha educação; a minha esposa Andressa Leandro e filhos Adriano José e Amanda Leandro pela ajuda direta e indireta nessa tarefa nada fácil que é a obtenção desse título.

DEDICO....

AGRADECIMENTOS

A Deus por tudo.

A minha família pelo apoio, incentivo, amor, carinho, cuidado.....

Ao professor Dr. Elbert Valdiviezo, Pela orientação, amizade e momentos de ensinamentos, que não foram poucos.

A coordenação e secretaria da Pós-Graduação em exploração petrolífera e mineral em nome do Professor Dr. Harrizon Lima e da secretária Liana Bastos.

Aos colegas da secretaria do curso de graduação em Engenharia de Minas, principalmente ao Roberto e Ítalo, pelo incentivo e pelas risadas nos momentos de descontração.

Aos docentes do Programa da Pós-Graduação pelos ensinamentos.

Ao IFPB, *campus* Campina Grande, por ter cedido a estrutura dos laboratórios para a realização dos ensaios de hidrociclonagem e dispersão da caulinita.

Ao amigo e técnico em laboratório do IFPB Lucio Luiz pela solidariedade prestada.

A banca examinadora que com muito esmero aceitou contribuir e dividir seus conhecimentos.

E a todos os colegas e amigos que de maneira direta ou indireta, também contribuíram para esta conquista.

À Empresa MJ Silva Ltda, localizada na cidade de Equador-RN por ter disponibilizado o resíduo de caulim.

EFICIÊNCIA DA LOGÍSTICA REVERSA NO BENEFICIAMENTO DO RESÍDUO DE CAULIM DA PROVÍNCIA PEGMATÍTICA DA BORBOREMA PB/RN, EM UNIDADE PILOTO DE HIDROCICLONAGEM

RESUMO

Dentre os minerais da Província Pegmatítica da Borborema PB/RN destaca-se a caulinita, um argilomineral, que em geral possui cor branca e diversas aplicações, principalmente na produção de papel, cerâmica, tintas e outras. Nos processos de extração e beneficiamento são gerados mais de 70% de resíduos, os quais ainda contêm porcentagens relevantes de caulinita. O presente trabalho objetivou o estudo em escala piloto da concentração do concentrado de caulinita em hidrociclone e dispersão das polpas de caulinita em ensaios de laboratório. A finalidade foi recuperar, através do princípio da logística reversa, o concentrado de caulinita presente nesses resíduos. Os principais parâmetros estudados nos ensaios de hidrociclonagem foram: abertura do ápex, diâmetro do vortex finder, vazão, pressão na alimentação da polpa e porcentagem de sólidos. Os ensaios de dispersão em laboratório foram realizados em um agitador mecânico de até 5.000 rpm e um bequer com capacidade de 500 mL, utilizando-se da Lei de Stokes para determinar o grau de dispersão. Empregando-se como reguladores de pH: ácido clorídrico, hidróxido de sódio, carbonato de sódio e óxido de cálcio. Como dispersantes: hexametáfosfato de sódio e silicato de sódio. Os parâmetros estudados foram: pH da polpa, velocidade e tempo de agitação, tempo de condicionamento, porcentagem de sólidos, tipo e concentração dos dispersantes. Os melhores resultados de hidrociclonagem foram obtidos com os seguintes parâmetros: abertura do ápex em 12 mm, diâmetro do vortex finder em 25 mm, porcentagem de sólidos em 20%, e vazão de alimentação de 5.664,57 L.h⁻¹. Nessas condições, foi obtida a eficiência de classificação de mais de 99,0% de partículas menores que 200 µm (0,074 mm) presentes no overflow. Os melhores resultados dos ensaios de dispersão em laboratório foram obtidos em: pH 9,0, velocidade de agitação de 750 rpm, tempo de agitação e tempo de condicionamento de 2,0 e 7,0 min, respectivamente e porcentagem de sólidos de 35%. O ensaio de hidrociclonagem com as melhores condições operacionais e com ajuste de pH obteve uma eficiência de classificação de mais de 90,0% de partículas menores que 200 µm e mais de 79% de partículas menores que 325 µm (0,044 mm) no overflow. A caracterização química e mineralógica através da fluorescência de raios X (FRX) e da difração de raios X (DRX), respectivamente, confirmaram a presença do concentrado de caulinita no resíduo estudado, com teores de 59,8 % de SiO₂ e 39,9% de Al₂O₃. Com relação a eficiência do hidrociclone, a recuperação mássica foi de 78,8%, confirmando assim, que o hidrociclone é um equipamento eficiente na classificação do concentrado de caulinita. O grau de dispersão das partículas de caulinita é influenciado significativamente pelo pH do meio e a porcentagem de sólidos da polpa. Com relação aos reguladores de pH, o óxido de cálcio foi o que mais afetou o grau de dispersão em comparação aos outros aditivos usados. A utilização de dispersantes químicos tais como hexametáfosfato de sódio e silicato de sódio mostrou-se pouco eficiente em relação ao aumento do grau de dispersão de partículas de caulinita.

Palavras-chave: Dispersão de partículas. Hidrociclonagem. Província Pegmatítica da Borborema. Resíduo de caulim.

EFFICIENCY OF REVERSE LOGISTICS IN THE KAOLIN WASTE PROCESSING OF PEGMATITIC ORE FROM THE PROVINCE OF BORBOREMA PB/RN, IN HYDROCYCLING PILOT UNIT

ABSTRACT

Among the minerals in the Borborema Pegmatitic Province stands out kaolinite, a clay mineral, which usually has white color and several applications, mainly in the production of paper, ceramics, paints and others. In the extraction and improvement processes, more than 70% of the residues are generated, which still contain relevant percentages of kaolinite. The objective of this study was to study the concentration of kaolinite concentrate in hydrocyclone and the dispersion of kaolinite pulps in laboratory tests. The purpose of this study was to recover the kaolinite concentrate present in these residues through the reverse logistics principle. The main parameters studied in the hydrocyclone lab tests were: Aperture of the apex, vortex finder diameter, flow rate, pressure in pulp feed and percentage of solids. The laboratory dispersion tests were performed on a mechanical stirrer of up to 5,000 rpm and a beaker with a capacity of 500 mL and using Stokes's Law to determine the degree of dispersion. Using as pH regulators: hydrochloric acid, sodium hydroxide, sodium carbonate and calcium oxide. As dispersants: sodium hexametaphosphate and sodium silicate. The parameters studied were: pulp pH, speed and agitation time, conditioning time, percentage of solids, type and concentration of dispersants. The best hydrocyclone results were obtained with the following parameters: the opening of the apex in 12 mm, the diameter of the vortex finder in 25 mm, the percentage of solids in 20%, and the feed flow of 5,664.57 L.h⁻¹. Under these conditions, the classification efficiency of more than 99.0% of particles smaller than 200 μm (0.074 mm) present in the overflow was obtained. The best results of the laboratory dispersion tests were obtained in: pH 9.0, agitation speed of 750 rpm, agitation time and conditioning time of 2.0 and 7.0 min, respectively, and percentage of solids of 35%. The hydrocyclone test with the best operating conditions and with pH adjustment obtained a classification efficiency of more than 90.0% of particles smaller than 200 μm and more than 79% of particles smaller than 325 μm (0.044 mm) in the overflow. (XRD) and X-ray diffraction (XRD), respectively, confirmed the presence of kaolinite concentrate in the studied waste, with contents of 59.8% SiO₂ and 39.9% of Al₂O₃. Regarding the efficiency of the hydrocyclone, the mass recovery was 78.8%, thus confirming that hydrocyclone is an efficient equipment in the classification of kaolinite concentrate. The dispersion gradient of kaolinite particles is significantly influenced by the medium and percentage of pulp solids. Regarding pH regulators, calcium oxide was the one that mostly affected the degree of dispersion compared to the other additives used. The use of chemical dispersants such as sodium hexametaphosphate and sodium silicate was poorly efficient in relation to the increased degree of dispersion of kaolinite particles.

Keywords: Particle dispersion. Hydrocyclone. Pegmatitic Province of Borborema. Kaolin waste.

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	15
1. INTRODUÇÃO.....	15
1.1 Objetivo geral	18
1.2 Objetivos específicos	18
CAPÍTULO II	19
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 Pegmatitos	19
2.1.2 Pegmatitos brasileiros.....	20
2.1.2.1 Província Pegmatítica da Borborema	21
2.2 Argilominerais	22
2.3 Caulim	24
2.3.1 Geologia dos depósitos de caulim	25
2.3.2 Aspectos mineralógicos e químicos dos caulins.....	26
2.3.3 Estrutura cristalina da caulinita	28
2.3.4 Lavra e beneficiamento do caulim.....	29
2.3.4.1 Lavra	29
2.3.4.2 Beneficiamento	31
2.4 Logística Reversa	31
2.5 Hidrociclones.....	32
2.5.1 Vazão da polpa	34
2.5.2 Influência da abertura do ápex	34
2.5.3 Influência do diâmetro do vortex finder	35
2.5.4 Pressão de alimentação	35
2.5.5 Distribuição granulométrica	36
2.6 Dispersão de partículas.....	36
2.6.1 Dupla Camada Elétrica (DCE)	37
2.6.2 Potencial Zeta	38
2.6.3 Forças de atração de Van der Waals.....	38
2.6.4 Teoria DLVO.....	39
2.7 Sedimentação - Lei de Stokes.....	41

2.8 Ensaio de caracterização	41
2.9 Balanço de massa.....	42
CAPÍTULO III	44
3. MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1 Materiais	44
3.2 Métodos	45
3.2.1 Pesquisa bibliográfica.....	45
3.2.2 Visitas de campo.....	45
3.2.3 Amostragem e preparação	45
3.2.4 Ensaio na unidade piloto de hidrociclonagem	45
3.2.4.1 Ensaio de vazão da polpa	46
3.2.4.2 Ensaio de granulometria.....	47
3.2.5 Ensaio de caracterização	48
3.2.5.1 Fluorescência de Raios X	48
3.2.5.2 Difração de Raios X	49
3.2.6 Ensaio de dispersão com a caulinita	49
3.2.6.1 Ajuste do pH da polpa	51
3.2.6.2 Porcentagem de sólidos da polpa.....	52
3.2.6.3 Velocidade de agitação e o tempo de condicionamento.....	52
3.2.6.4 Efeito de dispersantes químicos	52
CAPÍTULO IV.....	53
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	53
4.1 Ensaio de hidrociclonagem	53
4.1.1 Ensaio da vazão da polpa	53
4.1.1.1 Efeito da abertura do ápex	53
4.1.1.2 Efeito do diâmetro do vortex finder	56
4.1.2 Influência da análise granulométrica.....	57
4.1.2.1 Na alimentação	57
4.1.2.2 No overflow	58
4.1.3 Influência da porcentagem de sólidos	59
4.2 Caracterização	61
4.2.1 Análise química	61

4.2.2 Análise mineralógica	62
4.2.3 Balanço de massa.....	63
4.3 Ensaio de dispersão	64
4.3.1 Efeito do pH na dispersão da caulinita	64
4.3.2 Efeito da porcentagem de sólidos na dispersão da caulinita	66
4.3.3 Efeito da velocidade de agitação	67
4.3.4 Efeito do tempo de condicionamento da polpa	67
4.3.5 Efeito de dispersantes químicos	68
4.4 Ensaio de hidrociclonagem realizados com a aplicação das melhores condições do processo	68
4.4.1 Resultados da eficiência de classificação obtidos na unidade piloto de hidrociclonagem	69
CAPÍTULO V	71
5. CONCLUSÕES	71
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	73
7. REFERÊNCIAS	74
ANEXOS	80
ANEXO A - Efeito da dispersão da caulinita utilizando dispersantes químicos	80
ANEXO B - Eficiência da dispersão da caulinita com o efeito do pH	80

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Vista aérea das instalações da empresa MJ Silva Ltda, em destaque as pilhas de resíduos (Google Earth, 2018).....	17
Figura 2 - Imagem de pegmatitos da ocorrência Galo Brando - PB.....	19
Figura 3 - Províncias Pegmatíticas do Brasil modificado (PAIVA,1946 <i>apud</i> SOUZA ,1999)	20
Figura 4 - Estratigrafia do pré-cambriano do sul do Rio Grande do Norte e da parte central da Paraíba (DANTAS e CAULA,1982 <i>apud</i> KUMAYAMA, 2007)	21
Figura 5 - Uso industrial do caulim (SANTOS, 1975)	25
Figura 6 - Mapa geológico em destaque o perfil do croqui do caulim Galo Branco, Equador-RN, (ANGELIM <i>et al.</i> 2004 <i>apud</i> SILVA <i>et al.</i> , 2010).....	26
Figura 7 - Representação esquemática da estrutura da caulinita (MAIA, 2011 <i>apud</i> SANTOS <i>et al.</i> , 2013).....	29
Figura 8 - Mina de extração de caulim (A), bancada de extração de caulim (B) (SAMPAIO, LUZ e LINS, 2007)	30
Figura 9 - Extração de caulim: A) extração manual, B) extração manual e mecanizada, Galo Branco, Município de Equador-RN.....	30
Figura 10 - Fluxograma simplificado do beneficiamento de caulim na empresa MJ Silva	31
Figura 11 - Fluxo da logística reversa nas baterias Moura (OZIAS, 2017)	32
Figura 12 – Fluxos do hidrociclone (AKW, 2018)	33
Figura 13 - Partes de um hidrociclone	34
Figura 14 - Tipos de descarga do underflow no hidrociclone, (SOLBERG, 1969)	35
Figura 15 - Esquema modificado da dupla camada elétrica de uma partícula mineral em uma solução aquosa (FREIRE, 1985 <i>apud</i> SILVA, 2002)	37
Figura 16 - Diagrama da teoria DLVO clássico, contendo as curvas de energia de interação repulsiva, atrativa e total, em função da distância entre partículas_(Modificada de FREIRE, 1985 <i>apud</i> SILVA, 2002; OLIVEIRA e TOREM, 1998).	40
Figura 17 - Unidade piloto portátil de hidrociclonagem no Laboratório de Tratamento de Minérios do IFPB, <i>Campus</i> Campina Grande.....	46

Figura 18 - Válvulas de operação da unidade piloto de hidrociclonagem do IFPB, <i>Campus Campina Grande</i>	47
Figura 19 - Sistema de peneiramento a úmido, desenvolvido pelo autor.....	48
Figura 20 - Ensaio de dispersão pela Lei de Stokes.....	49
Figura 21 - Rota dos ensaios de dispersão das partículas de caulinita	51
Figura 22 - Ensaio de hidrociclonagem, em destaque a descarga, do underflow, em formato de um cone de pequeno ângulo	55
Figura 23 - Curva granulométrica da alimentação do hidrociclone	57
Figura 24 - Curva granulométrica do overflow do hidrociclone.....	58
Figura 25 - Influência da porcentagem de sólidos sobre a fração do overflow do hidrociclone	59
Figura 26 - Difratomogramas de amostras do resíduo de caulim na alimentação e no overflow do hidrociclone	62
Figura 27 - Difrátograma da amostra do resíduo de caulim no produto do underflow do hidrociclone.....	63
Figura 28 - Efeito do pH sobre a porcentagem de dispersão da caulinita	64
Figura 29 - Influência do pH versus potencial zeta de um caulim da Província Pegmatítica da Borborema PB/RN (SILVA <i>et al.</i> , 2006)	65
Figura 30 - Influência do tipo de regulador do pH sobre a dispersão da caulinita, mantendo-se constante o pH em 9,0	66
Figura 31 - Influência da porcentagem de sólidos na dispersão da caulinita	66
Figura 32 - Influência da velocidade de agitação na dispersão da caulinita.....	67
Figura 33 - Efeito do tempo de agitação da polpa na dispersão da caulinita.	68
Figura 34 - Eficiência da classificação da caulinita em planta piloto de hidrociclonagem com as melhores condições obtidas em laboratório	69
Figura 35 - Eficiência de classificação da caulinita no overflow em unidade piloto de hidrociclonagem, ajustando-se o pH da polpa.....	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Família dos argilominerais (SANTOS, 1975).....	23
Tabela 2 - Principais propriedades do caulim / caulinita (Biblioteca Espectral de Minerais) .	24
Tabela 3 - Análise química e mineralógica de caulins brasileiros (WILSON, SANTOS e SANTOS, 1998)	28
Tabela 4 - Ensaios de hidrociclonagem com diferentes diâmetros de ápex	54
Tabela 5 - Ensaios realizados com variação do diâmetro do vortex finder	56
Tabela 6 - Parâmetros operacionais dos melhores resultados alcançados nos ensaios realizados na planta piloto de hidrociclonagem	60
Tabela 7 - Composição química por FRX do resíduo de caulim	61
Tabela 8 - Balanço de massa	63
Tabela 9 - Parâmetros operacionais das melhores condições obtidas nos ensaios preliminares de hidrociclonagem e em escala de laboratório	69

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Al₂O₃ - Óxido de alumínio

By Pass - Válvula de alívio

CaO - Óxido de cálcio

CONAMA - Conselho Nacional de Meio Ambiente

CPRM - Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais

DRX - Difração de raios X

EPI - Equipamentos de Proteção Individual

Fe₂O₃ - Óxido de ferro III

FRX - Fluorescência de raios X

HCl - Ácido Clorídrico (Aq.)

IFPB - Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba

K₂O - Óxido de potássio

LR - Logística Reversa

MgO - Óxido de magnésio

Na₂CO₃ - Carbonato de sódio

Na₂O - Óxido de sódio

NaOH - Hidróxido de sódio

pH - potencial Hidrogênioônico

PIE - Ponto Isoelétrico

PNRS - Política Nacional de Resíduo Sólido

PPB - Província Pegmatítica da Borborema

rpm - Rotação Por Minuto

SiO₂ - Sílica

SUDEMA - Superintendência de Administração do Meio Ambiente

UFMG - Universidade Federal de Campina Grande

VA - Válvula Aberta

(NaPO₃)₆ - Hexametáfosfato de Sódio

(NaSiO₃) - Silicato de Sódio

1. INTRODUÇÃO

O contínuo e crescente processo de desenvolvimento econômico, que ocorre desde o advento da revolução industrial, no século XVIII, na Inglaterra (LEAL, *et al.*, 2008), vem possibilitando criar novos produtos ou tecnologia que auxilie na criação de novas rotas produtivas, necessitando extrair, cada vez mais, os recursos naturais para atender as necessidades de consumo da sociedade, objetivando, acima de tudo, o lucro e ao mesmo tempo causando impactos ambientais.

A mineração é uma atividade, sem dúvida, indispensável à sobrevivência da sociedade moderna, visto a importância de apropriar-se dos bens minerais em quase todas as esferas produtivas, desde as mais básicas como habitações, saneamento básico, agricultura e transporte, até as mais complexas como tecnologia na área de comunicação, medicina e a indústria aeroespacial. Com a extração, cada vez maior, dos recursos naturais o desafio é com o desenvolvimento sustentável, já que esses recursos são exauríveis (SOUSA *et al.*, 2011).

A exploração de recursos naturais reflete um dos maiores impactos ambientais causados pelo homem, destacando principalmente o impacto visual. O Brasil está repleto de garimpos irregulares com extrações rudimentares e predatórias que causam contaminações, principalmente ao subsolo (SILVA, 2007).

Sobrinho (2014) assevera que a inovação tecnológica na mineração tem sido um dos principais agentes de mudanças econômicas e sociais em diversos países e que o sucesso das empresas depende da eficiência com que elas incorporam novas tecnologias aos seus produtos. Posto isso, a educação, principalmente a de nível superior, tem um importante papel, uma vez que os futuros profissionais trabalharão diretamente com os recursos econômicos, sociais e ambientais. É fundamental perceber a função desses profissionais na busca pelo desenvolvimento sustentável, procurando assegurar a satisfação das necessidades atuais sem impedir as futuras gerações de atenderem as suas necessidades (LOUREIRO *et al.*, 2016).

O Artigo 225 da Constituição Brasileira de 1988, diz que: “todos tem direito ao meio ambiente ecologicamente equilibrado, bem de uso comum do povo e essencial à sadia qualidade de vida, impondo-se ao Poder Público e à coletividade o dever de defendê-lo e preservá-lo para as presentes e futuras gerações” (BRASIL, 1988). Já o Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA), criado pela Lei nº 6.938, de 31 de agosto de 1981, é

responsável pela legislação ambiental e analisam desde a década de 1980, por meio do relatório de Estudo de Impacto Ambiental (EIA), os impactos ambientais no Brasil com a finalidade de apresentar soluções aos problemas causados ao meio ambiente.

Os Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte têm respectivamente a Superintendência de Administração do Meio Ambiente (SUDEMA) e o Instituto de Desenvolvimento Sustentável e Meio Ambiente (IDEMA) para desenvolver ações mitigadoras de controle e combate ao impacto ambiental causado, principalmente, pelos resíduos das empresas de mineração. Todavia, estes resíduos podem ser observados com a deposição inadequada, principalmente, nas áreas rurais.

As indústrias produtoras, localizadas na Região da Província Pegmatítica da Borborema (PPB), sobretudo, nas cidades do Junco do Seridó-PB e Equador-RN produzem milhões de toneladas de matéria prima de caulim por ano, sendo um importante segmento econômico do Nordeste brasileiro.

Devido à falta de recursos e tecnologia, essas indústrias produzem e descartam uma elevada quantidade de resíduos de caulim, principalmente na etapa de beneficiamento. Geralmente, três tipos de resíduos são gerados nesse processo: o sarrabulho – resíduo grosso do trommel (Peneira giratória) de granulometria acima de 20 mm, composto basicamente de quartzo, feldspato e mica; siri – resíduo passante pelo trommel, que decanta no tanque e é retirado manualmente com auxílio de pás. E por último, o resíduo fino retido na peneira de 200 malhas (74µm ou 0,074 mm), e como, a princípio, não tem valor comercial, esses resíduos são descartados de forma indiscriminada na natureza (MENEZES *et al.*, 2007).

É observado na Figura 1 a vista aérea da empresa MJ Silva, destacando a pilha de rejeitos. Segundo Sousa *et al.* (2007, p. 213), as empresas perdem mais de 50% de matéria prima no resíduo durante a etapa de beneficiamento.



Figura 1 - Vista aérea das instalações da empresa MJ Silva, com destaque para as pilhas de resíduos, localizada no município de Equador-RN (Lat. 6°55'0.60" e Long. 36°43'59.46"). A área maior traçada em vermelho refere-se ao “Sarrabulho” (resíduo grosseiro) e a área menor, em vermelho, é o “Siri” (resíduo fino.) O volume estimado até o ano de 2017 foi de aproximadamente 46.000 t. (Google Earth, 2018)

A Política Nacional de Resíduos Sólidos (Lei 12.305) destaca que a Logística Reversa (LR) é o instrumento de desenvolvimento econômico e social, caracterizado por um conjunto de ações, procedimentos e meios, destinados a viabilizar a coleta e a restituição dos resíduos sólidos ao setor empresarial, para reaproveitamento em seu ciclo ou em outros ciclos produtivos ou outra destinação final ambientalmente adequada (BRASIL, 2010). Destarte, pretende-se utilizar o mesmo princípio da LR para trabalhar com o resíduo de caulim como matéria prima em uma unidade piloto de beneficiamento com hidrociclone, a fim de classificar as partículas do concentrado de caulinita presentes no resíduo.

As usinas de beneficiamento de caulim da região da PPB operam por via úmida e as partículas de caulinita se apresentam com granulometria muito fina, menor que 44 μm (0,044 mm). Uma das possibilidades para otimizar o processo de beneficiamento é utilizar hidrociclones (equipamento de classificação que trabalha com polpa e tem como objetivo separar as partículas finas das grossas). Além disso, a eficiência do hidrociclone pode ser aumentada utilizando dispersantes químicos com o intuito de evitar a agregação e sedimentação das partículas de caulinita no processo de beneficiamento.

O processo de dispersão de partículas minerais envolve parâmetros físicos, químicos e mecânicos, tais como a agitação da polpa, a geometria do tanque de condicionamento, o

tempo de condicionamento, o tipo de palhetas do agitador, a velocidade de agitação e a utilização de reagentes (MAURI *et al.*, 2011).

Este trabalho está dividido em três etapas. A primeira etapa consiste no estudo da utilização da planta piloto de hidrociclone para recuperação da caulinita presente em um resíduo de caulim. A segunda etapa busca entender o comportamento da dispersão das partículas de caulinita utilizando dispersantes químicos em laboratório. A terceira e última etapa realiza ensaios na unidade piloto de hidrociclonagem com as melhores condições obtidas nas etapas anteriores.

1.1 Objetivo geral

Estudar o processo de dispersão e o reprocessamento do resíduo proveniente do beneficiamento de caulim, da empresa MJ Silva situada em Equador – RN, em uma unidade piloto de hidrociclonagem, instalada no Laboratório de Tratamento de Minérios do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba-IFPB, *campus* Campina Grande.

1.2 Objetivos específicos

- ✓ Caracterização física, química e mineralógica dos resíduos provenientes do beneficiamento de caulim da empresa MJ Silva;
- ✓ Ensaios em unidade piloto com o resíduo de caulim, visando a quantificação e determinação dos principais parâmetros físicos, geométricos e operacionais de maior influência no processo de classificação;
- ✓ Ensaios de sedimentação em laboratório utilizando a caulinita, sendo que a velocidade de sedimentação das partículas será quantificada através da Lei de Stokes. Também serão utilizados reagentes químicos para diminuir a taxa de sedimentação e aumentar a dispersão das partículas em suspensão;
- ✓ Ensaios em unidade piloto consistentes no condicionamento da polpa com a utilização do hexametáfosfato de sódio e silicato de sódio para propiciar a dispersão das partículas de caulinita e reagentes para regular o pH da polpa;
- ✓ Comparação e avaliação dos resultados obtidos nos ensaios;
- ✓ Quantificar a eficiência dos ensaios realizados na unidade piloto, através do balanço de massa com uso de softwares específicos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Pegmatitos

Segundo London (2008), pegmatito é “uma rocha essencialmente ígnea, de composição normalmente granítica, que se distingue das demais rochas ígneas, por sua textura extremamente grosseira, embora com granulometria variável, ou pela abundância de cristais de hábitos esqueléticos gráficos, ou qualquer outro tipo de hábito de crescimento fortemente direcional”. Os pegmatitos graníticos são constituídos basicamente de quartzo, feldspato e micas de cores claras (moscovita e lepidolita), além de centenas de minerais acessórios, conforme Figura 2.

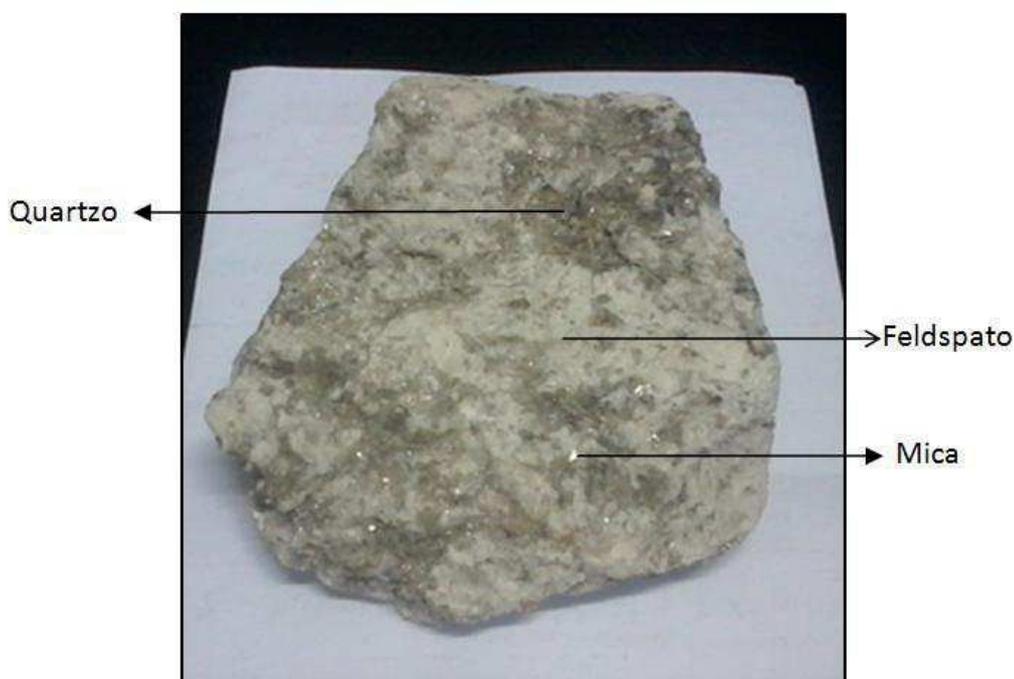


Figura 2 - Amostra de pegmatito da ocorrência Galo Branco - Equador /RN, com destaque para os principais minerais.

Souza (1999) relata que os pegmatitos se situam no interior e/ou ao redor dos maciços de origem granítica, dos quais constituem, geralmente, os seus prolongamentos e apresentam-se, em geral, em formas de filões, diques e irregulares. Na parte externa dos maciços graníticos, essas formações pegmatíticas sobressaem-se e prolongam-se em ramificações filonares, cortando assim as rochas encaixantes.

Cerny e Ercit (2005) classificam os pegmatitos graníticos, frequentemente, estudados durante o século passado em relação ao amplo aspecto mineralógico, geoquímico, tipos

texturais e econômico. Contudo, uma variedade de critérios desenvolvidos em esquemas mais sofisticados foi aplicada a essa classificação: estrutura interna, relações paragenéticas, composição química, aspectos petrogenéticos, natureza do meio original, geoquímica, entre outros.

A classificação abordada pelos autores Cerny e Ercit (2005) seguiu duas vertentes baseadas em estudos anteriores de Ginsburg (1979) e Cerny (1991). O primeiro conceito versa sobre a localização geológica, profundidade da intrusão e relação com o metamorfismo, dividindo os pegmatitos graníticos, que antes era de quatro classes, para cinco classes geológicas (abissal; moscovita; moscovita-elemento raro; elemento raro e miarolítico). O segundo conceito aborda a petrogenética desenvolvida para os pegmatitos oriundos da derivação plutônica, que engloba a geoquímica dos lítios, rubídio, berilo, estanho, gálio, tântalo maior que o nióbio, entre outros.

2.1.2 Pegmatitos brasileiros

Segundo Souza (1999), os pegmatitos brasileiros são encontrados no Estado de Minas Gerais, parte dos Estados da Bahia e do Espírito Santo (Província Pegmatítica Oriental); Estado de São Paulo (Província Pegmatítica Meridional); Estados do Rio Grande do Norte e Paraíba e o Ceará (Província Pegmatítica do Nordeste - Borborema); e outros pegmatitos menos expressivos, situados nos Estados de Goiás e Tocantins (Figura 3).

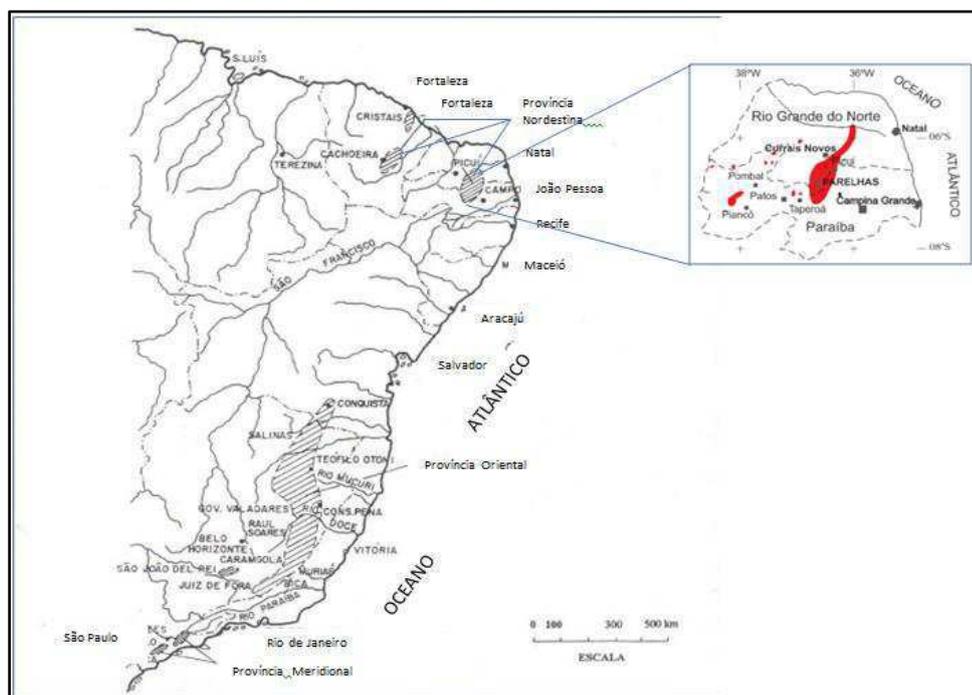


Figura 3 - Imagem modificada das Províncias Pegmatíticas no Brasil (PAIVA, 1946 apud SOUZA, 1999)

2.1.2.1 Província Pegmatítica da Borborema (PPB)

A Província Pegmatítica da Borborema (Paraíba / Rio Grande do Norte), conforme Soares (2004) é mundialmente conhecida desde a I Guerra Mundial pela produção de mica e por seus pegmatitos mineralizados, principalmente em Ta-Nb, Be, Sn, Li e minerais/gemas (elbaíta, água marinha, morganita, espessartita, entre outros). Assim, esses pegmatitos graníticos de idade Brasileira (Neoproterozóico) estão encaixados principalmente em biotita-xistos da Formação Seridó e em quartzitos e metaconglomerados na formação Equador.

Agrawal (1986) relata que os pegmatitos do grupo Seridó são classificados em dois tipos: idades relativas e eventos tectônicos. O primeiro grupo de pegmatitos mais antigos mostra um alto grau de deformação. O segundo grupo, de idade relativamente mais nova, pertence ao tectonismo tardio ou pós-fase. Esse grupo de pegmatitos de idade Brasileira Superior está, provavelmente, relacionado geneticamente aos granitos da mesma idade. A Figura 4 mostra a estratificação do pré-cambriano nos Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte, com destaque para a formação Equador.

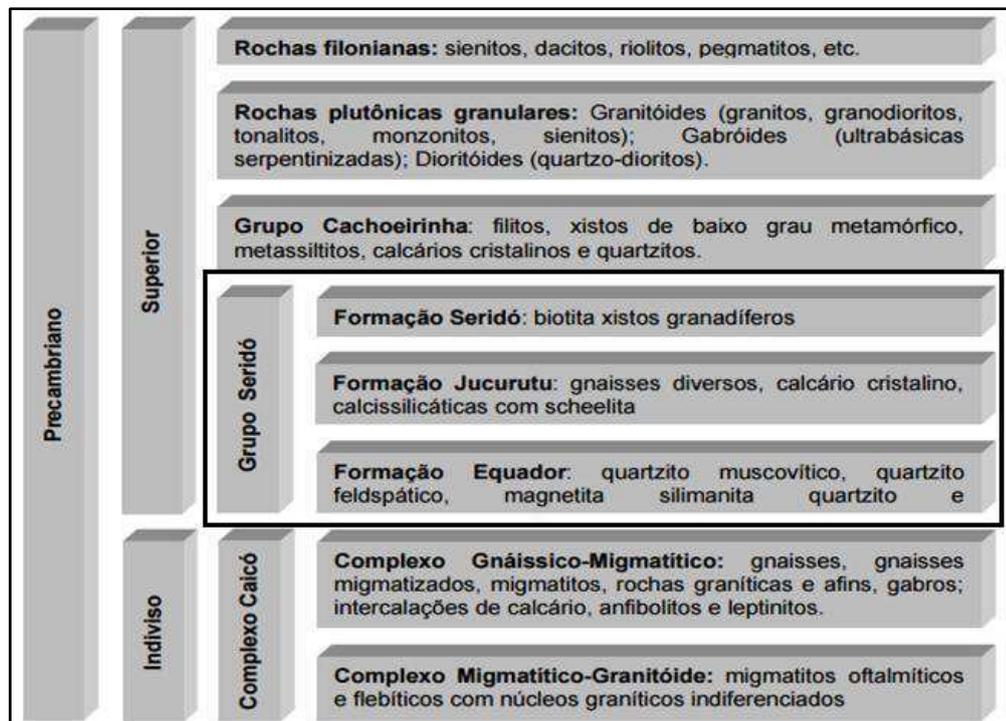


Figura 4 - Estratigrafia do pré-cambriano do sul do Rio Grande do Norte e da parte central da Paraíba (DANTAS e CAULA, 1982 apud KUMAYAMA, 2007)

No grupo Seridó está localizada a PPB com destaque para a Formação Equador, que dentre os minerais industriais já citados, encontram-se os argilominerais.

2.2 Argilominerais

O termo argila implica em um material terroso de grãos finos menores que 2 μ m (0,002 mm), constituída essencialmente pelos minerais calcita, dolomita, gipsita, quartzo, aluminita, pirita, dentre outros. Possui uma elevada área superficial com ligações químicas não saturadas que permitem interagir com diversas substâncias desenvolvendo plasticidade quando misturado a uma quantidade limitada de água. As análises químicas da argila mostram que são substancialmente compostas por sílica, alumina e água, frequentemente com quantidades notáveis de ferro e compostos alcalinos e alcalinos terrosos (GRIM, 1953).

A coloração das rochas argilosas é bastante variada como: branca, vermelha, roxa, amarela, verde, cinza, marrom, entre outras. As cores dependem, principalmente, da composição química e sendo também influenciada pelas condições físico-químicas do ambiente deposicional dos sedimentos. Todavia, a Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais (CPRM) afirma que ao analisar a cor de uma rocha sedimentar é necessário, antes de tudo, verificar se essa cor é primária ou decorrente das transformações sofridas pelas rochas após a sua formação. Vale mencionar ainda, que a cor da argila é definida pela presença ou não de óxido de ferro e do manganês em sua estrutura.

Os principais argilominerais, segundo Grim (1953) e Santos (1975), estão associados de acordo com sua nomenclatura, cuja estrutura cristalina é experimentalmente bem definida (Tabela 1). No entanto, Santos (1975) assegura que não existe uma única classificação definida para os argilominerais, devido ao fato dos pesquisadores de campo utilizarem critérios diferentes na subdivisão de diversos grupos. Embora, se conheça que os argilominerías mais abundantes são os filosilicatos.

Tabela1- Família dos argilominerais

Classe Geral	Família	Nome do grupo	Alguns argilominerais do grupo	Fórmula química mínima
Silicatos em camadas ou lamelares	1:1 Distância interplanar basal de 7 Å.	Caulinita ou candita	Nacrita, Diquita, Caulinita , Haloisita,	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$ $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ $Al_2Si_2O_5(OH)_4$
Silicatos em camadas ou lamelares	2:1 – Distância interplanar basal de 10 Å.	Montmorilonita ou esmectita	Beidelita Montmorilonita Saponita Vermiculita	$Al_2(Si_{3,67}Al_{0,33})O_{10}(OH)_4(OH)_2$ $Al_{1,67}(Mg_{0,33})Si_4O_{10}(OH)_2$ $Mg_3(Si_{3,67}Al_{0,33})O_{10}(OH)_2$ $(Al,FeMg)_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2$
Silicatos em camadas ou lamelares	2:1 – Distância interplanar basal de 10 Å.	Micas hidratadas	Moscovita-Ilita Glaucônita Paragonita Flogopita	$(K,H_3O)Al_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2$ $(K,H_3O)(Al,Fe)_2(Si,Al)_4O_{10}(OH)_2$ $NaAl_2Si_3Al_{10}(OH)_2$ $K,Mg_3(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$
Silicato em cadeia ou fibrosos	Talco- pirofilita 10 Å 12 Å.	Paligosquita Sepiolita	Talco Pirofilita Sepiolita	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$ $(Mg_{4-x}Al_x)(Si_6Al_x)O_{15}(OH)_2(OH_2)_2$

Fonte: SANTOS, 1975

Os argilominerais, como a exemplo do grupo das caulinitas, são provenientes da decomposição de rochas feldspáticas e rochas sedimentares, podendo também ser resultantes da precipitação ou combinação de substâncias do intemperismo de outros minerais.

Os argilominerais são desenvolvidos e classificados em duas categorias: primárias e secundárias. As primárias possuem partículas mais grosseiras, provavelmente, por serem pouco atacadas pelos agentes atmosféricos. Enquanto que as secundárias são mais finas e

plásticas podendo conter impurezas quando misturadas com outras substâncias orgânicas (RIBEIRO, 2010 apud BURITI *et al.*, 2017).

2.3 Caulim

A caulinita é o mineral de cor branca ou praticamente branca e o caulim, de acordo com Luz e Chaves (2000) fundamentados em Grim (1958), é uma rocha constituída de mineral argiloso, com baixo teor de ferro e de granulometria fina. A caulinita, um silicato hidratado de alumino, é o principal componente do caulim e possui fórmula química $Al_4(Si_4O_{10})(OH)_8$.

O caulim é um recurso mineral com diversas aplicações industriais em função das suas propriedades físicas e químicas, Tabela 2, sendo largamente utilizado em: cosméticos, produtos farmacêuticos, produtos alimentícios e principalmente, na indústria de papel e cerâmica. Países como Uzbequistão; Estados Unidos; Alemanha; República Checa e Brasil se destacam como produtores mundiais de caulim.

Tabela 2 - Principais propriedades do caulim / caulinita

Cor	Geralmente branca ou quase branca dependendo da quantidade e tipos de impurezas
Densidade	2,63 g.cm ⁻³
Dureza	2 – 2,5 (Mohs)
Ponto de fusão	1650 a 1775°C
Granulometria	Menor que 0,2 microns
Condutividade térmica e elétrica	Baixa
Dispersão	Fácil dispersão em água
Umidade máxima	1,0
Associação	Geralmente associado a minerais aluminosos
Ocorrência	Alteração de feldspatos, feldspatóides e outros silicatos, durante o intemperismo químico e também hidrotermal. Pode formar-se também por processos diagenéticos em bacias sedimentares.

Fonte: Biblioteca Espectral de Minerais e de Depósitos Bauxíticos Brasileiros

Os principais minerais constituintes do caulim são caulinita, haloisita, dicrita e nacrita que possuem composição química substancialmente similar ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$), porém cada um tem importantes diferenças estruturais e de empilhamento. Dessa maneira, o mineral mais comum e que mais se destaca, industrialmente, é a caulinita (MURRAY *et al.*, 1993).

O caulim produzido no Brasil, de acordo com Silva (2011), é proveniente de vários Estados, porém apenas cinco desses Estados (Amapá, Pará, São Paulo, Minas Gerais, Rio Grande do Sul) são responsáveis por mais de 99,0% da produção. Os depósitos de caulim nacional, especialmente nos Estados do norte do país (Amazonas, Pará e Amapá), são do tipo sedimentar, caracterizado por grandes reservas e apresentando propriedades físico-químicas que permitem diversas aplicações industriais, sobretudo, na indústria do papel.

Nos demais Estados da União (Minas Gerais, Paraná, Goiás, Santa Catarina, Paraíba e Rio Grande do Norte) observa-se uma predominância de caulim originado da alteração de pegmatitos e do intemperismo de granitos e com aplicação, principalmente, na indústria de cerâmica. Mas, em geral, o caulim está presente em diversos segmentos industriais (Figura 5).



Figura 5 - Uso industrial do caulim (SANTOS, 1975)

2.3.1 Geologia dos depósitos de caulim

A caulinita pode ser formada como um produto de alteração de silicatos de alumínio, principalmente do intemperismo residual dos feldspatos presentes nas rochas graníticas e metamórficas, por alteração hidrotermal ou como minerais autigênicos através de acontecimentos sedimentares. Sendo assim, as ocorrências residuais e hidrotermais são

classificadas como primárias e as ocorrências sedimentares como secundárias (MURRAY *et al.*,1993).

Os depósitos localizados na Ucrânia, Espanha e nos Estados brasileiros como São Paulo, Paraíba, Rio Grande do Norte e Ceará são exemplos de depósitos de caulim primário intemperizados. Os depósitos secundários são comuns no oeste da Alemanha, na Geórgia (EUA), Guadalajara (Espanha), Rio Jari e Rio Capim, localizados respectivamente nos Estados do Pará e Amapá, na região Norte do Brasil (LUZ *et al.*, 2005).

O caulim primário dos pegmatitos da PPB está encaixado em moscovita-quartzitos da formação Equador e nas granadas-biotita-xistos da formação Seridó. Podendo ainda, estar associado aos minerais de tantalita, berilo, moscovita, quartzo e feldspato. A concentração de pegmatitos, ricos em caulinita, na PPB estão localizados entre Equador (RN) e Junco do Seridó (PB). A Figura 6, mostra em destaque o croqui da área em estudo (Galo Branco).

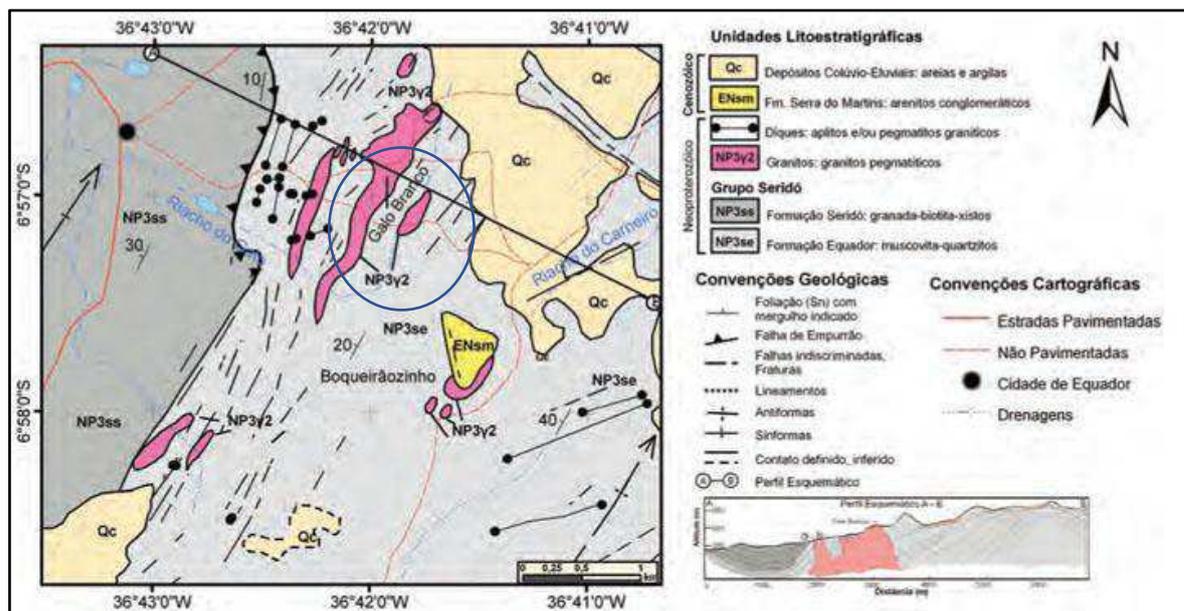


Figura 6 - Mapa geológico em destaque o perfil do croqui do caulim Galo Branco, Equador-RN (ANGELIM *et al.*, 2004 *et al.* apud SILVA 2010)

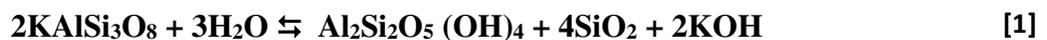
2.3.2 Aspectos mineralógicos e químicos dos caulins

A caulinita é o mineral predominante dos caulins, com quartzo, mica e feldspato como minerais acessórios. Os dados químicos mostram que o caulim é composto principalmente de SiO_2 e Al_2O_3 , contendo ainda, outros óxidos presentes em pequenas quantidades como por exemplo o Fe_2O_3 , MnO , MgO , NaO , CaO e K_2O . Esses dados não apenas mostram a extensão

da caulnização, mas também outorgam ao caulim sua cor branca ou quase branca (NYAKAIRU *et al.*, 2001).

Os caulins primários presentes na PPB transformam-se naturalmente por alteração de rochas cristalinas, resultantes de intemperismo e da ação de fluidos hidrotermais. Dessa forma, Luz *et al.*, (2005) assegura que essas condições físicas e químicas são propícias para ocorrerem em regiões de clima quente e úmido. O processo de caulnização de uma rocha ocorre devido à hidratação de um silicato de alumínio, a exemplo do feldspato e da remoção de álcalis, conforme Equação 1.

Feldspato Potássico + Água ⇌ Caulinita + Sílica + Hidróxido de Potássio



Os caulins brasileiros podem ser divididos, segundo Wilson, Santos e Santos (1998), nos seguintes grupos: sedimentares, pegmatitos, graníticos e anortositos (corpo associado ao feldspato cálcico). Através de estudos e análise química por Fluorescência de Raios X (FRX) e análise mineralógica por Difração de raios X (DRX) é observado na Tabela 3 a análise química e mineralógica de alguns depósitos dos caulins brasileiros.

A fórmula estrutural da cela unitária da caulinita é $\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ e a composição percentual dos óxidos são 39,50% de Al_2O_3 , 46,54% de SiO_2 e 13,96% de H_2O (SANTOS, 1975). Sendo assim, observa-se na Tabela 3 que o caulim da PPB, como o que ocorre na cidade paraibana do Junco do Seridó-PB, apresenta composição química semelhante a descrita na literatura.

Tabela 3 – Análise química e mineralógica de alguns caulins brasileiros

Tipo de Depósito	Morfologia	Localização	Análise Química FRX (%)							Análise Mineralógica DRX (%)								
			SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO	CaO	MgO	K ₂ O	LOI	Caulim	Mica	Feldsp.	Quartzo	Anatase	Rutilo	Gibbsita	Alumina
Sedimentar	L	Rio Jari, Pará	45	37	2,2	1,3	0,03	0,03	0,01	14,5	99	tr	-	tr	1	-	-	-
	L	Planalto Berenice	45	38	2,1	1,4	0,04	0,01	0,01	14,0	99	tr	-	tr	1	-	-	-
	T	Registro, SP	47	37	0,80	0,70	0,05	0,06	0,04	14,5	93	5	-	-	tr	-	-	-
	T	Marília, MG	46	40	0,05	0,50	0,04	0,03	0,53	13,8	95	4	tr	tr	-	-	tr	-
Pegmatitos	T	Bicas, MG	46	40	0,06	0,05	0,03	0,08	0,24	13,8	95	4	-	-	-	-	tr	-
	T	Rio S. Antônio	46	39	0,26	0,09	0,08	0,26	0,84	13,1	95	4	-	tr	-	-	-	-
	T	Conceição, MG	46	39	0,05	0,01	0,03	0,05	0,21	14,0	94	6	-	-	-	-	-	-
	L	Junco S., PB	46	39	0,26	0,02	0,05	0,11	0,54	13,7	93	6	-	1	-	-	-	-
	L	Jundiapéba, SP	46	39	0,71	0,05	0,04	0,12	1,25	13,0	90	7	-	1	-	-	-	-
Granitos	L	Embú, SP	46	39	0,36	0,01	0,07	0,09	0,74	13,6	96	4	-	-	-	-	-	-
	T	Piracaia, SP	49	35	1,40	0,14	0,05	0,16	2,40	12,1	82	7	9	2	-	-	-	-
Anortosito Vulcânico	T	Encruzilhada, RS	45	40	0,34	0,01	0,24	0,44	1,10	13,1	85	15	-	tr	-	-	-	-
	T	Bento(turvo), SC	52	34	0,53	0,74	0,05	0,21	0,28	12,1	93	-	-	7	tr	-	-	-
	T	Bento (Kovalski)	57	30	0,98	0,25	0,05	0,26	1,20	11,1	89	-	-	11	-	-	-	-

Morfologia: L= Caulinita; T = Halosita; tr = traço

Fonte: WILSON, SANTOS e SANTOS, 1998

2.3.3 Estrutura Cristalina da caulinita

A caulinita, como muitos outros minerais argilosos, possui uma estrutura em camadas. A estrutura da caulinita é 1:1 (composta de SiO₄ dispostas em folhas tetraédricas e Al(O,OH)₆ dispostas em folhas octaédricas) é constituída pelo empacotamento de camadas. Em cada camada de caulinita existe uma folha tetraédrica, composta por silício e oxigênio e uma folha octaédrica, composta de alumina. A folha tetraédrica (T) unir-se à folha octaédrica (O), mediante compartilhamento de átomos de oxigênio, Figura 7. O espaçamento e a forma das folhas tetraédricas como as octaédricas são muito semelhantes, (GRIM,1953; VARGA, 2007).

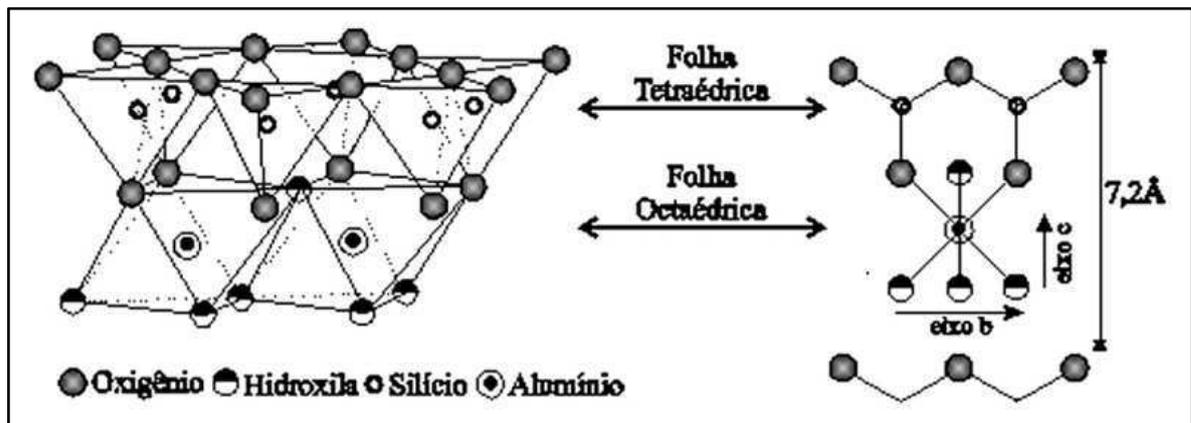


Figura 7 - Representação esquemática da estrutura da caulinita, mostrando a distância interplanar basal (MAIA, 2011 *apud* SANTOS *et al.*, 2013)

O empacotamento das camadas de caulinita só é possível através de forças de Van der Waals entre os átomos de oxigênio da folha tetraédrica (T) e os átomos de hidrogênio da folha octaédrica (O), possibilitando a união dessas camadas. Desse modo, um cristal de caulinita é formado por várias dessas camadas sobrepostas (SILVA, 2018).

2.3.4 Lavra e beneficiamento do caulim

A lavra do caulim pode ser realizada tanto por métodos à céu aberto quanto por métodos subterrâneos. O beneficiamento industrial pode ocorrer por via a seco ou por via a úmido. A utilização desses métodos irá depender do tipo de material, da geologia, da resistência das rochas encaixantes, dos custos, da segurança, do meio ambiente e da tecnologia utilizada para tal finalidade.

2.3.4.1 Lavra

Os depósitos de caulim resultantes das rochas sedimentares (caulim secundário), em especial no Estado do Pará, apresentam cerca de 100 a 200 metros de altura e aproximadamente 34 metros de espessura da camada caulínica (MONTE *et al.*, 2001). O método de lavra empregado é a céu aberto, desenvolvido em bancadas por tratores de esteira e motoscrapers, respectivamente para o desmonte e carregamento do minério (Figura 8).

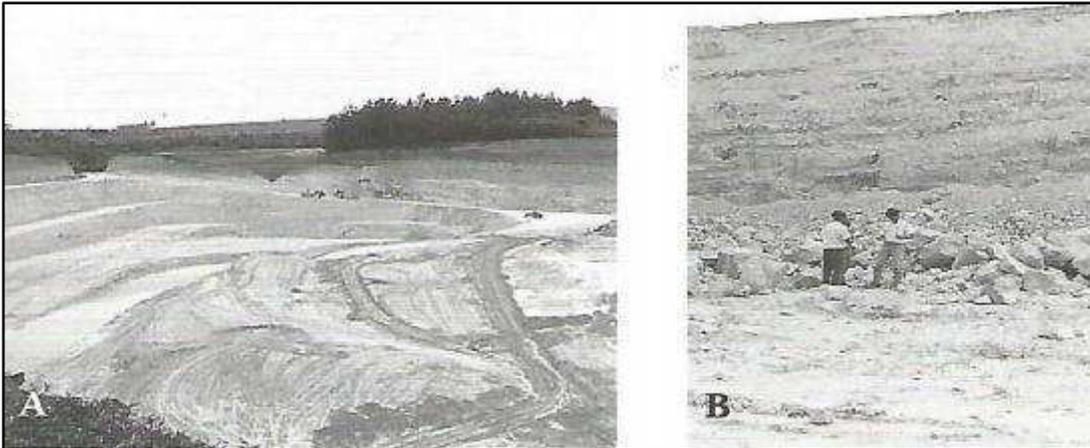


Figura 8 - Mina de extração do caulim (A); bancada de extração do caulim (B) (SAMPAIO, LUZ e LINS, 2007)

Os depósitos de caulim da Província Pegmatítica da Borborema-Seridó, segundo Silva (2011), são do tipo primário e cruza toda a faixa Seridó por dezenas de quilômetros de comprimentos, alguns centímetros a dezenas de metros de profundidade e largura de aproximadamente quarenta metros.

A extração, em sua grande maioria, é realizada de maneira predatória e rudimentar através de técnicas garimpeiras, possivelmente, devido à ausência de recursos tecnológicos e mão de obra qualificada, ocasionando desperdícios significativos de minério (Figura 9) (LUZ e LINS, 2005).

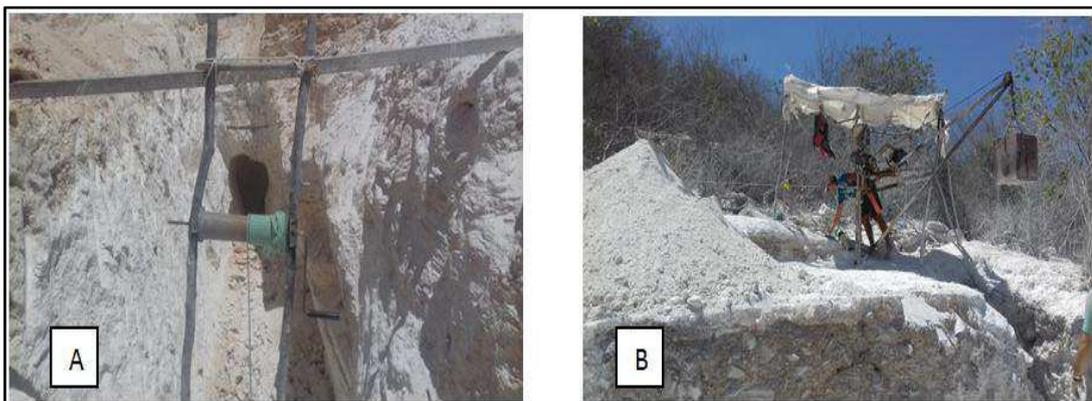


Figura 9 - Extração do caulim: extração manual (A), extração manual e mecanizada (B) em Galo Branco, Município de Equador – RN.

A maioria dos caulins extraídos dos pegmatitos da região nos Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte utilizam o método de lavra subterrânea de forma artesanal e insegura. As condições de trabalho são precárias e a inexistência de Equipamentos de Proteção Individual (EPI) facilita aos trabalhadores desenvolverem doenças pulmonares (RODRIGUES e GARCIA, 2012).

2.3.4.2 Beneficiamento

O beneficiamento do caulim pode ser realizado tanto por processo via a seco quanto por processo via a úmido.

O beneficiamento por processo via a seco é realizado quando o caulim, em seu estado natural, apresenta: alvura, distribuição granulométrica adequada e baixo teor de quartzo. O beneficiamento é simples com etapas de fragmentação (por britador), secagem com secador rotativo, posteriormente pulverizado em moinhos de rolos e por último, a classificação por tamanho (LUZ *et al*, 2008).

O beneficiamento a úmido, segundo Luz *et al*. (2008, p.262), “envolve as etapas de dispersão, desareamento, fracionamento em hidrociclone ou centrífuga, separação magnética, floculação seletiva, alveamento químico, filtragem e secagem”. A Figura 10 mostra o fluxograma do beneficiamento por via a úmido adotado pela maioria das empresas instaladas nos Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte, inclusive pela empresa MJ Silva Ltda.

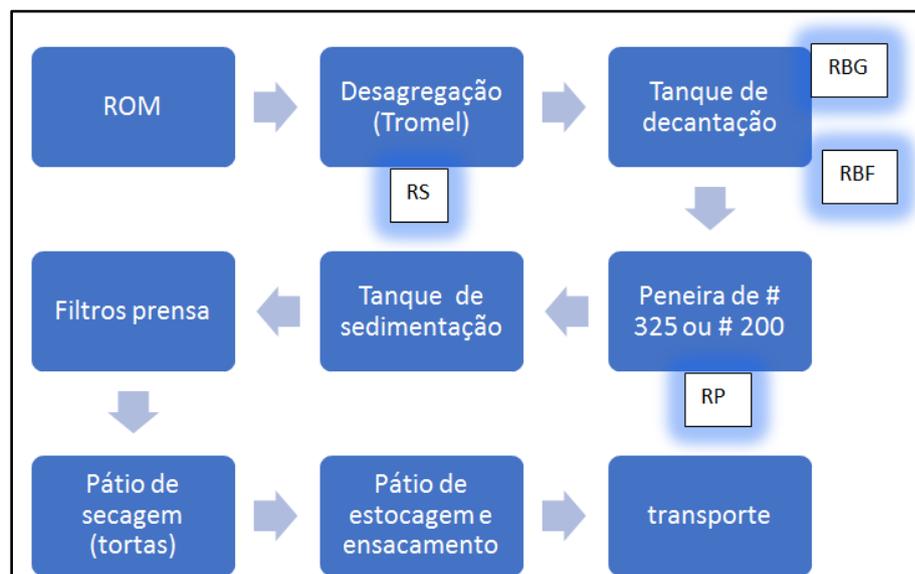


Figura 10 - Fluxograma simplificado do beneficiamento do caulim na empresa MJ Silva. (RS = Resíduo Sarrabulho; RGB = Resíduo Borra Grossa; RBF = Resíduo Borra Fina e RP = Resíduo da Peneira de 200 malhas)

2.4 Logística Reversa

Segundo Sabbadini, Pedro e Barbosa (2005), a ideia da logística reversa é a recuperação de valor através do retorno dos bens ao processo produtivo ou ao ciclo de negócios. Além disso, fatores ambientais, relacionamento com o cliente, imagem corporativa

ressaltam o papel estratégico. Assim, a LR estuda e gerencia como os subprodutos do processo produtivo serão descartados ou reincorporados ao processo de beneficiamento.

A logística reversa para o setor mineral tem como fator importante a responsabilidade, por parte dos empresários, em disponibilizar menos resíduos ao meio ambiente e, principalmente, buscar alternativas para a reutilização desse refugo em seu processo ou em outro processo produtivo. Conforme o artigo 3º do inciso XII da Lei de Política Nacional de Resíduo Sólido (PNRS) (BRASIL, 2010).

A LR começa a ser analisada mais atentamente pelas empresas e indústrias, devido a concorrência do mercado e as exigências por parte das organizações ambientais e do governo. Um exemplo da logística reversa eficiente pode ser observado na produção e reciclagem das baterias Moura. Figura 11, (OZIAS, 2017).

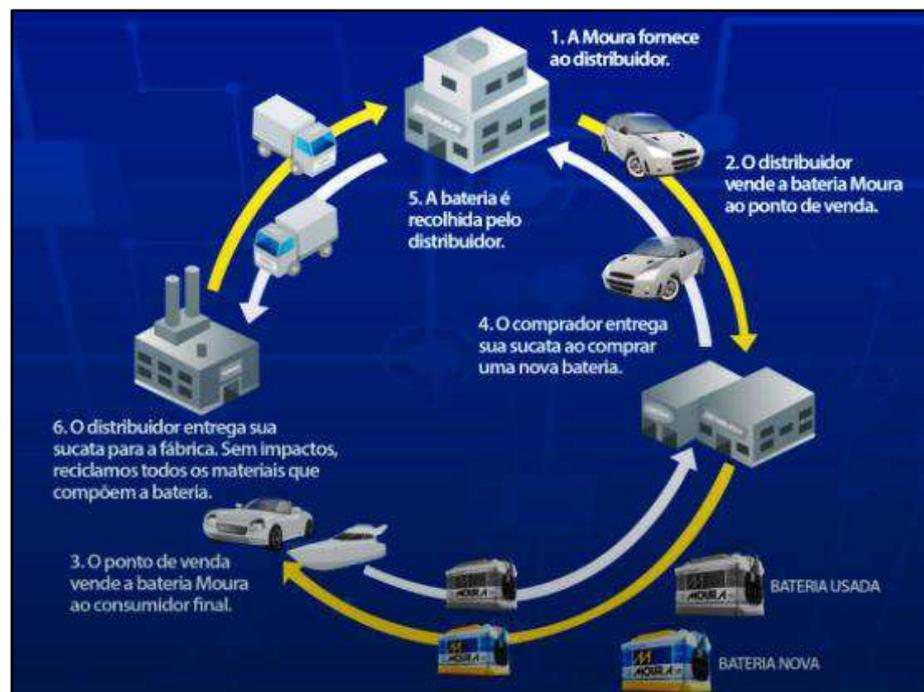


Figura 11 - Fluxo da logística reversa nas baterias moura (OZIAS, 2017)

2.5 Hidrociclones

Hidrociclones são equipamentos que promovem a separação de sólido - líquido ou líquido - líquido em um campo centrífugo. Uma alimentação (em polpa) é injetada com energia de pressão tangencialmente na parte superior cilíndrica do hidrociclone, induzindo a polpa a realizar ao longo de sua trajetória um movimento rotacional. Esse movimento ao longo do percurso gera acelerações centrífugas diretamente atuantes nas partículas presentes no meio, forçando assim a polpa mover-se na direção à parede do equipamento separando-se

em dois produtos o underflow e o overflow, Figura 12. (SVAROVSKY, 1984 apud VIEIRA, 2006).

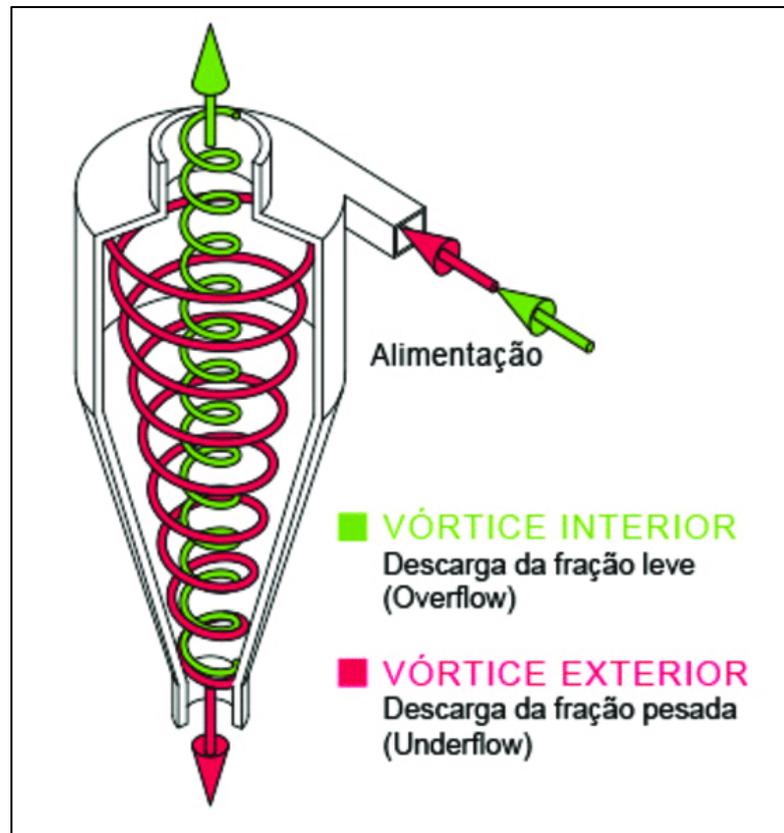


Figura 12 - Fluxos do hidrociclone (AKW, 2018)

Os hidrociclones, segundo Chaves (2012), são equipamentos simples e de fácil construção, composto por uma parte cilíndrica acoplada a uma parte cônica. As dimensões geométricas de cada parte são importantes no processo de separação, estando diretamente relacionada com a capacidade e o poder de classificação desse equipamento. Assim, a classificação é feita pela ação de um fluido dentro do hidrociclone, adequadamente construído, de tal modo que a fração com partículas grosseiras afundem e sejam retiradas por baixo pela força da gravidade (underflow) e a fração fina seja arrastada pela corrente fluida e direcionada para cima (overflow). A Figura 13 ilustra as partes do hidrociclone

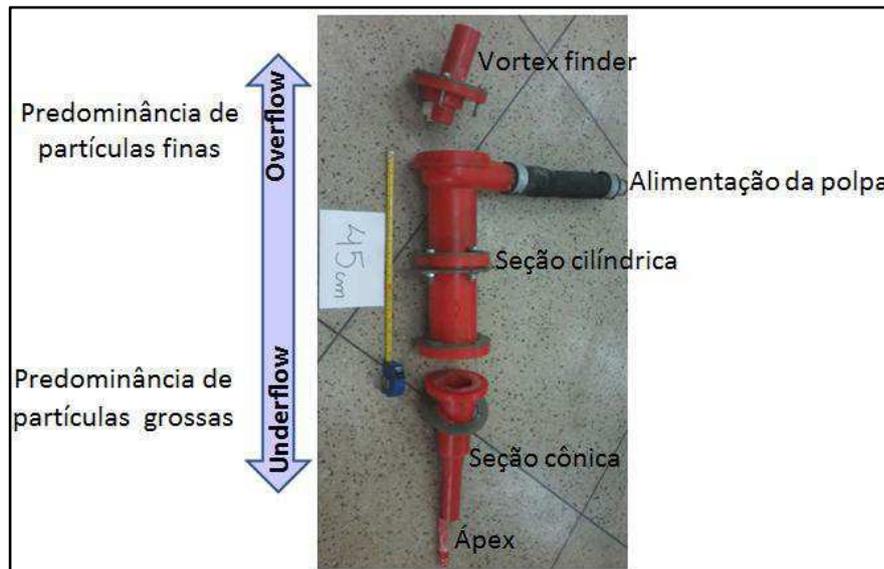


Figura 13 - Principais partes de um hidrociclone (hidrociclone pertencente a unidade piloto do IFPB, *campus* Campina Grande)

Entretanto, os hidrociclones permitem modificações de alguns parâmetros tais como: vazão da polpa, abertura do ápex, diâmetro do vortex finder, pressão da alimentação, distribuição granulométrica e porcentagem de sólidos.

2.5.1 Vazão da polpa.

A vazão da polpa nos hidrociclones determina a capacidade de produção dependendo das variáveis geométricas e operacionais que compõe o hidrociclone.

Variáveis geométricas - diâmetro e altura do hidrociclone, abertura do ápex e diâmetro e altura do vortex finder, diâmetro e altura do cilindro.

Variáveis operacionais: pressão e vazão da alimentação, porcentagem de sólidos, granulometria da polpa, inversor de frequência, válvulas de alimentação (VA) e válvula de alívio ou *By pass* (BP) (SAMPAIO, FRANÇA e BRAGA, 2007).

2.5.2 Influência da abertura do ápex

Ainda de acordo Sampaio, França e Braga (2007) O aumento da abertura do ápex diminui a granulometria de classificação. A relação inversa é mais limitada, pois diminuindo a abertura do ápex, poderá ocorrer acúmulo do material grosso no cone, causando obstrução. Isso pode ser visto e controlado quando na descarga do fluxo pelo underflow resultar em formato de “cordão”.

Nesse caso, as partículas grosseiras são forçadas a sair pelo *overflow*, prejudicando

assim a eficiência de classificação. Ademais, a descarga no underflow em forma de “guarda-chuva” é característica de um *ápex* muito aberto. E por fim, quando a descarga no *underflow* apresentar a forma de um cone de ângulo pequeno, “chuveiro” ou “normal” essa posição, provavelmente, é adequada para uma classificação ótima. As três situações estão esquematizadas na Figura 14.

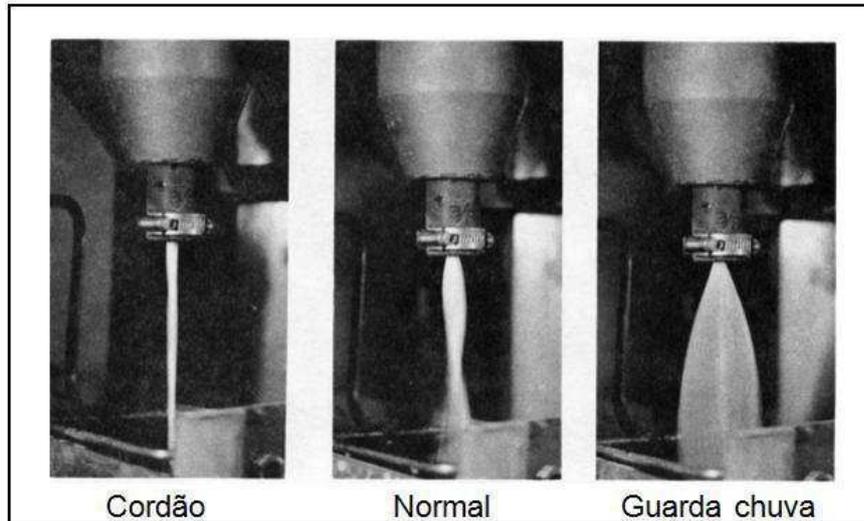


Figura 14 - Tipos de descarga do underflow do hidrociclone (SOLBERG, 1969)

2.5.3 Influência do diâmetro do Vortex finder

Vortex finder é um pedaço de tubo que penetra na parte superior cilíndrica. Ele direciona o escoamento do produto fino e deve possuir comprimento suficiente para prevenir a passagem direta de partículas da alimentação para o overflow sem que tenha sofrido a classificação. Quando aumenta o diâmetro do vortex finder, aumenta-se a capacidade do hidrociclone (CHAVES, 2012).

2.5.4 Pressão da alimentação.

O aumento da pressão reserva cuidados especiais, pois na prática o aumento da pressão é diretamente proporcional ao aumento da velocidade de rotação da bomba. O aumento da pressão provoca também um aumento na capacidade do hidrociclone que implicará um aumento na velocidade tangencial e por consequência, estende o mesmo efeito à velocidade angular resultando em um campo centrífugo com maior velocidade.

Utilizar maior pressão de alimentação significa obter maior chance de decantação centrífuga às menores partículas, diminuindo o diâmetro de corte. A pressão na alimentação é

controlada através de duas válvulas de controle de fluxo, geralmente instalada na tubulação de alimentação e tubulação de alívio (SAMPAIO, FRANÇA BRAGA, 2007).

2.5.5 Distribuição Granulométrica

A granulometria do hidrociclone determina a eficiência da classificação, porém a classificação por tamanho de partículas não é perfeita, a exemplo da classificação por peneiramento. Desse modo, o hidrociclone recebe uma alimentação composta por diferentes granulometrias, separando-a em duas partes ou produtos: O overflow, onde se concentram as partículas de dimensões menores e o underflow, no qual ficam concentradas as partículas de maior diâmetro.

O ensaio de granulometria analisa a eficiência de classificação do hidrociclone. Desse modo, a faixa granulométrica estabelece uma dimensão única e padrão de todas as partículas presentes em uma polpa. Assim, as análises granulométricas decorrentes da alimentação e do underflow permitem a obtenção do diâmetro de corte (diâmetro ou tamanho de partículas com 50% de probabilidade de direcionamento para o *underflow* ou *overflow* durante a classificação) (VIEIRA, 2006).

2.6 Dispersão de Partículas

A dispersão de partículas está relacionada à interação das cargas elétricas, presentes em sua superfície em meio aquoso. Essas cargas elétricas se originam pela substituição isomórfica ou pela dissociação nas arestas das estruturas dos minerais (YU, 1997 e THENG, 1980 *apud* AZEVEDO e BONUMÁ, 2004).

De acordo com Ruiz (2005), a dispersão química está baseada na repulsão eletrostática entre partículas. Essa situação dar-se-á pelo surgimento da Dupla Camada Elétrica (DCE), das forças de Van de Waals, da variação do pH do meio, da adição de aditivos químicos e pela presença de cátions e ânions proveniente de sais inorgânicos, entre outros fatores.

Enquanto que a dispersão física pode ser realizada por agitação intensa, agitação lenta ou ultrassom, tempo de agitação e granulometria da partícula. Assim sendo, a dispersão das partículas minerais na polpa é fundamental para aumentar a classificação no hidrociclone.

2.6.1 Dupla Camada Elétrica (DCE)

Conforme Freire (1985) *apud* Silva (2002), as superfícies minerais apresentam cargas superficiais positivas ou negativas. O simples processo de imersão de um sólido em uma solução aquosa produz uma região de instabilidade elétrica na interface sólido/líquido e um excesso de cargas na superfície sólida. Essa carga é balanceada por uma região difusa de número iguais de íons, que, no entanto, é de cargas opostas presente na fase líquida, resultando na eletroneutralidade do sistema. Essa região eletricamente carregada é denominada de dupla camada elétrica. A Figura 15 representa a dupla camada elétrica segundo o modelo de Stern, composta pela superfície mineral carregada, os coíons e os contraíons distribuídos no líquido polar.

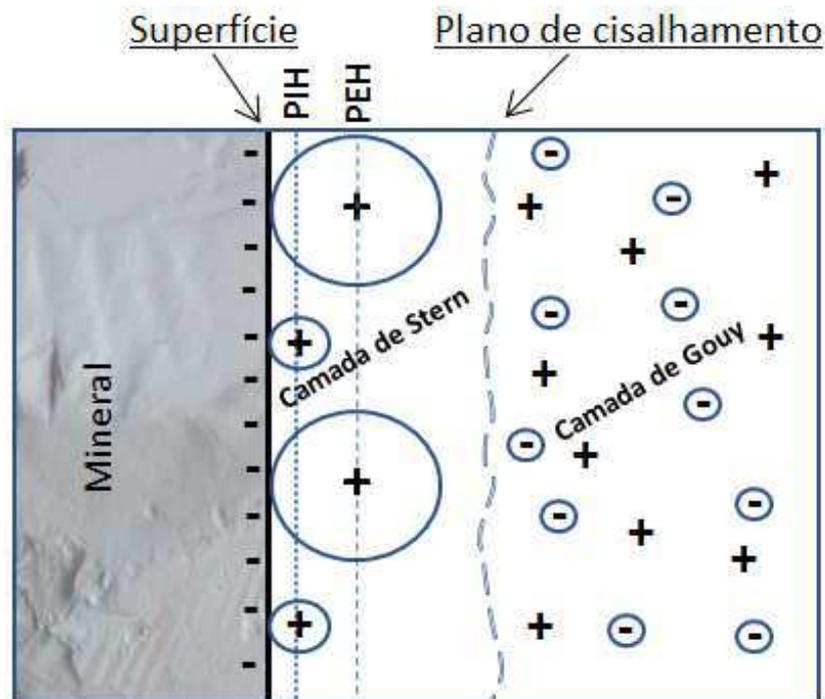


Figura 15 - Esquema modificado da dupla camada elétrica de uma partícula mineral em uma solução aquosa (FREIRE, 1985 *apud* SILVA, 2002)

PIH: Plano Interno de Helmholtz

PHE: Plano Externo de Helmholtz

⊕ Íon adsorvidos especificamente (menor adsorção química)

⊕ Íon adsorvidos não especificamente (menor atração física)

⊖ Co-íon que vem da superfície mineral para a região aquosa

+ Coíon ou contra íon presente na região aquosa.

Stern formulou através das combinações das teorias de Helmholtz e Gouy-Chapman, que na dupla camada elétrica os íons possuem energia de interação e são do tamanho finito. Destarte, os íons atingirão a superfície de forma limitada a alguns nanômetros de distância da superfície da partícula. Os íons que equilibram a carga superficial estão presentes tanto na camada de Stern como na camada difusa de Gouy-Chapman. Assim a camada de Stern é constituída pelos íons adsorvidos especificamente em contato ou mais próximos à superfície e a camada de Gouy ou difusa é constituída pelos íons afastados da superfície em relação aos da camada de Stern, mas, sobretudo, relacionados à superfície por atração eletrostática. (FONTES e ALLEONE, 2006).

2.6.2 Potencial Zeta

Conforme foi visto na Figura 15, a dupla camada elétrica é representada pelas duas primeiras regiões. O único potencial elétrico que pode ser medido experimentalmente é o potencial no plano de cisalhamento ou plano zeta. A superfície da partícula de carga geralmente negativa, principalmente em argilominerais e o plano interno de Helmholtz é uma região localizada entre o plano da superfície mineral e o centro do raio dos íons quimicamente adsorvidos. Por outro lado, na região de dupla camada e justamente no plano de cisalhamento o potencial zeta pode ser medido.

Quando o potencial é igual a zero, esse valor corresponde ao Ponto isoelétrico (PIE) que normalmente está referenciado a um valor de pH. Dessa forma, determinar o potencial zeta é de grande valia quando o intuito é estudar a estabilidade ou instabilidade de dispersões coloidais. A quantificação dele permite ter um referencial da magnitude da repulsão ou atração de cargas elétricas. A comparação entre a variação do pH e o potencial zeta define se a carga superficial líquida das partículas é positiva se ($\text{pH} < \text{PIE}$), negativa ($\text{pH} > \text{PIE}$) ou nula se ($\text{pH} = \text{PIE}$) (MONTE e PEREZ, 2010).

2.6.3 Forças de atração de Van der Waals

As forças de Van der Waals, segundo Rajagopalan (1997) *apud* Ghosh (2012), envolvem fraca interação entre os átomos e moléculas e são diferentes das ligações covalentes e iônicas. Como sua origem é a nível atômico, essas forças são importantes em todos os aspectos envolvendo materiais. As forças de Van der Waals não são tão fortes como as forças

de Coulomb ou de ligação por pontes de hidrogênio, contudo são onipresentes. A energia total de interação devido às forças de Van der Waals possui três componentes:

- (I) interação entre dois dipolos induzidos, conhecida como força de dispersão de London;
- (II) interação entre dois dipolos permanentes, conhecida como força de orientação de Keesom, e;
- (III) interação entre um dipolo permanente e um dipolo induzido, conhecido como força de indução de Debye.

As principais características das forças de dispersão podem ser resumidas da seguinte maneira:

- (I) São forças de longo alcance e dependendo da situação podem ser eficazes a partir de grandes distâncias em nível atômico (maior que 10 nm) até espaçamentos Inter atômicos.
- (II) Essas forças podem ser repulsivas ou atrativas, mas em geral, a força de dispersão entre duas moléculas ou partículas não segue uma lei definida.
- (III) As forças de dispersão não apenas unem moléculas, mas também tendem a alinhar-se ou orientar-se mutuamente, embora esse efeito de orientação seja fraco.
- (IV) A interação de dispersão de duas partículas é afetada pela presença de outras partículas próximas. Isso é conhecido como a não aditividade de interação.

A dupla camada elétrica é de extrema importância na estabilização de emulsões, espumas e coloides. Dessa forma, o efeito combinado das forças de Van der Waals e a dupla camada elétrica entre duas superfícies é descrito pela teoria de Derjaguin, Landau, Verwey e Overbeek, mais conhecida como a teoria DLVO.

2.6.4 Teoria DLVO

A interação entre partículas constituída exclusivamente da atração das forças de Van der Waals e da repulsão da dupla camada elétrica é tratada pela teoria DLVO. Para partículas de mesma natureza as forças de Van der Waals serão sempre atrativas, independentemente da

carga das partículas e do pH do meio. A adsorção química ou física de íons ou moléculas na superfície das partículas possibilita a produção de potenciais repulsivos de longo alcance. Esse efeito pode ser comparado à superposição da dupla camada elétrica que produz a repulsão eletrostática das partículas em geral, porém depende das distâncias entre partículas do potencial elétrico da superfície e do pH do meio (OLIVEIRA e TOREM, 1998; CAMILO, 2014).

Com relação às distâncias, de acordo com Oliveira e Torem (1998), entre partículas: distâncias muito pequenas a atração de Van der Waals é predominante e conseqüentemente as partículas se mantêm unidas em um mínimo quase infinito de energia de interação, denominado mínimo primário (MP) (Figura 16).

A energia potencial total de interação (V_T) é em função da distância de separação entre partículas, assim sendo a repulsão eletrostática é sempre mostrada como uma curva positiva e a força de Van der Waals é mostrada como uma curva negativa, conforme $V_T = V_A + V_R$ (Figura 16).

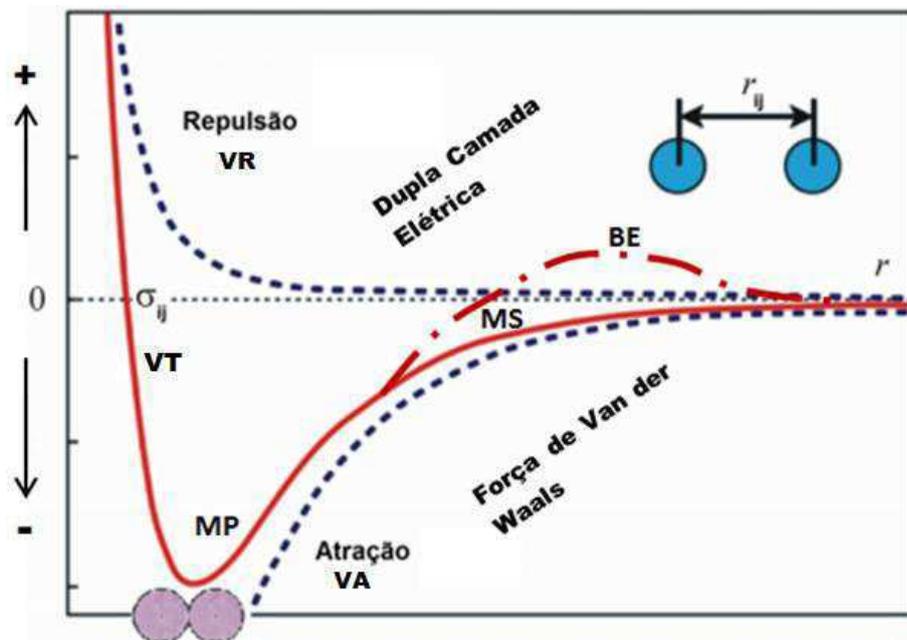


Figura 16 - Diagrama da teoria DLVO clássica, contendo as curvas de energia de interação repulsiva, atrativa e total, em função da distância entre partículas (Modificada de FREIRE, 1985 *apud* SILVA, 2002; OLIVEIRA e TOREM, 1998)

Essa mesma figura mostra os pontos de mínimo primário (MP) que representa uma distância muito pequena entre partículas. O sistema é denominado instável e a aproximação suficiente entre partículas geram agregação. A barreira de energia (BE) indica o ponto

máximo da energia de repulsão. O mínimo secundário (MS) é onde a energia de atração é mais fraca, devido à distância relativamente grande entre partículas, podendo haver agregação; (FREIRE, 1985 *apud* SILVA, 2002; OLIVEIRA e TOREM, 1998).

Ainda fundamentado em Freire (1985) *apud* Silva (2002), quando o componente correspondente a energia de atração (V_A) for maior que o componente de energia de repulsão (V_R) entre partículas, ou seja, $V_A > V_R$, ocorrerá agregação e o sistema mostrar-se-á instável. Caso contrário, quando a repulsão eletrostática prevalecer sobre as forças de Van der Waals, $V_R > V_A$, ocorrerá a dispersão e o sistema será estável.

2.7 Sedimentação - Lei de Stokes

Segundo Tomaz (2013), a sedimentação de uma partícula sólida dentro de um líquido é representada através da Lei de Stokes. Essa lei segue os seguintes parâmetros: as partículas não são influenciadas nem por outras partículas nem pelas paredes dos reservatórios que estão imersas; partículas esféricas; a viscosidade da água; o peso específico da partícula e o peso específico do meio são conhecidos.

A Lei de Stokes aplica-se a partículas com diâmetros de até 0,10 mm quando o número de Reynolds é menor que 1. Assim, a velocidade de sedimentação é calculada em função do diâmetro da partícula, através da equação 2.

$$V_s = \frac{d^2(\gamma_s - \gamma)}{18 \mu} \quad [2]$$

Considerando:

V_s = velocidade de sedimentação da partícula ($m.s^{-1}$);

d = diâmetro da partícula (mm)

γ = Peso volúmico da água a 20 °C = 9.792,34 $N.m^{-3}$ (VASCONCELOS, 2004 p. 3)

$\gamma_s / \gamma = 2,65$ (densidade relativa do quartzo em relação a água)

γ_s = peso específico da partícula do sólido (quartzo) = 25.949,701 $N.m^{-3}$

(TOMAZ, 2013).

μ = viscosidade dinâmica da água a 20 °C = 0,00101 $N. s.m^{-2}$;

2.8 Ensaios de caracterização

A caracterização é um processo que fornece informações físicas, químicas e mineralógicas de uma determinada amostra. É um somatório de técnicas de laboratório utilizadas na identificação e quantificação dos elementos. Dentre as várias técnicas de caracterização, as mais usuais são a Fluorescência de Raios X (FRX) e a Difração de Raios X (DRX).

Em resumo, de acordo com Santos (2009), a espectroscopia por fluorescência de raios X é uma técnica para determinar a composição química dos materiais de forma não destrutiva, provendo assim os percentuais dos óxidos presentes em uma amostra.

A difração de raios X é uma das principais técnicas de caracterização e identifica de forma qualitativa as substâncias presentes em um determinado material, através da avaliação das posições dos picos num difratograma. Além de determinar os parâmetros da cela unitária, identificação das fases cristalinas e os pontos de simetria.

A posição dos picos difratados refere-se à distância interplanar basal dos planos cristalográficos paralelos que é única para cada composto identificado com base na comparação entre seus picos difratados e padrões conhecidos (SANTOS, 1975).

2.9 Balanço de massa

A regra mais importante, segundo o que rege a contabilidade de uma planta de processamento mineral ou uma operação unitária dentro desse processo, é que a massa não pode ser criada nem destruída (princípio da conservação de massa), ou seja, a massa que entra no processo sai em seus produtos. De acordo com Oliveira (1997), para determinar o desempenho operacional em um processo físico ou químico de elementos ou compostos, é importante conhecer o balanço de massas e concentrações dos elementos nos diferentes fluxos circulantes nos equipamentos.

No Brasil, as indústrias de beneficiamento de minérios calcula o balanço de massa em suas unidades através da determinação das vazões e composições químicas dos elementos ou compostos em amostragens realizadas, geralmente, nos pontos de saída do circuito, utilizando a fórmula dos dois ou três produtos (Equação 3) ou através de programas computacionais como por exemplo o USIM PAC (OLIVEIRA, 1997).

Considerando uma alimentação, as massas da alimentação (A), do concentrado (C) e do rejeito (R) e suas respectivas análises químicas a ; c e r , as equações de conservação de massa podem ser definidas como:

$$A = C + R \quad [3]$$

$$A \cdot a = C \cdot c + R \cdot r \quad [3.1]$$

Substituindo o valor de R da equação (3) e aplicando na equação obtemos:

$$A \cdot a = C \cdot c + (A - C) \cdot r \quad [3.2]$$

A relação de concentração A/C será dada por:

$$\frac{A}{C} = \frac{c-r}{a-r} \quad [3.3]$$

A recuperação metalúrgica será:

$$R_{met.} = \frac{100 \cdot c(a-r)}{a(c-r)} \quad [3.4]$$

A recuperação mássica, que será utilizada em nosso trabalho, será definida pela seguinte equação:

$$R_{mas} = \frac{C}{A} * 100 \quad [3.5]$$

3. MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho foi dividido em três etapas. A primeira etapa expõe os aspectos teóricos e os objetivos que norteiam o tema da pesquisa, juntamente com a análise e a discussão dos resultados dos ensaios físicos, realizados em uma unidade piloto de hidrociclonagem, com o resíduo de caulim.

A segunda etapa tratará do estudo com reagentes químicos hidróxido de sódio (NaOH), carbonato de sódio (NaCO₃), óxido de cálcio (CaO), silicato de sódio (Na₂SiO₃) e hexametáfosfato de sódio (NaPO₃)₆, que serão utilizados para melhorar a dispersão das partículas de caulinita nos ensaios de hidrociclonagem.

Na terceira e última etapa do trabalho serão realizados ensaios na unidade piloto de hidrociclonagem, utilizando as melhores condições obtidas nas etapas anteriores. Faz-se necessário destacar que em todas as etapas do trabalho será tratada a análise e a discussão dos resultados.

3.1 Materiais

Os materiais utilizados:

No campo: sacolas plásticas de 50 kg; sacolas plásticas de 5 kg; canetas e etiquetas; pá e carro de mão; câmera fotográfica digital; Equipamento de Proteção Individual (EPI).

No laboratório

Ensaio no hidrociclone: lona 3 m²; estufa para secagem do material; quarteador tipo Jones; conjunto de peneiras (série Tyler); baldes; provetas (2.000 mL e 1.000 mL); bequer (1.000 mL, 500 mL, 250 mL, 100 mL e 50 mL); funil; cronômetro; EPI,s (protetor auricular, luvas e óculos); prancheta e vasilhames de vidro para secagem do material peneirado.

Ensaio de dispersão: Balança analítica (Acculab) com quatro casas decimais; Phmetro (Analiser – modelo pH300M); bomba de vácuo e compressor rotativo (Primar- modelo 141); agitador mecânico (Fisatom – modelo 713 A) de 0 a 5000 rpm; bequer de 500 mL; proveta de 250 mL; hidróxido de sódio (NaOH); carbonato de sódio (Na₂CO₃); óxido de cálcio (CaO); hexametáfosfato de sódio (NaPO₃)₆; silicato de sódio (Na₂SiO₃); 10 kg de Caulim menor que 44 µm (0,044 mm) e água destilada.

3.2 Métodos

A pesquisa incluiu visitas e trabalhos de campo realizadas na empresa MJ Silva, região de Galo Branca em Equador-RN, ensaios laboratoriais realizados no Laboratório de Tratamento de Minérios do IFPB, *Campus Campina Grande* e a elaboração da dissertação, desenvolvida nas seguintes etapas:

3.2.1 Pesquisa bibliográfica

A revisão bibliográfica foi realizada consultando-se artigos científicos, teses de doutorados e dissertações de mestrado visando referenciar e relacionar os temas de interesse como: a geologia, a classificação dos pegmatitos, os diversos tipos de caulins, a dispersão de partículas e o processo de classificação em uma planta piloto de hidrociclonagem, como também outros aspectos relevantes à pesquisa.

3.2.2 Visitas de campo

As visitas de campo tiveram como objetivo a coletar de amostras do resíduo de caulim da unidade de beneficiamento da empresa MJ Silva, situada no município de Equador-RN.

3.2.3 Amostragem e preparação

As amostras para a realização dos ensaios em laboratório foram coletadas nas pilhas de resíduos denominados de “sarrabulho” e “siri”, provenientes da etapa de peneiramento no Tromell - peneira rotativa. Foram recolhidos aproximadamente 300 kg de amostras. Esse material foi seco ao ar livre e separado em seis lotes de 50 kg. Cada lote foi homogeneizado e peneirado abaixo de 28 malhas ou 589 μm (0,589 mm), com a finalidade de obter uma granulometria de corte destinado à alimentação do hidrociclone.

3.2.4 Ensaio na unidade piloto de hidrociclonagem

Foram realizados os ensaios em uma unidade piloto de hidrociclonagem, pertencente ao Laboratório de Tratamento de Minérios do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba-IFPB, *campus Campina Grande*.

Esta unidade de hidrociclonagem é composta por um tanque de condicionamento de polpa com capacidade de até 120 Litros, um agitador mecânico de palhetas simples,

um rotor de borracha acoplado a um motor, um manômetro, um conjunto composto por quatro hidrociclones com dimensões diferentes, válvula de alimentação e válvula de alívio, ambas de operação manual para o controle da vazão da alimentação. A unidade de operação conta ainda, com um quadro de comandos, sem inversor de frequência, para o acionamento dos motores (Figura 17).



Figura 17 - Unidade piloto portátil de hidrociclone no Laboratório de Tratamento de Minérios do IFPB, *campus* Campina Grande

Nesses ensaios foram determinados os seguintes parâmetros: vazão e pressão da polpa na alimentação, vazão da polpa no overflow e underflow, análise granulométrica por peneiramento via a úmido e ainda, a determinação das variáveis operacionais como: porcentagem de sólidos, diâmetro de abertura do ápex e diâmetro do vortex finder.

3.2.4.1 Ensaios de vazão da polpa.

Os ensaios de vazão da polpa na alimentação e no overflow utilizaram o método da vazão volumétrica direta (Equação 4), através de volume conhecido (Proveta de 2.000 mL) e um cronômetro. Foram realizados diversos ensaios de vazão e em cada um deles foi medido a pressão manométrica na alimentação do hidrociclone.

$$Qv = \frac{v}{T} \quad [4]$$

Onde:

$Qv = \text{Vazão (mL.s}^{-1}\text{)}$

$v = \text{Volume (mL)}$

$T = \text{Tempo para encher um recipiente (s)}$

Para obter a melhor configuração e operação do hidrociclone foram utilizados dois ápex de abertura de 12 e 15 mm. Não se utilizou o ápex de 10 mm, pois há entupimento do material ; três vortex finder de 20, 25 e 30 mm de diâmetro; a porcentagem de sólidos variou entre 20, 25 e 30% e o tempo de agitação para todos os testes foi de 5 min. Como na unidade piloto não tem inversor de frequência para o controle de pressão, foi utilizado as válvulas de abertura da alimentação (VA) e a válvula de alívio (BP) do hidrociclone para tal função. Assim, o hidrociclone operou com VA em 1/4, 2/4, 3/4 e 4/4 (abertura total da válvula) e BP variou sua abertura em 1/3, 2/3 3/3 (abertura total da válvula) (Figura 18).



Figura 18 - Válvulas de operação da unidade piloto de hidrociclonagem do IFPB, campus Campina Grande

3.2.4.2 Ensaios de Granulometria

Os ensaios de granulometria foram realizados através do peneiramento via a úmido, utilizando uma sequência de peneiras de 35, 48, 80, 100, 140 e 200 malhas ou respectivamente 0,417; 0,295; 0,177; 0,147; 0,105 e 0,074 mm, para os ensaios com a fração do overflow. Além dessas peneiras foi utilizada a peneira de 325 malhas (0,044 mm) para o ensaio granulométrico da alimentação (Figura 19). Após o peneiramento, todo o material foi seco em estufa a 110 °C por 24h e posteriormente pesado.



Figura 19 - Sistema de peneiramento a úmido desenvolvido pelo autor no laboratório de tratamentos de minérios do IFPB, *Campus* Campina Grande

3.2.5 Ensaios de caracterização

A caracterização das amostras da alimentação e dos produtos de hidrociclonagem foi determinada por meio das seguintes técnicas: análise granulométrica por peneiramento a úmido, análise química e mineralógica através da fluorescência de raios X (FRX) e da difração de raios X (DRX), respectivamente.

Os ensaios granulométricos foram realizados no Laboratório de Tratamentos de Minérios do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba (IFPB), *campus* Campina Grande. Já os ensaios de FRX e DRX foram realizados no Laboratório de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG).

3.2.5.1 Fluorescência de raios X

As amostras do resíduo de caulim da alimentação e dos produtos de hidrociclonagem foram peneiradas abaixo de 74 μm (0,074 mm) e através do método de pastilha prensada, submetidas à análise química por fluorescência de raios X.

O espectrômetro determina, através da aplicação de raios X na superfície da amostra, a proporção de cada elemento químico. O equipamento utilizado para esta análise foi o EDX modelo 720 da Shimadzu. A produção dos raios X é feita por meio de um tubo com alvo de

Rh. Nessa análise foram determinados os percentuais de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O , dentre outros.

3.2.5.2 Difração de raios X

Uma pequena quantidade de amostras do resíduo de caulim menor que $74\mu\text{m}$ ($0,074\text{ mm}$) das etapas de hidrociclonagem foram acondicionadas no porta amostra de alumínio, para análise por difração de raios X, no equipamento XRD modelo 6000 da Shimadzu. A radiação utilizada foi $\text{K } \alpha$ do Cu , tensão de 40kV , corrente de 30mA , velocidade do goniômetro de $2^\circ.\text{min}^{-1}$ e passo de $0,02^\circ$ com varredura de 5° até 40° .

3.2.6 Ensaios de dispersão com a caulinita

Foram realizados ensaios em duplicado ou triplicado de agitação da polpa, utilizando a Lei de Stokes (sedimentação de partículas), conforme ilustrado na Figura 20. Com o propósito de avaliar: variação do pH, porcentagem de sólidos, velocidade e tempo de condicionamento o tipo e a concentração de dispersantes.

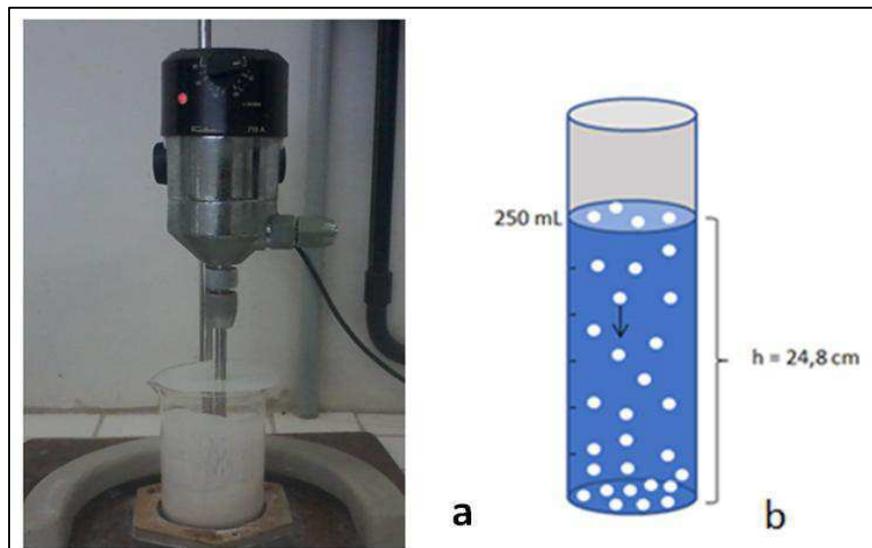


Figura 20 - Ensaios de dispersão a: agitação da polpa e b: ensaio de sedimentação na proveta, pela Lei de Stokes

Para realizar os ensaios de agitação foi utilizado um agitador mecânico com velocidade de rotação de até 5.000 rpm , um béquer de 500 mL e caulinita com granulometria menor que $44\mu\text{m}$.

Nos ensaios de sedimentação e de dispersão, com base na Lei de Stokes, foi utilizada uma proveta de 250 mL, água destilada e uma bomba de sucção. A velocidade de sedimentação da partícula de caulinita foi determinada pela Equação 5.

$$V_s = d^2 (\gamma_s - \gamma) / (18 \cdot \mu) \quad [5]$$

Para essa equação foram atribuídos os seguintes valores:

d = diâmetro da partícula de caulinita (0,044 mm)

γ = Peso volúmico da água a 20° C = 9792,34 N/m³

γ_s / γ = 2,63 (densidade relativa da caulinita em relação a água)

γ_s = peso específico da partícula do sólido (caulinita ≈ quartzo) = 25949,701 N/m³

μ = viscosidade dinâmica da água a 20° C = 0,00101 N. s /m²,

Assim:

$$V_s = [(25949,701 - 9792,34) / (18 \times 0,00101)] d^2$$

Para d em milímetros temos:

$$V_s = \{ [(25949,701 - 9792,34) / (18 \times 0,00101)] / 1 \times 10^6 \} \times d^2, \text{ então:}$$

$$V_s = 0,8887 \times d^2$$

$$V_s = 0,8887 \times d^2$$

d = diâmetro da partícula de caulinita (0,044 mm)

$$V_s = 0,8887 \times 0,044^2 = 0,0017205232 \text{ m.s}^{-1}.$$

O diâmetro da partícula de caulinita é 0,044 mm, a altura da proveta é de 24,8 cm. A Equação 6 representa a velocidade média e a partir dela encontra-se o tempo de sedimentação da partícula.

$$Vm = \frac{\Delta s}{\Delta t} \quad [6]$$

Vm = velocidade média (m.s⁻¹)

Δs = Deslocamento (m)

Δt = Tempo de deslocamento (s)

Então:

$$0,00172 = \frac{0,248}{t} \therefore t = 144,1 \text{ s ou } 2 \text{ min } 40 \text{ s} = \text{Tempo de sedimentação da partícula.}$$

3.2.6.1 Ajuste do pH da polpa

Para o ajuste do pH da polpa foi utilizado uma solução aquosa ácida com concentração de HCl de $2,7 \text{ mol.L}^{-1}$ e uma solução sódica com uma concentração de carbonato de sódio (Na_2CO_3) igual a $0,9 \text{ mol.L}^{-1}$. Em seguida, a polpa com 30% de sólidos foi agitada em um agitador mecânico a uma velocidade de 500 rpm por um tempo de condicionamento de 2 min. Os ensaios foram realizados em diversos pH: 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0 e 12,0.

Uma alíquota de 10 mL dessa polpa foi retirada com auxílio de uma pipeta e colocada em uma proveta de 250 mL, contendo água destilada para o ensaio de dispersão (disp.) ou sedimentação (sed.), controlado o tempo de sedimentação das partículas em 2min40s. Para tanto, foi utilizada a Lei de Stokes.

Após esse tempo, com auxílio da bomba de vácuo foi retirada uma amostra do material dispersado na proveta. Esse material juntamente com o material que ficou no fundo da proveta foi filtrado e pesado, em consonância com a rota mostrada na Figura 21. O último passo foi determinar qual o pH, dentre os citados anteriormente, obteve o maior grau de dispersão de partículas.



Figura 21 - Rota dos ensaios de dispersão das partículas de caulinita.

Após selecionar o melhor pH nos ensaios de dispersão, foram utilizados mais dois reguladores: NaOH e CaO com a concentração de $2,5 \text{ mol.L}^{-1}$ e $1,78 \text{ mol.L}^{-1}$, respectivamente. Com eles foram efetuados outros ensaios, nas mesmas condições descritas acima, com o intuito de determinar qual dos três reagentes teria maior eficiência na dispersão da caulinita.

3.2.6.2 Porcentagem de sólidos da polpa

Com um determinado valor de pH e mantendo-se constantes as variáveis: velocidade de agitação, tempo de condicionamento e tempo de agitação foi variado a porcentagem de sólidos na polpa em 20, 25, 30, 35, 40 e 45%. Seguindo a mesma rota apresentada na Figura 21, foi determinada a porcentagem de sólidos que resultou em maior dispersão da caulinita.

3.2.6.3 Velocidade de agitação e o tempo de condicionamento

Para determinar a velocidade de agitação e o tempo de condicionamento, com o pH e a porcentagem de sólidos determinados em ensaios anteriores, variou-se a velocidade de agitação em: 500, 750, 1.000 e 1.250 rpm. Determinada a melhor velocidade de agitação, foi a vez de encontrar o melhor tempo de condicionamento em 2, 5, 7 e 10 min. Depois da determinação das melhores condições de todas as variáveis citadas foi estudado a eficiência de dispersantes químicos na dispersão das partículas de caulinita.

3.2.6.4 Efeito de dispersantes químicos

Para os ensaios com dispersantes químicos foram utilizados o hexametáfosfato de sódio e silicato de sódio nas seguintes dosagens: 50, 100, 200, 400, 600, 800 e 1.000 g.t⁻¹.

Finalmente, após determinar os melhores parâmetros operacionais do hidrociclone e as melhores condições nos ensaios de dispersão da caulinita, foram realizados novos ensaios de hidrociclonagem na unidade piloto.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta parte serão apresentados e discutidos os resultados obtidos nos ensaios preliminares de hidrociclonagem em planta piloto, nos ensaios em laboratório da dispersão das partículas de caulinita, na caracterização física, química e mineralógica e finalmente, nos ensaios em planta piloto de hidrociclonagem com as melhores condições apresentadas nos ensaios anteriores.

4.1 Ensaio de hidrociclonagem

4.1.1 Ensaio da vazão da polpa

4.1.1.1 Efeito da abertura do ápex

Para as aberturas do ápex de 12 e 15 mm foram ajustadas as posições de abertura das válvulas de alimentação em quatro posições: 1/4, 2/4, 3/4 e 4/4 (totalmente aberta). A válvula do By pass também foi ajustada em quatro posições: fechada, 1/3, 2/3 e 3/3 (totalmente aberta), mantendo-se constante o diâmetro do vortex finder em 30 mm e a porcentagem de sólidos em 20%. Os resultados são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Ensaios de hidrociclonagem com diferentes aberturas de ápex.

Ápex Φ (mm)	Válvula da Alimentação	Válvula do By Pass	Pressão (kgf.cm ⁻²)	Vazão (L.h ⁻¹)		
				Overflow	Underflow	Alimentação
12	Aberta em 1/4	Fechada	1,12	4.813,48	575,08	5.388,56
		Aberta em 1/3	0,61	2.515,66	969,95	3.485,61
		Aberta em 2/3	0,31	2.219,18	984,17	3.203,35
		Aberta (3/3)	0,31	2.070,59	942,86	3.013,45
	Aberta em 2/4	Fechada	1,17	4.813,48	575,07	5.388,55
		Aberta em 1/3	0,612	2.315,58	975	3.290,58
		Aberta em 2/3	0,41	2.050,91	1.063,63	3.114,54
		Aberta (3/3)	0,30	2.021,92	1.214,28	3.236,20
	Aberta em 3/4	Fechada	1,22	5.052,63	1.053,66	6.106,29
		Aberta em 1/3	0,459	2.170,85	925,14	3.095,99
		Aberta em 2/3	0,41	3.920,55	949,38	4.869,93
		Aberta (3/3)	0,30	2.241,51	816,83	3.058,34
	Aberta (4/4)	Fechada	1,22	4.960,00	1.050,81	6.010,81
		Aberta em 1/3	0,459	2.382,73	931,39	3.314,12
		Aberta em 2/3	0,41	2.236,36	927,27	3.163,63
		Aberta (3/3)	0,30	2.102,65	866,04	2.968,69
15	Aberta em 1/4	Fechada	1,22	4.134,86	1.432,04	5.566,90
		Aberta em 1/3	0,36	2.111,28	1.234,29	3.345,57
		Aberta em 2/3	0,36	1.687,23	1.174,47	2.861,70
		Aberta (3/3)	0,31	1.534,34	1.265,93	2.800,27
	Aberta em 2/4	Fechada	1,38	4.120,23	1.465,71	5.585,40
		Aberta em 1/3	0,36	1.685,11	1.206,49	2.891,60
		Aberta em 2/3	0,61	2.050,63	1.623,78	3.674,41
		Aberta (3/3)	0,51	1.575,00	1.378,29	2.953,29
	Aberta em 3/4	Fechada	1,38	4.402,88	1.335,48	5.738,36
		Aberta em 1/3	0,77	1.626,47	884,39	2.510,86
		Aberta em 2/3	0,77	1.305,26	956,96	2.215,96
		Aberta (3/3)	0,56	1.523,08	910,84	2.433,92
	Aberta (4/4)	Fechada	1,33	4.220,69	1.392,00	5.612,69
		Aberta em 1/3	0,61	2.048,54	1.690,14	3.738,68
		Aberta em 2/3	0,51	1.611,63	1.588,83	3.200,46
		Aberta (3/3)	0,41	1.777,22	1.400,00	3.177,22

A Tabela 4 mostra que a vazão (L.h⁻¹) do overflow aumenta sempre que a válvula do By pass está na posição fechada, direcionando toda a polpa para alimentação do hidrociclone. Devido a esse direcionamento, o volume da polpa aumenta e conseqüentemente a pressão de alimentação do hidrociclone também aumenta. De acordo com Sampaio, França e Braga

(2007), uma pressão superior a $1,0 \text{ atm} \approx 7,2 \text{ bar}$ ($7,34 \text{ kgf.cm}^{-2}$) pode, dependendo do material, apresentar um aumento nos custos operacionais, assim como também a manutenção constante do rotor e do motor da bomba de polpa. Observa-se na tabela que os valores de pressão medidos foram menores do que os citados na literatura por Sampaio, França e Braga (2007).

Os resultados mostraram que com ápex de 12 mm foram obtidas maiores vazões no overflow (material fino) do que com o ápex de 15 mm, independente da posição de abertura que a válvula de alimentação se encontre. Não ocorreu o mesmo resultado com a válvula do By pass na posição fechada. Esse material descarregado pelo overflow, provavelmente, apresenta uma significativa concentração do concentrado de caulinita. A maior vazão do overflow, de $5.052,63 \text{ L.h}^{-1}$, foi com o ajuste do diâmetro do ápex em 12 mm, posição da válvula de alimentação em 3/4 e a posição do by pass fechada.

Por outro lado, o tipo de descarga do fluxo do underflow influencia também na classificação de partículas pelo hidrociclone. Na Figura 22 mostra que o tipo de descarga do underflow é de um cone de pequeno ângulo, o que acarretaria uma classificação ideal do hidrociclone.



Figura 22 - Ensaio de hidrociclonação, em destaque a descarga do underflow em formato de um cone de pequeno ângulo.

Conforme afirma Sampaio, França e Braga (2007, p. 145), “o operador percebe a operação eficiente do hidrociclone, quando no underflow, o fluxo, descarrega na forma de um cone de ângulo pequeno, que é a posição adequada à classificação perfeita”.

4.1.1.2 Efeito do Diâmetro do Vortex finder

Os diâmetros utilizados no vortex finder foram 20, 25, e 30 mm, mantendo-se constantes as mesmas variáveis do ensaio anterior. A vazão de alimentação que apresentou o melhor resultado foi com a abertura do ápex de 12 mm, posição de abertura da válvula de alimentação em 3/4 e a válvula do By pass na posição fechada. A porcentagem de sólidos foi de 20%. Os resultados são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Ensaios realizados com variação do diâmetro do vortex finder.

	Vortex finder (diâmetro em mm)					
	20		25		30	
Φ Apex 12 mm; 20% sol.	Overflow (L.h ⁻¹)	3.302,16	Overflow (L.h ⁻¹)	4.464,57	Overflow (L.h ⁻¹)	5.052,63
	Underflow (L.h ⁻¹)	1.237,50	Underflow (L.h ⁻¹)	1.200,00	Underflow (L.h ⁻¹)	1053,66
VA 3/4 e BP fechada	Alimentação (L.h ⁻¹)	4.539,66	Alimentação (L.h ⁻¹)	5.664,57	Alimentação (L.h ⁻¹)	6.106,29
	Pressão (kgf.cm ⁻²)	0,7	Pressão (kgf.cm ⁻²)	1,1	Pressão (kgf.cm ⁻²)	1,2

A Tabela 5 mostra que o vortex finder de 30 mm apresentou uma vazão no overflow de 5.052,63 L.h⁻¹. Um aumento de aproximadamente 13,7% e 53% em relação à vazão dos vortex finder de 25 e 20 mm, respectivamente. Esse resultado mostra que com o aumento do diâmetro do vortex finder, a vazão no underflow tende a diminuir e a vazão no overflow a aumentar, elevando assim, a pressão de alimentação da polpa.

Sampaio, França e Braga (2007) asseveram que as dimensões do vortex finder acarretam uma influência significativa sobre a eficiência da classificação e a capacidade do hidrociclone. Sendo que o aumento do diâmetro do vortex finder contribui para um aumento no diâmetro de corte das partículas no overflow. Essa afirmação dos autores foi observada nos ensaios granulométricos, os quais serão apresentados nos itens seguintes.

Por outro lado, segundo Martinez *et al.* (2008), poderá ocorrer um arraste de partículas (ou curto-circuito), gerado entre a alimentação e a parede externa do vortex finder, que poderá diminuir o tempo de residência das partículas dentro do hidrociclone e afetar a eficiência da classificação.

Cabe destacar ainda, que a altura do vortex finder poderá contribuir na eficiência da classificação das partículas, desde que não seja tão grande que atinja o fluxo caótico, fazendo

com que algumas partículas grosseiras saiam pelo overflow, diminuindo a eficiência de classificação no hidrociclone (MARTÍNEZ *et al.*, 2008).

Com relação ao formato da saída do fluxo no underflow, observou-se que ao utilizar o vortex finder de maior diâmetro, ocasionou uma diminuição considerável do ângulo da descarga da polpa, podendo ocasionar aumento no diâmetro de corte das partículas no overflow.

4.1.2 Influência da Análise Granulométrica

Os ensaios granulométricos foram realizados, a princípio, no fluxo da alimentação e do overflow, material de interesse da pesquisa, seguidos do controle das válvulas de alimentação e do By pass.

4.1.2.1 Na alimentação

A Figura 23 mostra que o material (resíduo de caulim) alimentado no hidrociclone tem aproximadamente 53% em peso de material passante em 200 malhas (0,074mm). Essa granulometria é normalmente utilizada na indústria de caulim, para fins comerciais (VIDAL, 2017).

Observa-se também que na Figura 23 aproximadamente 32% em peso de material encontra-se em granulometria menor que 325 malhas (0,044 mm). Segundo Oliveira e Barbosa (2006) apud Vidal (2017), um caulim com granulometria menor que 0,044 mm apresenta-se com um alto teor de caulinita.

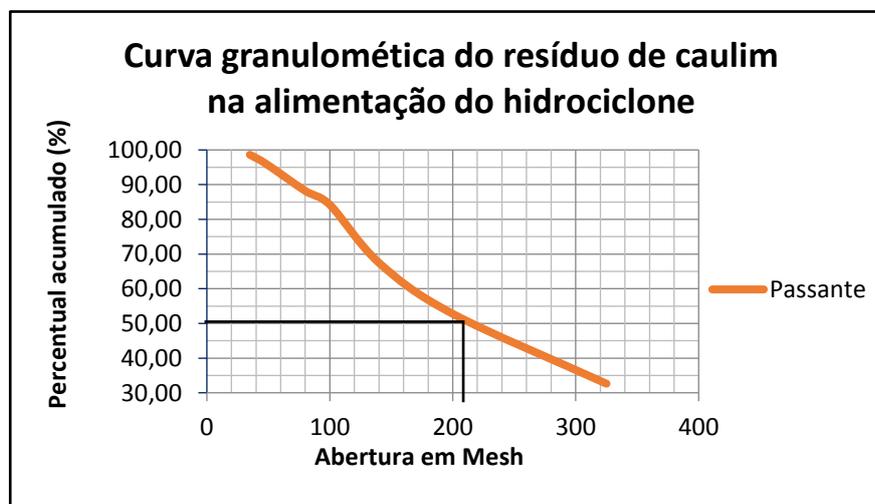


Figura 23 - Curva granulométrica da alimentação do hidrociclone.

A granulometria de 200 malhas (0,074 mm) é a fração referencial neste trabalho por ser esta a granulometria utilizada pela maioria das empresas, situadas nos Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte, para fins comerciais.

Os resultados mostraram que o resíduo de caulim, gerado na unidade de beneficiamento da empresa MJ Silva, tem mais de 53% de concentrado de caulinita, isto é, material que poderia ser aproveitado para produzir receita, ao invés de constituir um passivo ambiental.

4.1.2.2 No overflow

Os resultados dos ensaios encontram-se mostrados na Figura 24. Os ensaios foram realizados com a abertura do ápex de 12 mm, vortex finder 25 mm, abertura de alimentação da válvula em 3/4, válvula do By pass na posição fechada e 20% de sólidos na polpa.

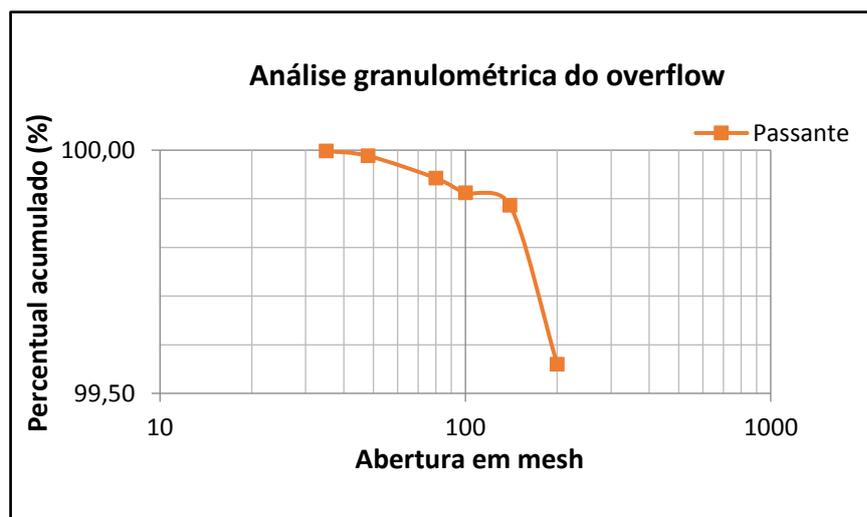


Figura 24 - Curva granulométrica do overflow do hidrociclone

A distribuição granulométrica no overflow mostrou que o material passante em 200 malhas (0,074 mm) correspondeu a 99,56% em massa, indicando uma boa eficiência de classificação. O material a cima dessa granulometria foi de aproximadamente 0,44%. Esses resultados mostraram que o material fino (fração menor que 200 malhas), quase que em sua totalidade, está sendo direcionado para o overflow.

4.1.3 Influência da Porcentagem de sólidos

Os ensaios foram realizados com porcentagens de sólidos de 20, 25 e 30%, mantendo-se constante o ápex de 12 mm, vortex finder de 25 mm, abertura da válvula de alimentação em 3/4 e By pass na posição fechada. Os resultados encontram-se na Figura 25.

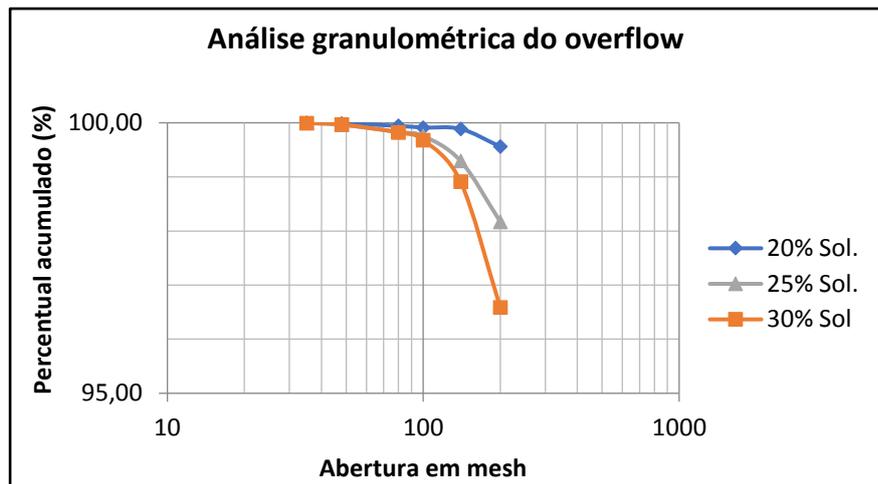


Figura 25 - Influência da porcentagem de sólidos sobre a fração do overflow do hidrociclone

Os resultados mostraram que quando aumenta a porcentagem de sólidos de 20, 25 e 30% respectivamente, diminui a eficiência de classificação no overflow. Neste caso, a fração passante em 200 malhas foi de aproximadamente 99,5; 98,0 e 96,5%, respectivamente.

Com uma porcentagem de sólidos em 20% verificou-se a melhor eficiência de classificação no overflow do hidrociclone, em 99,56% de material menor que 200 malhas (0,074 mm). Esse comportamento deve-se, provavelmente, com as polpas com menores porcentagens de sólidos, nas quais as partículas se encontram com maior distanciamento umas das outras, e, portanto, as taxas de agregação dessas partículas tornam-se menor.

A Tabela 6 mostra os parâmetros operacionais e os melhores resultados alcançados nos ensaios realizados na planta piloto de hidrociclonagem.

Tabela 6 - Parâmetros operacionais dos melhores resultados alcançados nos ensaios realizados na planta piloto de hidrociclonagem.

Parâmetros operacionais do hidrociclone	
Abertura do ápex	12 mm
Diâmetro do vortex finder	25 mm
Velocidade de agitação	420 rpm
Válvula de alimentação	Aberta na posição 3/4
Válvula de alívio (by pass)	Fechada
Tempo de agitação	5 min
Porcentagem de sólidos	20%
Melhores resultados	
Vazão da alimentação	5.464,57 L.h ⁻¹
Vazão no overflow	4.464,57 L.h ⁻¹
Vazão no underflow	1.200,00 L.h ⁻¹
Pressão da alimentação	1,1 kgf.cm ⁻¹
Eficiência de classificação no overflow	99% de partículas menores que 74 µm (0,074mm)

4.2 Caracterização

4.2.1 Análise química

As análises por fluorescência de raios X, da alimentação e dos produtos do hidrociclone overflow e underflow encontram-se apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Composição química por FRX do resíduo de caulim.

Óxidos	Frações (%)		
	Alimentação	Overflow	Underflow
SiO₂	56,781	52,712	59,844
Al₂O₃	35,719	39,966	29,770
K₂O	5,687	5,385	8,617
MgO	1,152	1,136	0,922
Fe₂O₃	0,541	0,697	0,516
MnO	0,039	0,035	0,044
Rb₂O	0,034	0,031	0,053
Ir₂O₃	0,009	0,009	0,000
SO₃	0,000	0,000	0,121
TiO₂	0,000	0,000	0,067
ZnO	0,008	0,005	0,016
ZrO₂	0,007	0,004	0,007
NbO	0,006	0,003	0,010
C	0,000	0,000	0,000
Total	99,991	99,991	99,993

Analisando os resultados na Tabela 7 verifica-se que o resíduo de caulim estudado apresenta teor de sílica (SiO₂) na alimentação, overflow e underflow, respectivamente 56,8%, 52,7% e 59,84% (provenientes, provavelmente, dos minerais argilosos e da sílica livre). O teor de alumínio (Al₂O₃) na alimentação, overflow e underflow é respectivamente 35,7%, 39,9% e 29,8% (oriundos, provavelmente, dos argilominerais e dos feldspatos).

A Tabela 7 mostra ainda, um baixo teor de ferro na alimentação de 0,54% e nos produtos do hidrociclone, overflow e underflow de 0,69% e 0,52%, respectivamente e um teor de óxido de potássio de 5,6% na alimentação com 5,53% no overflow e 8,62% no underflow.

Segundo Santos (1975), a fórmula estrutural da cela unitária da caulinita é Al₄Si₄O₁₀(OH)₈ e a composição percentual dos óxidos são 39,50% de Al₂O₃, 46,54% de SiO₂ e 13,96% de H₂O. Dessa maneira, pode-se comparar a existência de um concentrado de caulinita no resíduo, principalmente na alimentação e no overflow do hidrociclone.

Cabe ressaltar que na análise dos teores de óxidos por fluorescência de raios X (Tabela 7) não foi analisado a Perda ao Fogo (PF).

4.2.2 Análise Mineralógica

O difratograma do resíduo de caulim, apresentado nas Figuras 26 e 27 mostram os principais picos referentes às amostras da alimentação, overflow e underflow nos ensaios de hidrociclonagem.

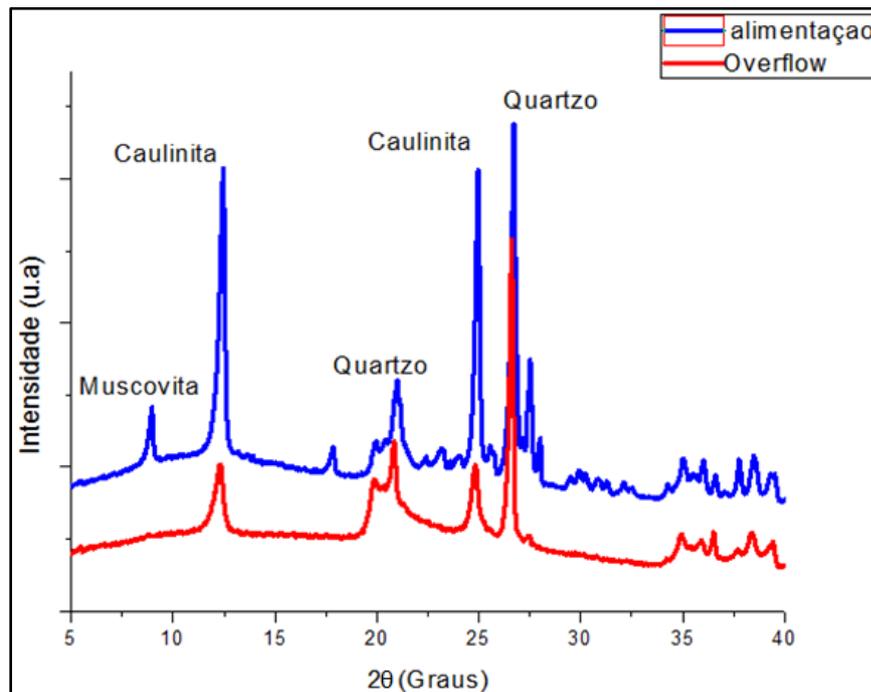


Figura 26 - Difratogramas das amostras do resíduo de caulim na alimentação e no overflow do hidrociclone.

Observa-se na Figura 26 que a intensidade do pico que representa a moscovita aparece na alimentação e não no overflow, evidenciando que esse mineral encontra-se mais expressivamente no underflow (Figura 27). Todavia, o quartzo foi detectado tanto na alimentação quanto nos produtos do overflow e underflow, possivelmente devido a difícil separação quando apresenta em granulometria fina. De acordo com Nascimento (2013), O quartzo quando apresentado em granulometria muito fina, torna-se difícil de ser removido no beneficiamento.

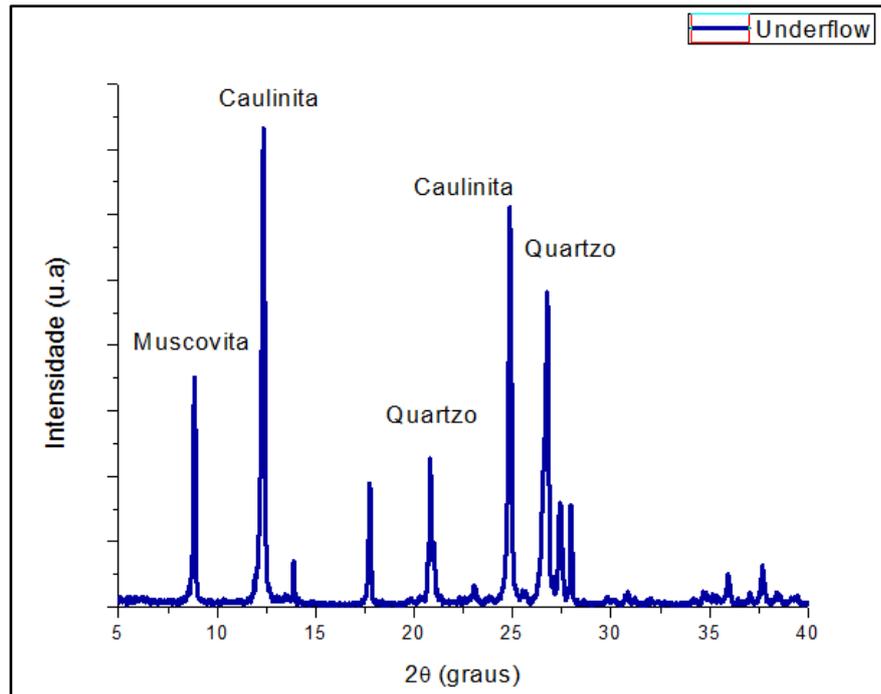


Figura 27 - Difratograma da amostra do resíduo de caulim no produto do underflow na hidrocliconagem.

Os resultados da composição mineralógica indicaram que a alimentação é composta, predominantemente, por quartzo, caulinita e mica, enquanto que o produto proveniente do overflow é constituído, predominantemente, por um concentrado de caulinita e alguns contaminantes.

4.3.3 Balanço de Massa

Foi realizado o balanço de massa através das vazões da polpa da alimentação, overflow e underflow. Utilizando as equações 3.5 para calcular os resultados apresentados na Tabela 8.

Tabela 8 – Balanço de massa

Elemento	Vazão (L.h ⁻¹)			Teor (%)			Balanço de massa Overflow
	Aliment.	Overflow (Conc.)	Underflow (Rej.)	Aliment.	Overflow (Conc.)	Underflow (Rej.)	
SiO ₂	5.664,57	4.464,57	1.200,00	56,781	52,71	59,88	78,8
Al ₂ O ₃				35,719	39,97	29,77	

Na Tabela 8 foi utilizado o overflow como concentrado e o underflow como rejeito do processo de hidrociclonação, devido o material de interesse ser o concentrado de caulinita que apresenta uma granulometria fina.

A recuperação mássica no overflow foi de 78,8%, comprovando assim, mais uma vez, que o hidrociclone é um equipamento de classificação eficiente para trabalhar com partículas finas, principalmente as partículas de caulinita.

4.3 Ensaios de dispersão

4.3.1 Efeito do pH na dispersão da caulinita

A Figura 28 mostra os resultados obtidos com a variação do pH da polpa em relação a porcentagem da dispersão das partículas de caulinita. Os ensaios foram realizados mantendo-se constante a velocidade de agitação, a porcentagem de sólidos, o tempo de agitação e o tempo de condicionamento. O pH na faixa alcalina foi ajustado com soluções de Na_2CO_3 e na faixa ácida com HCl .

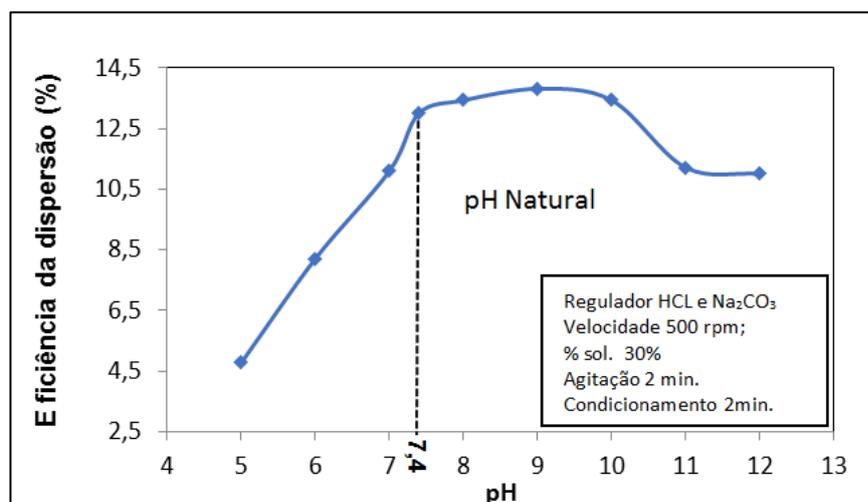


Figura 28 - Efeito do pH sobre a porcentagem de dispersão da caulinita estudada

A figura mostra que em pH 7,4 (pH natural) foi obtido um percentual de 13% de partículas dispersas. Acima desse pH e até o pH 10,0 foi observado um pequeno aumento da dispersão. No pH 9,0 foi constatado que 13,8% das partículas de caulinita estão dispersas. Acima do pH 10,0 até o pH 12,0 a dispersão das partículas diminuiu. Segundo Silva (2002), o grau de dispersão de partículas minerais diminui em faixas de pH menores que 10,0 similar ao observado nesse experimento. Nesse caso, a dispersão das partículas de caulinita diminuiu devido a diminuição das forças de repulsão eletrostática entre as partículas.

A Figura 28 mostrou também que quando o pH da polpa diminui para valores em meio ácido (menor que 7,0) a dispersão da caulinita diminui significativamente. Provavelmente, essa diminuição se dá porque o Ponto Isoelétrico (PIE) da caulinita é próximo do pH 2,1 (SILVA *et al.*, 2006). Conforme se observa na Figura 29, para valores de pH menores que 6,0 o potencial zeta diminui até o pH correspondente ao PIE, no qual o potencial zeta é zero. O efeito sobre a dispersão será de diminuição da repulsão eletrostática e assim, no PIE as partículas tendem a se agregarem.

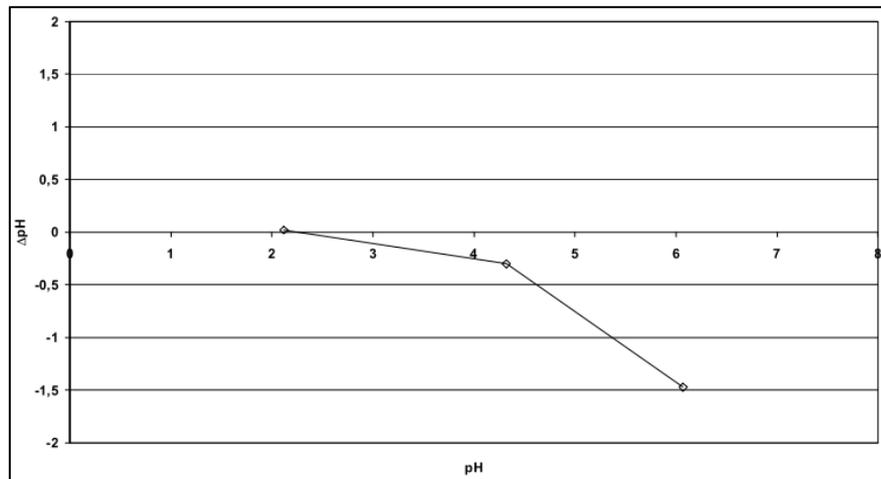


Figura 29 - Influência do pH versus potencial zeta de um caulim da Província Pegmatítica da Borborema – PB / RN (Fonte: SILVA *et al.*, 2006)

Ainda em relação à Figura 28, foi constatado que o pH 9,0 obteve o maior grau de dispersão da caulinita. Assim, esse pH foi o escolhido para dar continuidade aos ensaios de dispersão.

A Figura 30 mostra o resultado do efeito de três diferentes reguladores de pH na faixa alcalina (NaOH, Na₂CO₃ e o CaO). Esses reguladores foram utilizados nas concentrações de 2,5 mol.L⁻¹, 0,9 mol.L⁻¹ e 1,78 mol.L⁻¹ respectivamente, para ajustar o pH e quantificar seu efeito na dispersão das partículas de caulinita.

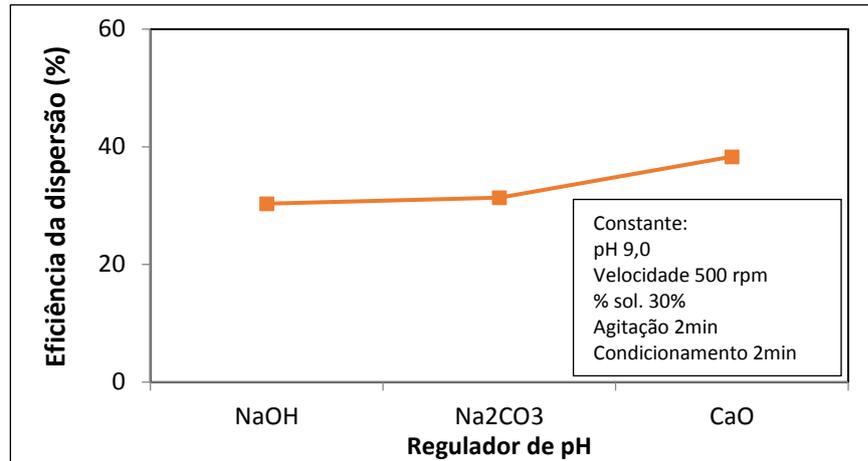


Figura 30 - Influência do tipo de regulador do pH sobre a dispersão da caulinita, mantendo-se constante o pH em 9,0

Observa-se na Figura 30 que de todos os reguladores do pH, o óxido de cálcio (CaO) foi o reagente que mais influenciou o grau de dispersão da caulinita. O carbonato de sódio e o hidróxido de sódio apresentaram efeitos parecidos quanto à dispersão das partículas de caulinita.

4.3.2 Efeito da Porcentagem de sólidos na dispersão da caulinita

A Figura 31 apresenta os resultados da porcentagem de sólidos sobre a dispersão da caulinita. Nesses resultados, verifica-se que uma polpa com 35% de sólidos obteve 56,5 % de partículas dispersas. Os ensaios foram realizados mantendo-se constante o pH, a velocidade, o tempo de agitação e o tempo de condicionamento.

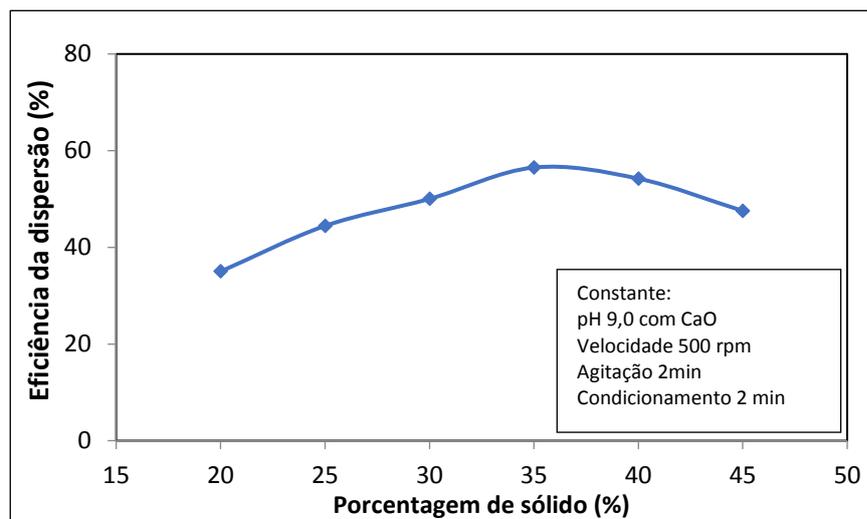


Figura 31 - Influência da porcentagem de sólidos na dispersão da caulinita

À medida que a porcentagem de sólidos aumenta em uma polpa, até um determinado valor, a taxa de agregação das partículas aumenta gradualmente e depois tende a diminuir

(VALADÃO, *et al.*, 2007)

Com a porcentagem de sólidos maior que 35%, o grau de eficiência da dispersão das partículas de caulinita tendem a diminuir, provavelmente esse comportamento deve-se ao fato de que as partículas encontram-se mais próximas umas das outras e conseqüentemente aumentando a taxa de agregação.

4.3.3 Efeito da velocidade de agitação

Na Figura 32 apresentam-se o efeito das velocidades de agitação da polpa sobre o grau de dispersão da caulinita. Observa-se nessa figura que a velocidade de agitação entre 500 e 1.250 rpm teve pouca influência na dispersão das partículas de caulinita, com uma variação de apenas 3,0%.

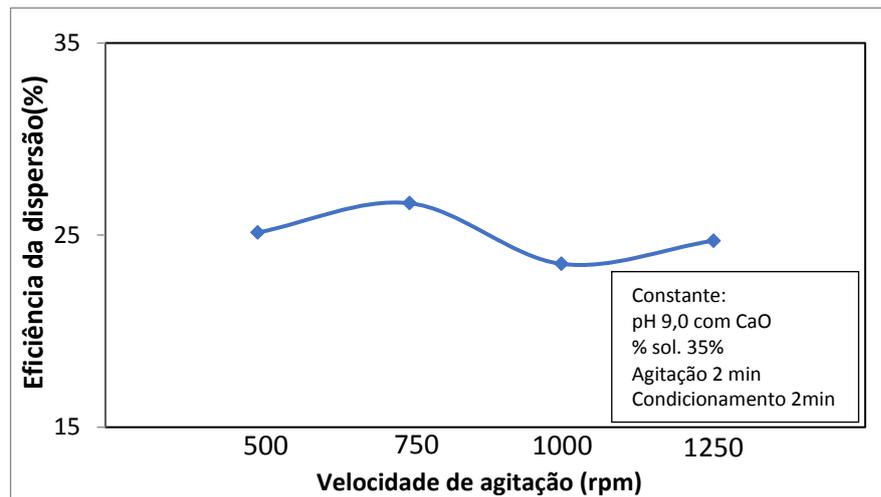


Figura 32 - Influência da velocidade de agitação na dispersão da caulinita

A agitação tem o objetivo de manter todas as partículas dispersas. Uma agitação insuficiente ou exagerada pode causar a sedimentação das partículas. Em geral, a agitação escolhida deve ser a mínima para manter as partículas em suspensão (BALTAR, 2010). Neste trabalho, foi selecionada uma taxa de agitação de 750 rpm para dar continuidade aos ensaios.

4.3.4 Efeito do tempo de condicionamento da polpa

A Figura 33 apresenta os resultados do efeito do tempo de condicionamento da polpa sobre a dispersão da caulinita, mantendo-se constantes as outras variáveis como: pH, velocidade e tempo de agitação, e porcentagem de sólidos.

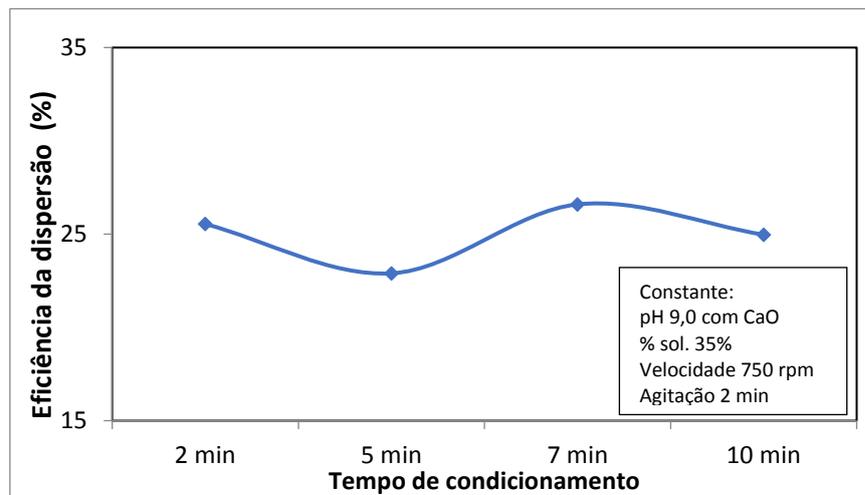


Figura 33 - Efeito do tempo de condicionamento da polpa na dispersão da caulinita.

Observa-se nessa figura que com 7 minutos de agitação houve um pequeno aumento do grau de dispersão da caulinita em relação aos tempos de 2, 5 e 10 minutos. Neste trabalho foi selecionado um tempo de condicionamento de 7 minutos. A etapa de condicionamento tem a finalidade de promover o contato dos reagentes com as superfícies dos minerais e a adição de cada tipo de reagente é seguida de um período de tempo de agitação específico (SAMPAIO e BALTAR, 2007).

4.3.5 Efeito de dispersantes químicos

Os dispersantes químicos empregados foram o hexametáfosfato de sódio (NaPO_3)₆ e o silicato de sódio (Na_2SiO_3). Os resultados mostraram, que o efeito desses dispersantes foram muito discretos em relação ao grau de dispersão da caulinita comparados aos resultados do efeito do pH na dispersão da caulinita (anexos A e B) em anexo, por esta razão os resultados não foram incluídos

4.4 Ensaios de hidrociclonação realizados com a aplicação das melhores condições do processo

Os ensaios de hidrociclonação foram realizados utilizando as melhores condições obtidas na etapa de laboratório (ensaios de dispersão) e os parâmetros operacionais do hidrociclonação, estabelecidos em ensaios preliminares (Tabela 6), a fim de replicar essas condições em escala piloto. Na Tabela 9 são apresentados os parâmetros operacionais e as condições dos ensaios realizados em laboratório que foram utilizados como referência para os ensaios posteriores.

Tabela 9 - Parâmetros operacionais das melhores condições obtidas nos ensaios preliminares de hidrociclonação e em escala de laboratório.

Parâmetros operacionais do hidrociclone	Ensaio em escala de laboratório
Âpex: 12 mm	pH: 9,0
Vortex finder: 25 mm	Porcentagem de sólidos: 35%
Velocidade de agitação: 420 rpm (*).	Velocidade de agitação: 750 rpm (**)
Alimentação: válvula em 3/4 aberta	Tempo de agitação: 2 min.
By pass: fechado	Tempo de condicionamento: 7 min.

(*). Velocidade de agitação da polpa na unidade piloto. (**). Velocidade de agitação em agitador mecânico.

4.4.1 Resultados da eficiência de classificação obtidos na unidade piloto de hidrociclonação

A eficiência da classificação da unidade de hidrociclonação é determinada pela distribuição granulométrica no underflow ou overflow. A Figura 34 apresenta os resultados obtidos nos ensaios de hidrociclonação com as condições estabelecidas anteriormente, conforme a Tabela 9.

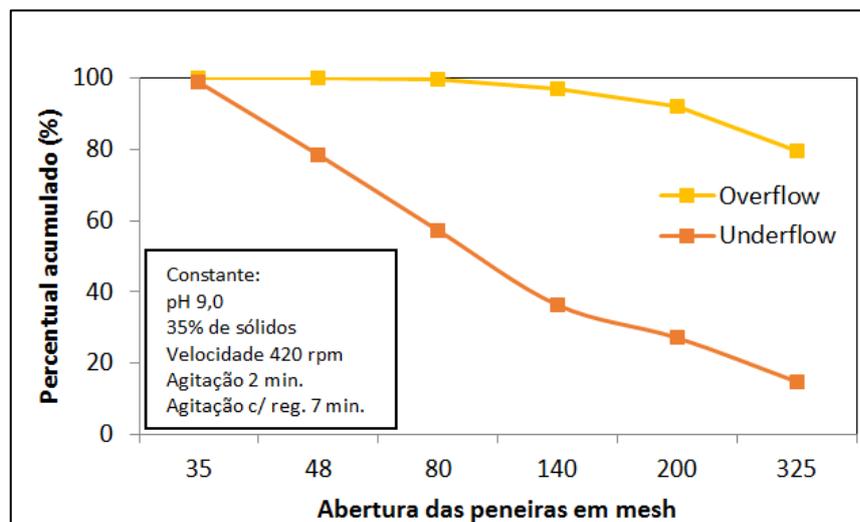


Figura 34 - Eficiência da classificação da caulinita em planta piloto de hidrociclonação com as melhores condições obtidas em laboratório (ensaio de dispersão)

Observa-se nessa figura que no overflow o material passante em 325 malhas (0,044 mm) correspondeu a 76,6%. Essa porcentagem indica uma quantidade significativa do concentrado de caulinita passante nessa malha. A porcentagem do concentrado de caulinita passante na peneira de 200 malhas (0,074 mm) no overflow foi de 92,2%, indicando uma boa eficiência de classificação no hidrociclone. Porém, no underflow o material passante em 325

malhas (0,044 mm) e 200 malhas (0,074 mm) correspondeu respectivamente, a 14,7 e a 27%, indicando que no processo ocorreram perdas do concentrado de caulinita.

São apresentados na Figura 35 os resultados de dois ensaios, realizados na unidade piloto de hidrociclonagem, utilizando os parâmetros operacionais e as condições dos ensaios em laboratório, conforme Tabela 6. No primeiro ensaio foi realizado utilizando o pH 9 e o segundo ensaio foi realizado com pH natural (7,6). Em ambos os casos foi usada à água da torneira.

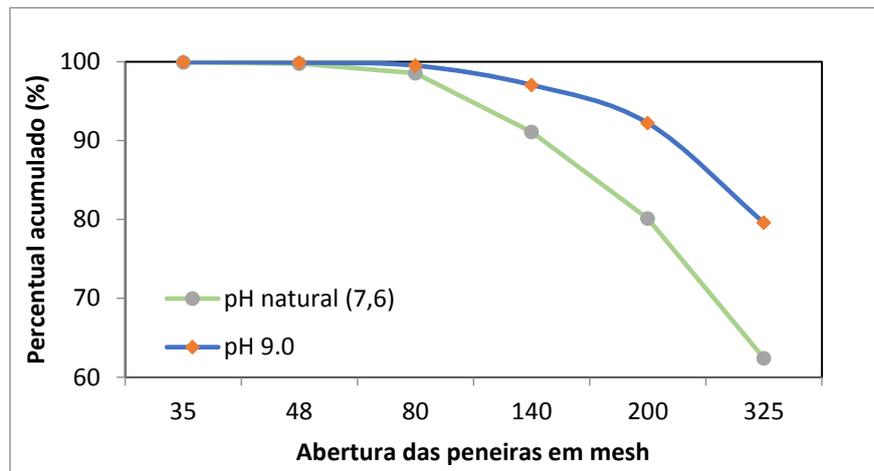


Figura 35 - Eficiência de classificação da caulinita no overflow em unidade piloto de hidrociclonagem, ajustando-se o pH da polpa.

Os resultados apresentados na figura acima mostram que no overflow, os percentuais passantes do concentrado de caulinita, na peneira de 325 malhas (0,044 mm), foram de 79,6 e 62,4% respectivamente, em pH 9,0 e em pH natural. Esses resultados permitiram verificar que quando as partículas de caulinita encontram-se mais dispersas, situação que ocorre em pH 9,0 em comparação ao pH natural, há um aumento da eficiência da classificação do hidrociclone, apresentando maior quantidade de caulinita no overflow.

Conforme SILVA *et al.*, 2006, o Ponto Isoelétrico (PIE) da caulinita da Província Pegmatítica da Borborema é próximo do pH 2,1, assim, provavelmente, quando aumenta o pH acima desse valor, tende a aumentar a dispersão das partículas de caulinita.

5. CONCLUSÕES

A partir dos resultados experimentais foram obtidas as seguintes conclusões:

Os resultados de hidrociclonagem realizados na etapa inicial mostraram que há potencialidade de recuperação do concentrado de caulinita, proveniente do resíduo do beneficiamento do caulim, através da classificação de partículas no hidrociclone. O hidrociclone mostrou ser um equipamento eficiente, recuperando no overflow até 99,0 % de partículas menores que $74\mu\text{m}$ (0,074 mm).

Os parâmetros operacionais utilizados nos ensaios de hidrociclonagem efetuados nas melhores condições foram: vazão de alimentação da polpa = $5.664,57 \text{ L.h}^{-1}$; vazão no overflow = $4.464,57 \text{ L.h}^{-1}$; abertura do ápex = 12 mm; diâmetro do vortex finder = 25 mm; válvula de alimentação = 3/4 de abertura; válvula de alívio (by pass) fechada; tempo de agitação = 5 min. e 20% de porcentagem de sólidos.

Os resultados da caracterização química e mineralógica mostraram os elementos e os picos característicos da caulinita presente no resíduo de caulim, tanto na alimentação quanto nos produtos derivados da operação do hidrociclone. Na análise por fluorescência de raios X foi observado o teor de sílica (SiO_2) na alimentação, overflow e underflow, respectivamente 56,8%, 52,7% e 59,84% (provenientes, provavelmente, dos minerais argilosos e da sílica livre). O teor de alumínio (Al_2O_3) na alimentação, overflow e underflow é respectivamente 35,7%, 39,9% e 29,8% (oriundos, provavelmente, dos argilominerais e dos feldspatos)

A unidade piloto de hidrociclonagem apresentou uma recuperação mássica de 78,8%, demonstrando assim, que o hidrociclone é um equipamento eficiente para trabalhar com a classificação e concentração do concentrado da caulinita.

Os resultados da dispersão em função do pH permitiram constatar que em pH 9,0 obteve-se o maior grau de dispersão, em relação aos outros valores de pH. Acima do pH10 a dispersão das partículas de caulinita diminui, provavelmente, devido a diminuição das forças de repulsão eletrostática entre as partículas.

Os ensaios realizados do efeito da porcentagem de sólidos em função da dispersão das partículas de caulinita mostraram que dentre os percentuais estudados (20, 25, 30, 35, 40 e 45%) houve um aumento do grau de dispersão até o valor de 35% de porcentagem de sólidos,

com 56,5% de partículas dispersas. Acima dessa porcentagem de sólidos as partículas tendem a se agregar devido, provavelmente, entre outros fatores, a diminuição do distanciamento entre elas.

Com relação aos ensaios da velocidade de agitação e ao tempo de condicionamento da polpa, os mesmos tiveram resultados pouco expressivos quando comparado a outros parâmetros como o pH e a porcentagem de sólidos. Contudo, os valores que mais contribuíram para um pequeno aumento do grau de dispersão foram 750 rpm de velocidade de agitação e 7,0 min de tempo de condicionamento.

A utilização dos dispersantes químicos hexametáfosfato de sódio ($(\text{NaPO}_3)_6$) e do silicato de sódio (Na_2SiO_3) mostrou-se pouco eficiente em relação ao aumento do grau de dispersão de polpas de caulinita.

Os ensaios de classificação realizados na unidade piloto de hidrociclonagem do IFPB, *Campus* Campina Grande com os melhores parâmetros e as condições obtidas em laboratório determinadas nas etapas anteriores do trabalho, foram: pH = 9,0; velocidade de agitação = 750 rpm; tempo de agitação = 2 min; tempo de condicionamento da polpa = 7min e 35 % de porcentagem de sólidos. Esses resultados mostraram um aumento do grau de dispersão de caulinita no overflow de 17,2% em comparação aos ensaios realizados nas mesmas condições com o pH natural. Ressalta-se ainda, que no ensaio utilizando o pH 9,0 usou-se como regulador o CaO na concentração de $1,78 \text{ mol.L}^{-1}$ e a velocidade de agitação usada nos ensaios foi de 420 rpm, já que não foi possível usar 750 rpm devido as limitações técnicas.

Esses ensaios obtiveram uma eficiência de classificação de mais de 90% de partículas menores que $200 \mu\text{m}$ e mais de 79% de partículas menores que $325 \mu\text{m}$ ($0,044 \text{ mm}$) no overflow, mostrando que com 35% de sólidos na polpa o hidrociclone permanece um bom equipamento de classificação para concentrar a caulinita.

6. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Estudar processos de dispersão com emprego de outros reagentes e aditivos químicos, tais como reguladores de pH e dispersantes que possam ser aplicados no beneficiamento da caulinita.

Estudar a utilização de hidrociclones de outras dimensões e geometrias que possibilitem melhorar a eficiência de classificação da caulinita.

Estudar a possibilidade de beneficiamento do resíduo de caulim após a etapa primária de classificação em hidrociclone e as etapas secundária e de limpeza.

Estudar e entender como os fenômenos de superfície atuam na classificação e dispersão das partículas de caulinita.

Realizar um teste piloto de hidrociclonagem na usina de beneficiamento da empresa MJ Silva, ou outras empresas que não utilizam hidrociclones.

7. REFERÊNCIAS

- AGRAWAL, V. N. **Structural evidence for an early episode of pegmatite emplacement in the Seridó Group**. In: SIMPÓSIO DE GEOLOGIA DO NORDESTE, 12., João Pessoa, 1986. Atas. São Paulo: Sociedade Brasileira de Geologia, 1986. p. 282-289.
- AKW. **Hidrociclones AKA-VORTEX e distribuidores radiais AKA-PIDER**. Disponível em: <www.akawav.com/Hidrociclones-AKA-VORTEX-e-distribuidores-radiais-AKA-SPIDER.htm> Acesso em: 18 Dez. 2018.
- AZEVEDO, A. C.; BONUMÁ, A. S. Partículas coloidais, dispersão e agregação em latossolos. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.34, n.2, p. 609-617, mar./ abr., 2004.
- BALTAR, C. A. M. **Flotação no tratamento de minérios**. 2. ed. Recife: Ed. Universitária da UFPE, 2010.
- BIBLIOTECA ESPECTRAL DE MINERAIS E DE DEPÓSITOS BAUXÍTICOS BRASILEIROS. **Caulinita**. Disponível em: <www.ige.unicamp.br/espectrobauxita/caulinita.html>. Acesso em: 04 abr. 2018.
- BRASIL. **Constituição Brasileira de 1988**, artigo 225 do CAP VI do meio ambiente. Disponível em: <www.senado.gov.br/atividade/const/con1988/con1988_15.12.2016/art_225_.asp>. Acesso em: 17 jan. 2018.
- BRASIL. **Lei nº 12.305, de 02 de agosto de 2010**, institui a política nacional de resíduos sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato20072010/2010/lei/l12305.htm>. Acesso: 17 jan. 2018.
- BURITI, B. M. A. B.; BURITI, J. S.; CARTAXO, J. M.; NEVES, G. A. Estudo das propriedades estruturais, térmicas, químicas e granulométricas de argilas com perspectivas em tratamentos medicinais, terapêuticos e estéticos. In: CONGRESSO DA SOCIEDADE LATINO AMERICANA DE BIOMATERIAIS, ORGÃOS ARTIFICIAIS E ENGENHARIA DE TECIDOS e EDIÇÃO DO WORKSHOP DE BIOMATERIAIS, ENGENHARIA DE TECIDOS E ORGÃOS ARTIFICIAIS, 14., 5., 2017, Maresias. **Anais...Maresias: SLABO**, 2017. p. 585-594.
- CAMILO, A. C. dos S. **Avaliação do impacto das vibrações intra e intermoleculares no transporte de cargas em semicondutores orgânicos**. 2014, 52f. Dissertação (Mestrado em Física)- Universidade de Brasília, Brasília, 2014.
- CERNY, P., ERCIT, T. S. The Classification of Granitic pegmatites revisited. **The Canadian Mineralogist**, v. 43, p. 2005 – 2026, december 2005.
- CHAVES, A. P. **Bombeamento de polpa e classificação**, v. 1, 4. ed. rev. e aprimorada. São Paulo: Oficina de textos, 2012.
- _____ (org.). **Teoria e prática do tratamento de minérios**, 2. ed. São Paulo: SIGNUS, 2009.
- CUNHA, F. O.; TOREM, M. L.; D'ABREU, J. C. A influência do ph na reologia de polpas de caulim. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v.60, n.3, p. 505-511, jul./set. 2007.

CUNHA, J. C.; FREIRE, M. B. G.; RUIZ, H. A.; FERNANDES, R. B. A.; ALVAREZ, V. H. Comparação de dispersantes químicos na análise granulométrica de solos do Estado de Pernambuco. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v.18, n. 8, p.783-789, 2014.

DILL, H. G. Pegmatites and aplites: Their genetic and applied ore geology. **Ore Geology Reviews**, v. 69, p. 417 – 561, September 2015.

FONTES, M. P. F.; ALLEONE, L. R. F. **Electrochemical attributes and availability of nutrients, toxic elements, and heavy metals in tropical soils**. Sci. Agric. (Piracicaba, Braz), v.63, n.6, p. 589-608, November/December 2006.

GHOSH, P. **Van der Waals Forces: Part I**. Disponível em: <<https://nptel.ac.in/courses/103103033/module3/lecture1.pdf>>. Acesso em: 5 nov. 2018.

GOOGLE EARTH. Equador - RN. Disponível em: <<https://earth.google.com/web/@-6.9244545,-36.69042481,744.76713923a,45933.023775356d,35y,0h,0h,0t,0r/data=cksasRJBCIQweDdhZjAx0DO44OGI5NmY4ZjoweDcxZmFjyjViZmVjZTfhMDMzd3HRf8WAG8Ah6ZITGUpWQsAqBOVxdWFKb31>>. Acesso em: 7 Jan.2019.

GRIM, R. E., **CLAY MINERALOGY**. MCGRAW-HILL BOOK COMPANY, INC New York Toronto London, 1953.

KUMAYAMA, D. M., **Caracterização comparativa de caulins para formulações de engobes e esmaltes cerâmicos**. 2007, 121f. Dissertação (Mestrado em Geologia Regional)-Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, 2007.

LEAL, G.C.S de G. FARIAS, M.S.S. de; ARAUJO, A. de F. O processo de industrialização e seus impactos no meio ambiente urbano. **Qualit@s Revista Eletrônica**, v. 7, n.1, p. 1-11, 2008.

LONDON, D. Pegmatites. **The Canadian Mineralogist**, special Publication, 10, Mineral Association of Canada, Quebec, 347p. , 2008.

LOUREIRO, S. M; PEREIRA, V. L. D; PACHECO JUNIOR, W. A sustentabilidade e o desenvolvimento sustentável na educação em engenharia. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, Santa Maria, v. 20, n. 1, p. 306-324, jan./abr. 2016.

LUZ, A. B; CAMPOS, A. R.; CARVALHO, E. C.; BERTOLINO, L. C; SCORZELLI, R. B. **Argila-Caulim**. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. (eds.). **Rochas & Minerais Industriais**. 2 ed. revisada e ampliada, Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. p. 255-294.

LUZ, A. B; CAMPOS, A. R.; CARVALHO, E. C.; BERTOLINO, L. C. **Caulim**. In: LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. (eds.). **Rochas & Minerais Industriais**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005. p. 231-262.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. (eds.). **Rochas & Minerais Industriais**. 2 ed., Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005.

LUZ, A. B.; CHAVES, A. P. **Tecnologia do Caulim**: ênfase na indústria de papel. Série Rochas e Minerais Industriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2000.

MARTÍNES, L. F.; LAVIN, A. G.; MAHAMUD, M. M.; BUENO, J. L. Vortex finder optimum length in hydrocyclone separation. **Chemical Engineering**, 47, p.192-199, 2008.

MAURI, J.; RUIZ, H. A.; FERNANDES, R. B. A.; KER, J. C.; REZENDE, L. R. M. Dispersantes químicos na análise granulométrica de latossolos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, versão On-line, v. 35, n. 4, Viçosa, p.1277-1284, jul./agos. 2011.

MEIRA, J. M. L. **Argilas: O que são, suas propriedades e classificações**. Comunicações técnicas, 2011.

MENEZES, R. R.; OLIVEIRA, M. F.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Utilização do resíduo do beneficiamento de caulim para a produção de corpos múltiplos. **Cerâmica**, São Paulo, v. 53, p. 388-395, 2007.

MONTE, M. B. M.; CARVALHO, E. A.; FERREIRA, O.; CABO, S. S. Caulim-CADAM. In: SAMPAIO, J. A.; LUZ, A. B.; LINS, F. F. **Usinas de beneficiamento de minérios do Brasil**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2001. p. 11-23.

MONTE, M. B. M., PERES, A. E. C. Química de Superfície na Flotação. In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANCA, S. C. A. **Tratamento de minérios**. 5 ed., Rio de Janeiro: CETEM, 2010, p. 399-461.

MURRAY, H.H.; BUNDY, W.M.; HARVEY, C.C. Kaolin Genesis and utilization. **The Clay Minerals Society**. Special Publication nº1, Aug. 1993.

NASCIMENTO, M. R.; DINIZ, A. M. P.; ARAUJO, M. H. P. O. Reaproveitamento do rejeito de caulim, de Junco do Seridó-PB, na síntese de zeólitas. **Revista Principia**. Divulgação científica e tecnológica do IFPB, João Pessoa, n. 23, p. 77-86, dez. 2013.

NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C.; NASCIMENTO, J. W. B.; LEAL, A. F. **Resíduos Industriais na construção de habilitações de interesse social**. Campina Grande: Gráfica e Editora Agenda, 2010.

NYAKAIRU, G. W. A.; KOEBERL, C.; KURZWEIL, H. The Buwambo kaolin deposit in central Uganda: Mineralogical and chemical composition. **Geochemical Journal**, v. 35, p. 245-256, 2001.

OLIVEIRA, A. P.; TOREM, M. L. Aspectos fundamentais do comportamento de colóides em suspensões – estudo de casos. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA e SEMINÁRIO DE QUÍMICA DE COLÓIDES APLICADA À TECNOLOGIA MINERAL, 17., 1., 1998, Águas de São Pedro. **Anais...Águas de São Pedro: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**,1998. p. 607-625.

OLIVEIRA, M. L. M. **Método de estimativa de balanços de massa e metalúrgico**. 1997, 218f. Tese (Doutorado em Engenharia Química)- Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1997.

OZIAS, G. G. **Logística reversa: um estudo de caso na Baterias Moura**. 2017, 46f. Monografia (Bacharelado em Administração)- Faculdade Damas da Instrução Cristã, Recife, 2017.

PORPHÍRIO, M. H.; BARBOSA, M. I. M.; BERTOLINO, L. C. Caracterização Mineralógica

de Minérios. In: Luz, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. **Tratamento de Minérios**, 5 ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2010, p. 57-84.

RODRIGUES, O. M. S. **Estudos de flotação de caulinita**. 2009, 96f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas)- Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2009.

RODRIGUES, C. C.; GARCÍA, M. F. GARIMPO: Extrativismo e precariedade das relações sociais de produção no Seridó paraibano. In: JORNADA DO TRABALHO, 13., 2012, Presidente Prudente. **Anais...** Presidente Prudente: UFC, 2012. p. 1-12.

RUIZ, H. A. Incremento da exatidão da análise granulométrica do solo por meio da coleta da suspensão (Silte + Argila). **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v. 29, p. 297-300, 2005.

SABBADINI, F. S.; PEDRO, J. V.; BARBOSA, P. J. O. A logística reversa no retorno de pallets de uma indústria de bebidas. In: SIMPÓSIO DE EXCELÊNCIA EM GESTÃO E TECNOLOGIA, 2., 2005, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro: Universidade Estácio de Sá, 2005. p. 747-755.

SAMPAIO, J. A.; BALTAR, C. A. M. Ensaio de flotação. In: SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A.; BRAGA, P. F. A. (eds.). **Tratamento de Minérios: práticas laboratoriais**. Rio de Janeiro: CETEM/ MCT, 2007. p. 237-254.

SAMPAIO, J. A.; LUZ, A. B.; LINS, F.F. **Usinas de beneficiamento de minérios do Brasil**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2007.

SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A.; BRAGA, P. F. A. (eds.). **Tratamento de Minérios: práticas laboratoriais**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2007.

SANTANA, V. L. **Beneficiamento de caulim na região do Junco do Seridó/PB e Equador/RN e classificação de partículas em hidrociclone**. 2017, 95f. Dissertação (Mestrado em Exploração Petrolífera e Mineral)- Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2017.

SANTOS, W. J. Materials Characterization Techniques: Applications and Features. **Scientia Plena**, v. 5, n. 6, 2009.

SANTOS P. de S. **Tecnologias de Argilas Aplicadas às Argilas Brasileiras**. São Paulo: Edgar Blucher Ltda, v.1, 1975.

SANTOS, S. C. A.; ROCHA JUNIOR, C. A. F.; SILVA, L. N.; ANGÉLICA, R. S.; NEVES, R. F. **Caulins amazônicos: possíveis materiais de referência**. São Paulo, v. 59, p. 431-441, jul. / set. 2013

SILVA, D. B. **Aspectos sócio-econômico-ambientais do processo de extração do caulim no Município de Junco do Seridó/PB**. 2011, 101f. Dissertação (Mestrado em Geografia). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2011.

SILVA, D. R. **Processamento de cassiterita ultrafina por agregação hidrofóbica**. 2002, 82f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas)- Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2002.

SILVA, J. P. S. Impactos ambientais causados pela mineração. **Revista Espaço da Sophia**, n.8, ano 1, p. 1-13, nov. 2007.

SILVA, S. M. P.; CRÓSTA, A. P.; FERREIRA, F. J. F.; BEURLIN, H.; SILVA, A. M.; SANTOS, L. F. Espectrometria de raios gama de granitos pegmatíticos da Província Pegmatítica da Borborema (PPB), nordeste do Brasil. **Revista Brasileira de Geofísica**, São Paulo, v. 28(4), p. 673-690, 2010.

SOARES, D. R. **Contribuição à petrologia de pegmatitos mineralizados em elementos raros e Albitas germológicas da Província Pegmatítica da Borborema, nordeste do Brasil**. 2004, 286f. Tese (Doutorado em Geociências). Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2004.

SOBRINHO, A. R. de V. G. **Metodologia para implementação de um sistema de disposição de rejeito de minério de ferro na região do semiárido: Estudo de caso**. 2014, 133f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Sanitária)- Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

SOLBERG, H. F., Hydrocyclone efficiency. A thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of master of applied science. University of Natal, Durban, S. Africa, 1969.

SOUSA, A. A. P. (orgs.). **Agenda Ambiental: Gestão socioambiental**. Campina Grande: EDUEPB, 2011.

SOUSA, L. D. A.; HARIMA, E.; LEITE, J. Y. P. Rejeito de caulim de APL de pegmatito do RN/PB – uma fonte promissora para cerâmica branca. **Revista Holos**, Natal, ano 23, v. 3, p. 212 – 222, 2007.

SOUZA, C. J. M. **Caracterização mineralógica e geoquímica dos pegmatitos da pederneira na região de Santa Maria do Suaçuí, Minas Gerais**. 1999, 265f. Dissertação (Mestrado em Geologia)- Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1999.

TOMAZ, P. **Remoção de sedimentos em BMPs**. [S.I.], 2013. Disponível em: <www.pliniotomaz.com.br/downloads/livros/livro_remocao/livro_remocao_sedimentos.pdf>. Acesso em: 20 dez. 2018.

VALADÃO, G. E. S.; ARAUJO, A. C. (orgs.). **Introdução ao tratamento de minérios**. Belo Horizonte: Editora da UFMG, 2007.

VARGA, G. The structure of kaolinite and metakaolinite. **Épitoanyag**, 59, p. 6-9, 2007.

VASCONCELOS, M. M. V. M. **Hidráulica geral: apontamentos das aulas teóricas**. Évora, 2004. Disponível em: <<https://docplayer.com.br/8902176-Universidade-de-evora-departamento-de-engenharia-rural.html>> Acesso em: 20 dez. 2018.

VIEIRA, L. G. M. **Otimização dos processos de separação em hidrociclones filtrantes**. 2006. 323f. Tese (Doutorado em Engenharias)- Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2006.

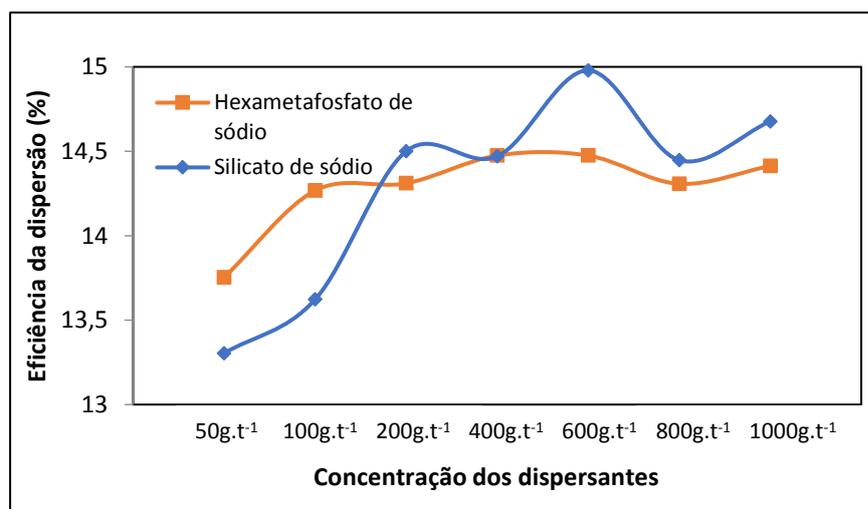
VIDAL, F. W. H.; SANTOS, C. A. M.; ALMEIDA, K. M.; CASTRO, N. F. Recuperação de caulim do rejeito de beneficiamento em pequenas empresas da região do Seridó (RN-PB). In:

ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA, 27., 2017, Belém. **Anais...** Belém: IFPA, 2017. p. 133- 140.

WILSON, I. R.; SANTOS, H. de S.; SANTOS, P. de S. Caulins brasileiros: Alguns aspectos da geologia e da mineralogia. **Cerâmica**, São Paulo, v. 44, p. 287-288, mai./agos. 1998.

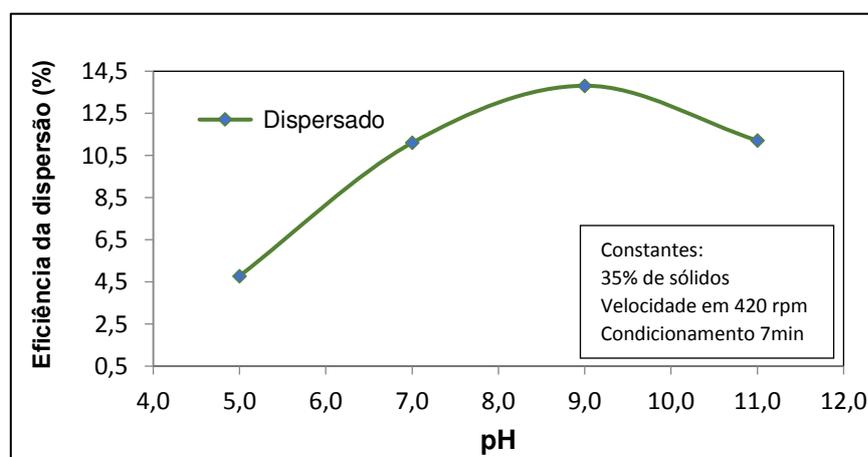
ANEXOS

Observa-se no Anexo A que os dispersantes químicos hexametáfosfato de sódio (NaPO_3)₆ e o silicato de sódio (Na_2SiO_3) tiveram pouca relevância quando comparado entre si. A diferença do percentual disperso foi de aproximadamente 0,5% nos picos mais elevados (14,9% do silicato de sódio e 14,5% do hexametáfosfato de sódio).



Anexo A - Eficiência da dispersão da caulinita utilizando dispersantes químicos.

No Anexo B o pH 9,0 demonstrou um efeito na dispersão da caulinita de aproximadamente 14%, se comparar com os resultados da eficiência da dispersão da caulinita com uso dos dispersantes químicos (anexo A) observa-se que a diferença é pouca expressiva (até 1%) para se utilizar dispersantes químicos nos ensaios de hidrociclonagem.



Anexo B - Eficiência da dispersão da caulinita com o efeito do pH.

Diante do exposto e em consideração ao custo dos dispersantes químicos optou-se por utilizar, nos ensaios de hidrociclonagem, apenas os reagentes para o controle de pH.