

3449

MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA  
DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL  
CONVÊNIO DNPM - CPRM



2947

PHL 12913

**PROJETO**  
**BENEFICIAMENTO DE MINÉRIOS**  
**DE DIATOMITA DO ESTADO**  
**DO CEARÁ**  
**3ª ETAPA - RELATÓRIO FINAL**



Franz Xaver Horn Filho  
Italo B. F. A. Firsoffé  
TTI

~~RELATÓRIO DE PROJETO  
Nº 22~~

## Í N D I C E

|     |  |    |
|-----|--|----|
| 1.  | INTRODUÇÃO .....   | 01 |
| 2.  | ALTERNATIVAS TECNOLÓGICAS .....  | 02 |
| 3.  | MATERIA PRIMA .....  | 10 |
| 4.  | ENSAIOS DE CONCENTRAÇÃO EM ESPESSADOR DE LAMELAS CON<br>TRACORRENTE .....  | 13 |
| 4.1 | - Objetivo .....   | 13 |
| 4.2 | - Espessador de Lamelas Utilizado .....  | 14 |
| 4.3 | - Cálculo da Vazão Máxima da Polpa de Alimenta<br>ção do Espessador e Determinação da Vazão de<br>Trabalho ..... | 15 |
| 4.4 | - Capacidade do Espessador .....   | 19 |
| 4.5 | - Resultado dos Ensaios de Concentração em Espes<br>sador de Lamelas.....  | 19 |
| 5.  | ENSAIOS DE CALCINAÇÃO .....  | 21 |
| 5.1 | - Objetivo .....   | 21 |
| 5.2 | - Seleção das Variáveis de Calcinação .....  | 21 |
| 5.3 | - Minério e Tipo de Forno Utilizado .....  | 22 |
| 5.4 | - Curvas de Aquecimento e Resfriamento do For<br>no .....  | 23 |
| 5.5 | - Resultado dos Ensaios de Calcinação .....  | 29 |
| 6.  | TESTES PRÁTICOS DE APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA .....  | 41 |
| 7.  | BALANÇO DE MASSA DAS ALTERNATIVAS TECNOLÓGICAS ....  | 42 |

## Í N D I C E

|   |    |
|---|----|
| 8. DEMONSTRATIVO DO RESULTADO FINANCEIRO PARA BENEFICIA<br>MENTO DE DIATOMITA DO CEARÁ EM ESCALA INDUSTRIAL ..... | 47 |
| 9. COMPARAÇÃO TÉCNICA E ECONÔMICA DAS ALTERNATIVAS TEC<br>NOLÓGICAS .....   | 60 |
| 10. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES .....   | 63 |
| 11. RECOMENDAÇÕES .....   | 67 |

### BIBLIOGRAFIA

# Í N D I C E

## ANEXOS

|   |    |
|---|----|
| ANEXO 1 - CARACTERIZAÇÃO TÉCNICA DA OPERAÇÃO COM ESPESSADOR DE LAMELAS CONTRACORRENTE .....         | 01 |
| ANEXO 2 - FOTOGRAFIAS DO ESPESSADOR DE LAMELAS .....  | 17 |
| ANEXO 3 - ENSAIOS COM ESPESSADOR DE LAMELAS .....   | 20 |
| ANEXO 4 - ANÁLISE QUANTITATIVA DE SÍLICA DE QUARTZO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X .....                   | 23 |
| ANEXO 5 - ANÁLISE TERMODINÂMICA DA CALCINAÇÃO DO CARBONATO DE SÓDIO .....                           | 29 |
| ANEXO 6 - ENSAIOS DE FILTRAÇÃO DE DIATOMITA .....   | 36 |
| ANEXO 7 - CÁLCULOS RELACIONADOS À ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FILTRAÇÃO ..... | 50 |
| ANEXO 8 - TESTES PRÁTICOS DE APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA .....   | 59 |

## 1. INTRODUÇÃO

## I. INTRODUÇÃO

Nos processos de beneficiamento de diatomita do Ceará, pesquisados pela Paulo Abib S/A (1977-1ª Etapa) e pelo Centro de Tecnologia Mineral-CETEM (1979 a 1980-2ª Etapa), estudou-se a possibilidade do uso de operações unitárias alternativas, para a etapa de concentração de diatomita por sedimentação, para a eliminação da fração argila. Para tal, testou-se os seguintes equipamentos: espessador convencional, centrífuga e tanques sucessivos.

Em complementação às pesquisas já realizadas e objetivando-se esgotar as alternativas, o CETEM, em 1980, realizou estudos com a utilização de um espessador de lamelas contracorrente, projetado e construído pelo próprio centro, sendo este o principal tema do presente trabalho, bem como a comparação técnica e econômica dos processos estudados (processos desenvolvidos pelo CETEM).

## 2. ALTERNATIVAS TECNOLOGICAS

## 2. ALTERNATIVAS TECNOLÓGICAS

No que se refere aos produtos de diatomita brasileiros, verifica-se que estes em geral, são de má qualidade para utilização em filtrações industriais. Esta informação é proveniente dos próprios consumidores que alegam, principalmente, uma baixa velocidade de filtração dos produtos nacionais. A inadequação dos produtos têm como causa básica a utilização de processos de beneficiamento não condizentes com os diatomitos brasileiros, apresentando operações unitárias extremamente prejudiciais a esta matéria prima quando encarada como elemento filtrante. Por outro lado, sempre existiu um desinteresse quase que total, por parte dos produtores, na tentativa de modificarem os seus respectivos processos. Da mesma forma, poucas pesquisas foram realizadas no sentido da melhoria do produto final a menos dos estudos desenvolvidos pela Paulo Abib S/A e pelo Centro de Tecnologia Mineral, os quais pesquisaram alguns processos de beneficiamento de diatomitos cearenses, que originaram produtos de boa qualidade para filtração.

Em 1977, a Paulo Abib Andery S/A, segundo estudos realizados, verificou que o tratamento a seco empregado pelos produtores cearenses não era o indicado, pois constatou-se que secando-se previamente o minério bruto, não se conseguia a liberação entre a argila e as carapaças de

algas diatomáceas (1). Desta forma, foi desenvolvido um processo de beneficiamento (Figura 1), envolvendo inicialmente operações unitárias a úmido e posteriormente a seco. A etapa a úmido constou basicamente de operações de hidrociclonagens para eliminação do quartzo e de espessamento (espessador convencional) na tentativa de se retirar a fração argila. O tratamento a seco, realizado sobre os concentrados obtidos no beneficiamento a úmido, envolveu operações de calcinação tendo como objetivo a queima da matéria orgânica contida e fornecer propriedades filtrantes aos produtos finais. O principal inconveniente detetado no estudo realizado pela Paulo Abib, foi com relação a operação de espessamento, na qual se verificou a necessidade de uma área de sedimentação elevada, com aproximadamente  $154 \text{ m}^2$  para uma alimentação de  $100 \text{ kg/h}$ , sendo a recuperação de diatomita de 42%.

De 1979 a 1980, o Centro de Tecnologia Mineral desenvolveu dois processos de beneficiamento para os diatomitos cearenses (Figuras 2 e 3) semelhantes ao desenvolvido pela Paulo Abib. No primeiro processo substituiu-se o espessador convencional para retirada da argila, por uma etapa de centrifugação contínua, e no segundo, estudou-se a possibilidade da utilização de uma lavagem em tanques sucessivos também em substituição ao espessador (2). A operação de centrifugação apresentou redução de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , de 43% e 71% respectivamente, sendo a recuperação de diatomita de 84%. Porém, verificou-se que o concentrado obtido se apresentou to

talmente aglomerado depois da secagem, indicando a necessidade de uma operação unitária de desagregação. Por outro lado, o concentrado apresentou as carapaças de algas diatomáceas totalmente quebradas, fato que contribuiu para a redução da velocidade de filtração do produto em consequência do aumento da superfície específica do material. A utilização da lavagem e concentração de diatomita em tanques sucessivos apresentou redução de  $Fe_2O_3$  e  $Al_2O_3$  de 71% e 77% respectivamente, sendo a recuperação de diatomita em torno de 58%. Esta operação poderia ser uma solução imediata para o diatomito cearense, apresentando baixos custos operacionais e em termos de equipamento este poderia ser construído pelo próprio produtor. Contudo, trata-se de uma operação em batelada que para tornar-se contínua necessitaria de pelo menos outra instalação idêntica em paralelo, para ser acionada durante o descarregamento do concentrado. Um outro problema observado foi com relação a retirada do concentrado, pois para tal, ter-se-ia que desenvolver um sistema de descarregamento para ser adaptado em todos os tanques de concentração de diatomita.

A pesquisa apresentada neste trabalho, teve como meta principal o desenvolvimento de um processo de beneficiamento para o diatomito da lagoa de Canavieira do Estado do Ceará, na tentativa de se obter um produto adequado para filtrações industriais. Neste estudo foi proposto um fluxograma de operações unitária ( Figura 4 ) o qual apresen

FIG 1 - FLUXOGRAMA DAS OPERAÇÕES UNITÁRIAS UTILIZADAS NO ESTUDO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL ( PAULO ABIB ANDERY S/A ) (1)

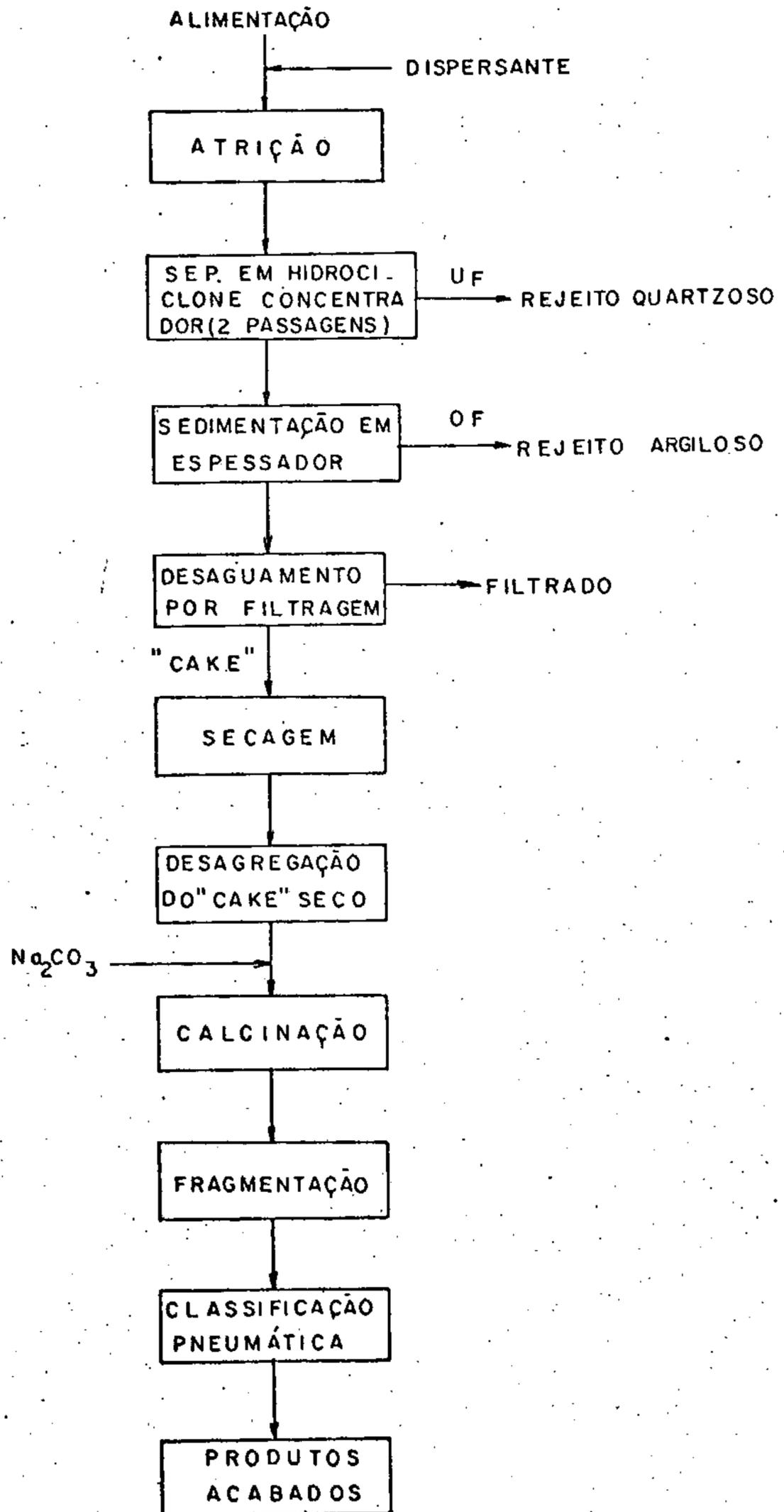


FIG. 2 - FLUXOGRAMA DAS OPERAÇÕES UNITÁRIAS UTILIZADAS NO ESTUDO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL, ENGLUBANDO ETAPA DE ELIMINAÇÃO DE ARGILA ATRAVÉS DE CENTRÍFUGA. ( CETEM )

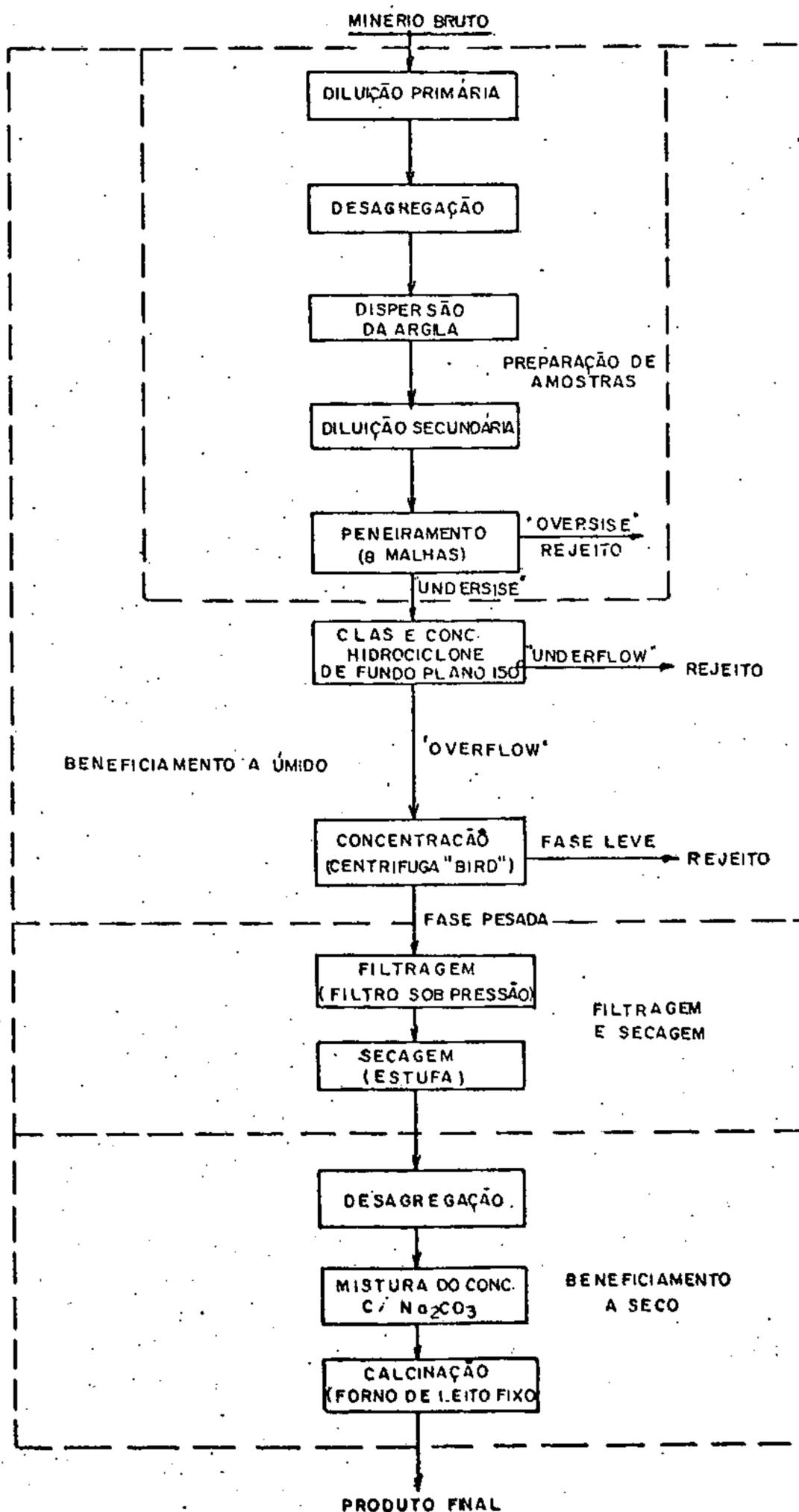


FIG. 3 - FLUXOGRAMA DAS OPERAÇÕES UNITÁRIAS UTILIZADAS NO ESTUDO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL, ENGLUBANDO ETAPA DE ELIMINAÇÃO DE ARGILA ATRAVÉS DE TANQUES SUCESSIVOS (CETEM).

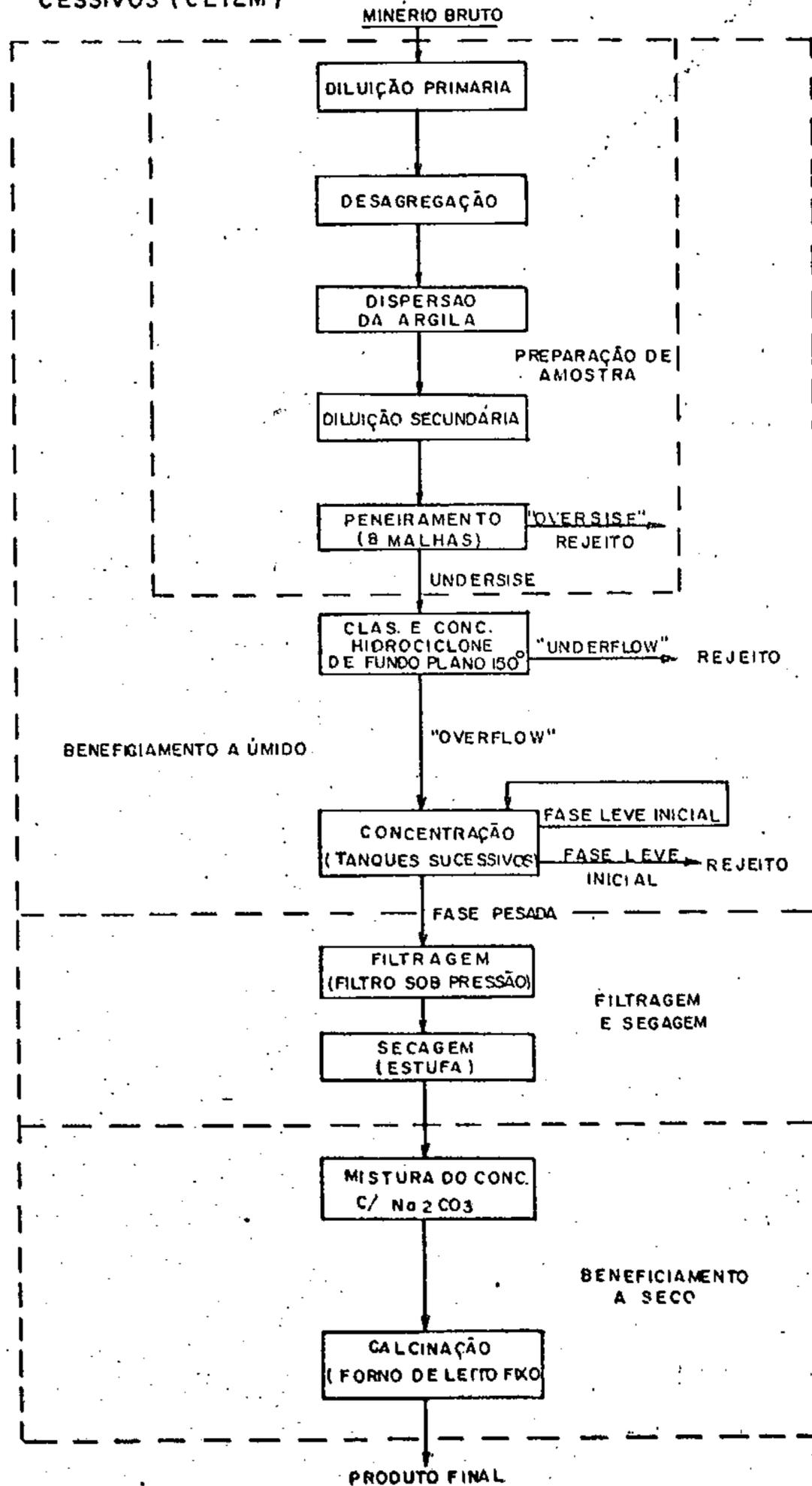
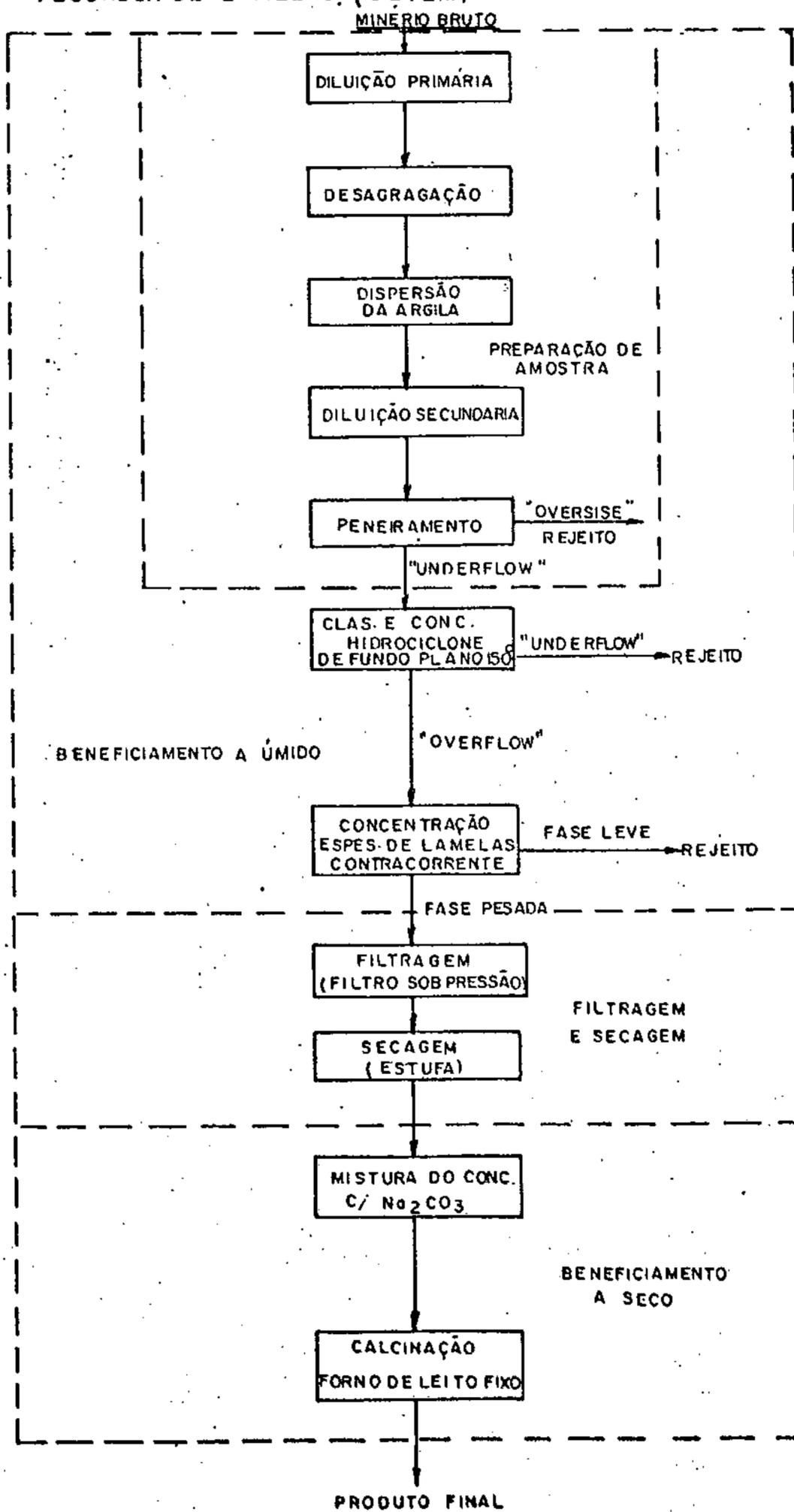


FIG. 4 - FLUXOGRAMA DAS OPERAÇÕES UNITÁRIAS UTILIZADAS NO ESTUDO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL, EN-  
GLOBANDO ETAPA DE ELIMINAÇÃO DE ARGILA ATRAVÉS DE ES-  
PESADOR DE LAMELAS. (CETEM)



ta o espessador de lamelas contracorrente, em substituição ao espessador convencional utilizado pela Paulo Abib e a centrífuga e tanques sucessivos estudados pelo CETEM. A utilização desse espessador para a concentração de diatomita e eliminação da argila teve como objetivo o seguinte:

- a) reduzir o espaço ocupado pela área de sedimentação de um espessador convencional.
- b) eliminar o problema de quebra e aglomeração das carapaças apresentadas no concentrado obtido por centrifugação.
- c) substituir a operação de tanques sucessivos no sentido de tornar esta etapa contínua e eliminar o problema da descarga do concentrado.

3. MATERIA PRIMA

### 3. MATERIA PRIMA

A matéria prima utilizada no presente trabalho foi o diatomito da Lagoa de Canavieira, localizada no município de Pacajús-CE.

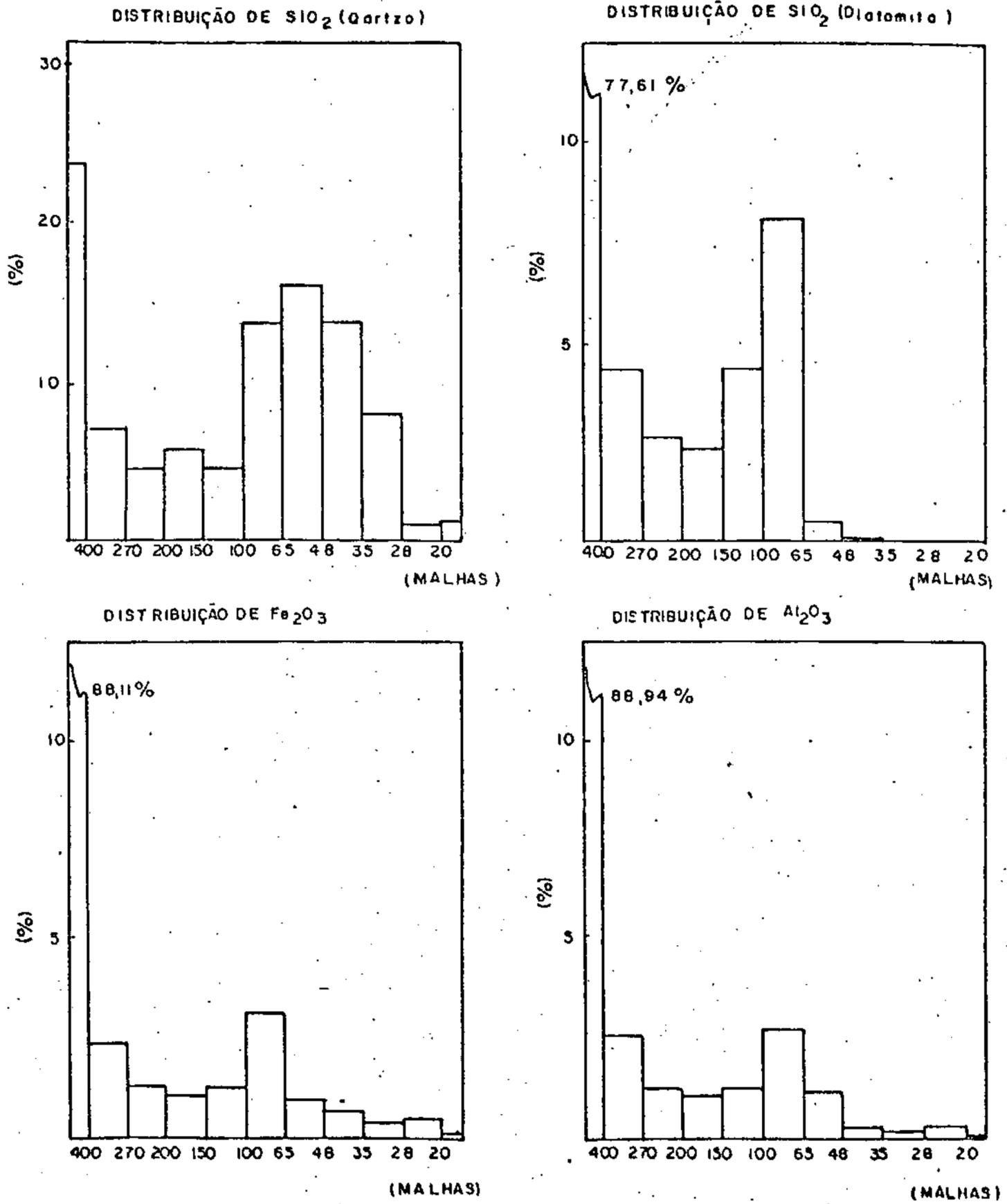
A escolha da lagoa de Canavieira foi necessária, pois nas demais alternativas tecnológicas (centrífuga e tanques sucessivos), utilizou-se este minério. Desta forma, os processos tornaram-se comparativos. O diatomito da lagoa do Araçá, localizada em Aquiraz-CE, somente foi utilizado no processo que envolveu a etapa de centrifugação (projeto Diatomita-CETEM-2ª etapa).

A Tabela I apresenta a composição química do minério em questão, sendo que as distribuições das principais substâncias contidas no diatomito de Canavieira estão indicadas na Figura 5. Maiores detalhes sobre a caracterização mineralógica deste diatomito podem ser vistos no relatório final relativo ao projeto de beneficiamento de minérios de diatomita do Estado do Ceará-2ª Etapa.

| COMPOSTOS                       | TEOR (% EM PESO) |
|---------------------------------|------------------|
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 0,49             |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 1,46             |
| SiO <sub>2</sub> (Diatomita) *  | 64,48            |
| SiO <sub>2</sub> (Quartzo) *    | 5,02             |
| SiO <sub>2</sub> (da Caulinita) | 1,73             |
| P.F.                            | 26,50            |
| Outros                          | 0,32             |

Tabela I - Composição química em base seca do diatomito da lagoa de Canavieira (\* Ataque seletivo com NaOH)

FIG. 5- REPRESENTAÇÃO GRÁFICA DA DISTRIBUIÇÃO DAS PRINCIPAIS SUBSTÂNCIAS COMPONENTES DO MINÉRIO DE DIATOMITA DA LAGOA DE CANAVIEIRA



4. ENSAIOS DE CONCENTRAÇÃO EM  
ESPESSADOR DE LAMELAS  
CONTRACORRENTE

#### 4. ENSAIOS DE CONCENTRAÇÃO EM ESPESSADOR DE LAMELAS CONTRA - CORRENTE

##### 4.1 - Objetivo

Objetivando-se principalmente uma redução no espaço ocupado pela área de sedimentação de um espessador convencional, procurou-se estabelecer uma nova operação de concentração através de um espessador de lamelas contracorrente. Esperava-se com este equipamento a eliminação dos 88,94% de  $Al_2O_3$  e dos 88,11% de  $Fe_2O_3$  contidos na fração abaixo de 400 malhas (Figura 5), do minério de Canavieira. Por microscopia ótica observou-se que a diatomita contida nesta fração granulométrica (77,61%) era apenas constituída de pequenos fragmentos de carapaças silicosas.

Obviamente, as operações com o espessador em questão estavam vinculadas a uma etapa anterior de concentração e classificação em um hidrociclone, ou seja, as amostras a serem utilizadas teriam que possuir o teor de quartzo reduzido. Logo, todas as polpas de alimentação do espessador ("overflow" do hidrociclone) foram provenientes de amostras previamente preparadas, sendo em seguida processadas em um hidrociclone AKW de fundo plano ( $150^\circ$ ) nas condições operacionais ótimas, obtidas no estudo deste equipamen-to (pressão de 10 psi, com 5% de sólidos na alimentação). Neste

estudo (Relatório Projeto Diatomita-2ª Etapa), obteve-se a eliminação de 93,51% do quartzo contido no minério.

#### 4.2 - Espessador de lamelas utilizado

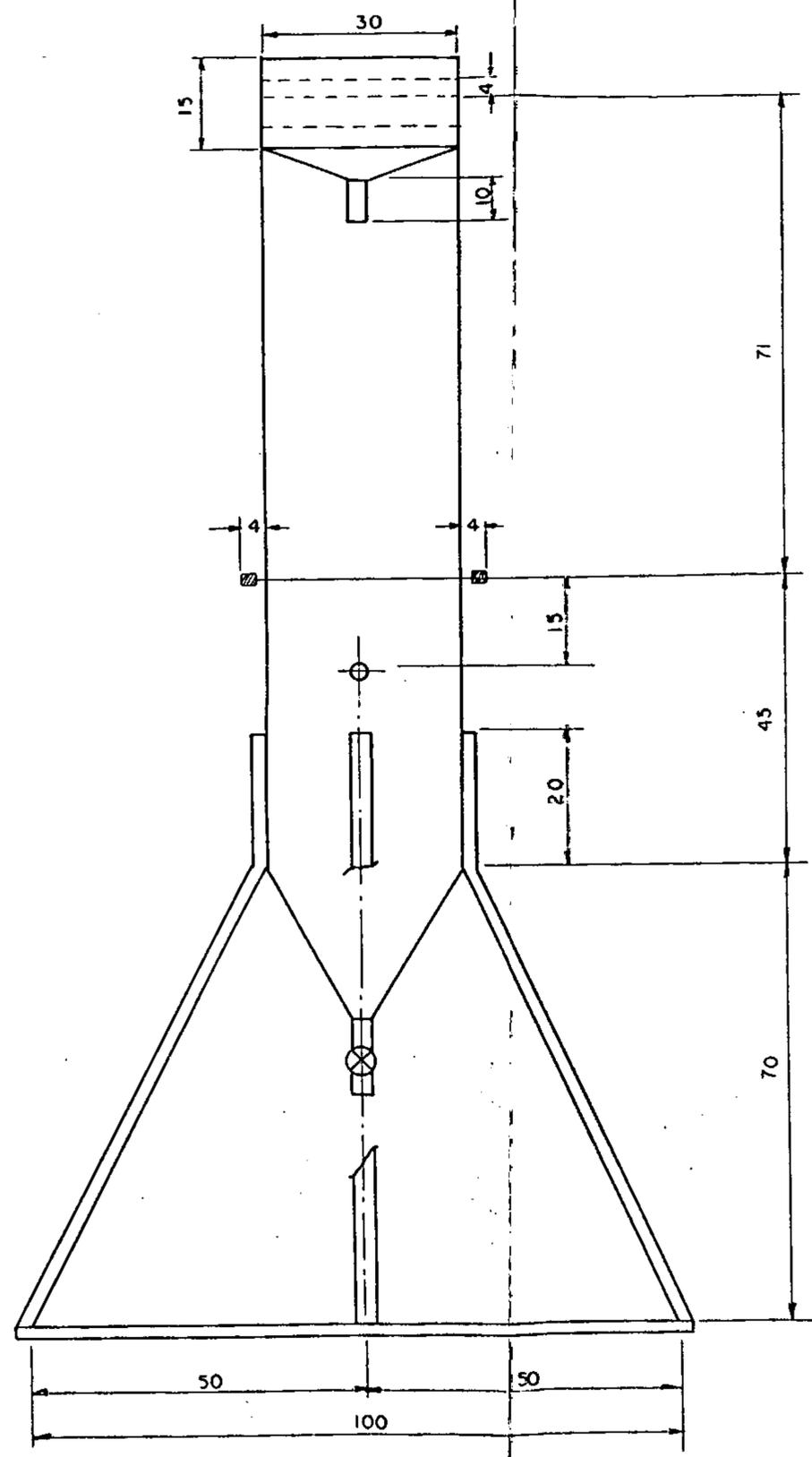
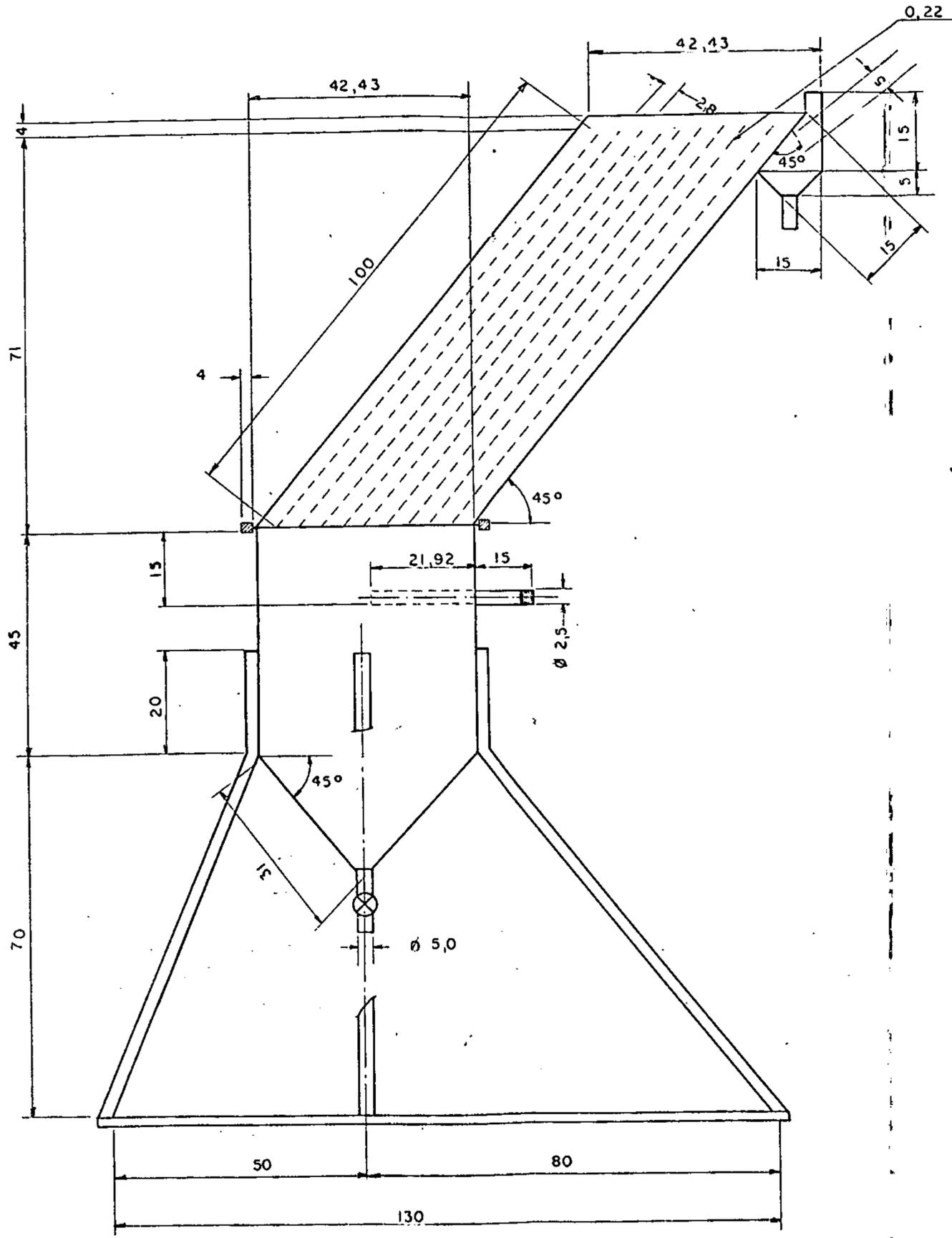
Para a realização dos ensaios, foi projetado e construído um espessador de lamelas contracorrente com as seguintes características (Figura 6 e fotografias 1 e 2 do anexo 2)

- volume do espessador : 137 l
- número de lamelas : 10
- inclinação das lamelas :  $45^{\circ}$
- comprimento das lamelas : 100 cm
- largura das lamelas : 30 cm
- distância entre lamelas : 2,8 cm
- área total de sedimentação:  $2,12 \text{ m}^2$

#### 4.3 - Cálculo da Vazão Máxima da Polpa de Alimentação do Espessador e Determinação da Vazão de Trabalho

Os cálculos envolvendo o espessador de lamelas tiveram como base simulação matemática apresentada no anexo 1. Levou-se em consideração um escoamento laminar entre placas, com interferência, tendo como objetivo a necessidade de se concentrar a diatomita como peso específico, apro

FIG. 6 - ESPESSADOR DE LAMELAS CONTRACORRENTE



Obs: todas as medidas estão em cm  
Escala 1:10

ximadamente, igual a  $2 \text{ g/cm}^3$ , possuindo partículas com formato de placas e apresentando uma dimensão mínima de  $37 \text{ }\mu\text{m}$  (400 malhas). Desta forma procurou-se eliminar o material argiloso abaixo de 400 malhas, sendo que a sílica de diatomita nesta faixa granulométrica, como já foi dito anteriormente, era proveniente de pequenos fragmentos de carapaças de algas diatomáceas.

Foram então realizados os seguintes cálculos:

- a) fração volumétrica de líquido (água) na polpa X:

$$X = \frac{95}{100} \therefore X = 0,95$$

- b) fator de correção  $F_S$ :

$$F_S = \frac{(0,95)^2}{10^{1,82(1-0,95)}} \therefore F_S = 0,73$$

- c) diâmetro corrigido (fator de forma)

$$d_{\text{CORRIG.}} = 37 \times 10^{-4} \times 0,368$$

$$\therefore d_{\text{CORRIG.}} = 1,36 \times 10^{-3} \text{ cm}$$

- d) velocidade terminal  $V_T$ :

$$V_T = 0,73 \cdot \frac{(2-1) \times 980 \times (1,36 \times 10^{-3})^2}{18 \times 0,01}$$

$$\therefore V_T = 0,01 \text{ cm/s}$$

e) superfície de sedimentação  $S_s$  :

$$S_s = N L l \cos \alpha = 10 \times 100 \times 30 \times \cos 45$$

$$\therefore S_s = 21213,20 \text{ cm}^2 \approx 2,12 \text{ m}^2$$

f) vazão da polpa entre duas lamelas consecutivas  $Q$  :

$$Q \leq \left[ \frac{S_s}{N} + \frac{\Delta \cdot l}{\text{sen}} \right] \cdot v_T$$

$$Q \leq \left[ \frac{21213,20}{10} + \frac{2,8 \times 30}{\text{sen } 45} \right] \cdot 0,01$$

$$Q \leq 22,40 \text{ cm}^3/\text{s}$$

g) vazão máxima de alimentação do espesador  $Q_m$ :

$$Q_m = N \cdot Q = 10 \times 22,4$$

$$Q_m = 224 \text{ cm}^3/\text{s}$$

h) vazão de trabalho  $Q_T$ :

$$Q_T \leq Q_m$$

$$\therefore Q_T = 200 \text{ cm}^3/\text{s} \text{ (vazão escolhida)}$$

i) verificação do regime de escoamento:

Para que um escoamento entre placas seja laminar, sabe-se que o número de Reynolds ( $R_e$ ) deve ser menor que 1000. Logo, tem-se que:

$$R_e = \frac{v_A \Delta \rho_p}{\mu_p} < 1000$$

onde:

$\rho_p$  = peso específico da polpa

$\mu_p$  = viscosidade da polpa

$\Delta$  = distância entre lamelas

$v_A$  = velocidade da polpa entre as lamelas.

Utilizando-se as equações 7 e 9 apresentadas no anexo I, encontra-se para  $\mu_p$  e  $\rho_p$  os seguintes valores:

$$\mu_p = 1,37 \times 10^{-2} \text{ centipoise}$$

$$\rho_p = 1,05 \text{ g/cm}^3$$

A velocidade da polpa ascendente entre duas lamelas consecutivas ( $v_A$ ) pode ser dada por:

$$v_A = \frac{Q_T}{N \cdot \Delta \cdot l} \quad \cdot \cdot \cdot \quad v_A = 0,24 \text{ cm/s}$$

Logo, obtém-se para valor do número de "Reynolds" o seguinte:

$$R_e = 51,50$$

Como o valor de  $R_e$  é menor que 1000, o regime de escoamento entre as lamelas do espessador é laminar.

#### 4.4 - Capacidade do Espessador

Segundo a vazão de trabalho ( $Q_T$ ) de 200 ml/s (720 l/h) e considerando-se uma percentagem de sólidos de 5% aproximadamente, na polpa de alimentação do espessador, tem-se um valor de 36 kg/h para a sua capacidade, sendo a área de sedimentação de 2,12 m<sup>2</sup>.

#### 4.5 - Resultados dos Ensaios de Concentração em Espessador de Lamelas

Foram realizados três ensaios de concentração de diatomita no espessador de lamelas. Tomou-se como alimentação do processo, polpas provenientes do "overflow" do hidrociclone RWB-84, alimentadas por gravidade a uma vazão de 200 ml/s e contendo, aproximadamente, 5% de sólidos. Ao final de cada ensaio, realizou-se uma lavagem da polpa, durante 1 hora, introduzindo-se água no espessador a uma vazão de 1.0 GPM (75,6 ml/s). Esta lavagem teve como objetivo e

liminar ao máximo a coluna argilosa formada acima do concentrado, sem que alguma carapaça pudesse ser arrastada. Esta medida tornou-se necessária, pois pelo fato do espessador construído não possuir um sistema vibratório na caixa de descarga da fase pesada, a coleta de concentrado de diatomita só foi possível com a retirada da carga total do espessador. Após a realização dos ensaios (Anexo 3), encontrou-se como resultado médio, uma recuperação de diatomita de 32,05% e a eliminação de 80,61% e 85,54% de  $Fe_2O_3$  e  $Al_2O_3$ , respectivamente. (tabela 2). Verificou-se também uma umidade de 45% no concentrado.

| AMOSTRA                      | DISTRIBUIÇÃO (%) |           |                       |
|------------------------------|------------------|-----------|-----------------------|
|                              | $Fe_2O_3$        | $Al_2O_3$ | $SiO_2$ (DIATOMITA) * |
| CONCENTRADO<br>(FASE PESADA) | 19,39            | 14,46     | 32,05                 |
| REJEITO<br>(FASE LEVE)       | 80,61            | 85,54     | 67,95                 |

Tabela 2 - Concentração de diatomita no espessador de lamelas contracorrente. (\* Método do padrão interno. Difração de Raios-X, anexo 4)

## 5. ENSAIOS DE CALCINAÇÃO

## 5. ENSAIOS DE CALCINAÇÃO

### 5.1 - Objetivo

Este estudo teve como objetivo a otimização das condições operacionais de calcinação do concentrado de diatomita (temperatura, tempo e adição de carbonato de sódio), na tentativa de se obter um produto final com as seguintes características: máximo possível de íons de ferro sob uma forma ligada na estrutura das carapaças das algas diatomáceas (íons de ferro na rede da cristobalita ou sob a forma de um silicato de ferro, sódio e alumínio), superfície específica que proporcionasse uma boa filtrabilidade (alta velocidade de filtração e capacidade de reter impurezas) e obtenção de uma coloração branca, a qual é muito importante, pois além de ser exigida pelos consumidores, aumenta o valor comercial do produto.

### 5.2 - Seleção das Variáveis de Calcinação

As variáveis de calcinação escolhidas foram o tempo, temperatura e a adição de fluxo ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ). Estas foram estudadas nos seguintes intervalos:

Tempo : 1:00 a 3:00 horas

Temperatura : 860 a 950°C

Adição de Fluxo : 3 a 10%

No que se refere a seleção do intervalo de temperatura, esta teve como base um estudo de beneficiamento anteriormente realizado com diatomitos cearenses <sup>(2)</sup>, no qual se verificou a necessidade da utilização de temperaturas acima do ponto de fusão do carbonato de sódio (851°C), pois os produtos calcinados em temperatura mais baixas apresentam queima incompleta da matéria orgânica (coloração cinza). Com relação ao tempo de calcinação, o mesmo estudo apresentou bons resultados para valores em torno de 2:00 horas. No tocante a adição de fluxo, determinou-se o intervalo a partir de um levantamento bibliográfico <sup>(3)</sup>. Por outro lado, verificou-se através de cálculos termodinâmicos (Anexo 5) a estabilidade do carbonato de sódio dentro da faixa de trabalho da operação de calcinação, havendo somente uma mudança de fase de sólido para líquido:

### 5.3 - Minério e Tipo de Forno Utilizados

As amostras utilizadas nos ensaios de calcinação foram provenientes de um concentrado de diatomita do minério da lagoa de Canavieira. Esse por sua vez foi obtido através de um beneficiamento no hidrociclone AKW-RWB 84 (pressão de 10 psi e 5% de sólidos na alimentação), seguir

do de uma concentração no espessador de lamelas contracorrente, filtragem e secagem.

Os ensaios de calcinação sobre o concentrado obtido, foram realizados em um forno de mufla vertical (DELTECH, modelo DT-31), tendo como controlador de temperatura um multímetro digital HEWLETT-PACKARD-34658, acoplado a um termopar cromel-alumel.

#### 5.4 - Curvas de Aquecimento e Resfriamento do Forno

Para que fosse estudado o efeito da variável temperatura na calcinação da diatomita, as amostras teriam que ter sido colocadas e retiradas do forno na temperatura que estivesse sendo empregada. Para este procedimento ter-se-ia que abrir o forno extremamente aquecido, fato que poderia ocasionar choques térmicos tanto no cadinho de alumina utilizado, como no revestimento interno do forno. Desta forma, optou-se por colocar e retirar todas as amostras a uma temperatura de  $500^{\circ}\text{C}$ , pois experiências anteriores comprovaram que a esta temperatura não haveria problemas de choques térmicos.

Como já foi citado anteriormente, as temperaturas escolhidas para o estudo de calcinação dos concentrados de diatomita foram de  $860^{\circ}\text{C}$ ,  $900^{\circ}\text{C}$  e  $950^{\circ}\text{C}$ . Logo, nos intervalos de  $500^{\circ}\text{C}$  a  $860^{\circ}\text{C}$ , e  $500^{\circ}\text{C}$  a  $900^{\circ}\text{C}$  e  $500^{\circ}\text{C}$  a  $950^{\circ}\text{C}$ , os tempos de aquecimento e resfriamento em cada uma das faixas de temperatura seriam diferentes, impossibilitando desta

forma tornar a operação comparativa com relação a temperatura de calcinação. Porém, através do levantamento das curvas de aquecimento e resfriamento do forno (Tabelas 3, 4 e 5 e Figura 7), verificou-se que tanto o intervalo de tempo de aquecimento como o de resfriamento entre  $860^{\circ}\text{C}$  e  $950^{\circ}\text{C}$  foram praticamente desprezíveis, ou seja, apresentaram valores aproximadamente de 1 minuto.

As curvas de aquecimento e resfriamento do forno DELTECH foram levantadas com auxílio de um multímetro digital HEWLETT-PACKARD-3465 B, conectado a um termopar cromel-alumel, para uma intensidade de corrente do forno, no aquecimento, de 10 amperes.

| TEMPERATURA<br>(°C) | MILIVOLTAGEM<br>(mv) |
|---------------------|----------------------|
| 25                  | 0,02                 |
| 50                  | 1,02                 |
| 200                 | 7,13                 |
| 400                 | 15,40                |
| 500                 | 19,65                |
| 600                 | 23,91                |
| 700                 | 28,14                |
| 800                 | 32,30                |
| 850                 | 34,34                |
| 900                 | 36,36                |
| 950                 | 38,35                |

Tabela 3 - Escala de Milivoltagem em função da temperatura para a junta de referência do termopar a 25°C.

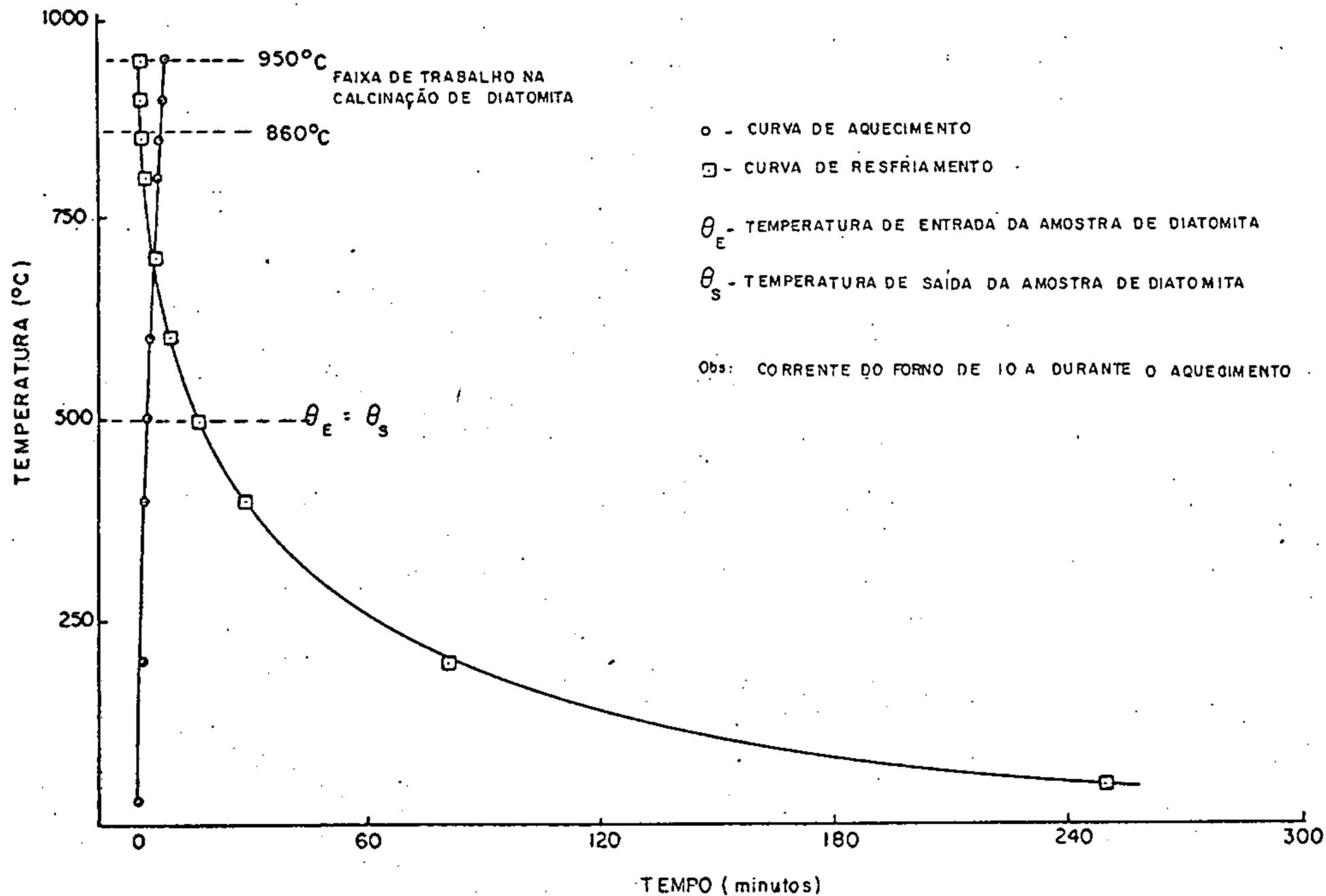
| FAIXA DE TEMPERATURA<br>(°C) | TEMPO POR FAIXA<br>(min) | TEMPO TOTAL<br>(min) |
|------------------------------|--------------------------|----------------------|
| 25 - 200                     | 1,52                     | 1,52                 |
| 200 - 400                    | 0,53                     | 2,05                 |
| 400 - 500                    | 0,67                     | 2,72                 |
| 500 - 600                    | 0,93                     | 3,65                 |
| 600 - 700                    | 0,75                     | 4,40                 |
| 700 - 800                    | 0,98                     | 5,38                 |
| 800 - 850                    | 0,62                     | 6,00                 |
| 850 - 900                    | 0,43                     | 6,43                 |
| 900 - 950                    | 0,83                     | 7,26                 |

Tabela 4 - Tempo para o aquecimento do forno de mufla DELTECH-DT-31, para uma corrente de 10 A.

| FAIXA DE TEMPERATURA<br>(°C) | TEMPO POR FAIXA<br>(min) | TEMPO TOTAL<br>(min) |
|------------------------------|--------------------------|----------------------|
| 950 - 900                    | 0,38                     | 0,38                 |
| 900 - 850                    | 0,43                     | 0,81                 |
| 850 - 800                    | 0,68                     | 1,49                 |
| 800 - 700                    | 2,48                     | 3,97                 |
| 700 - 600                    | 4,38                     | 8,35                 |
| 600 - 500                    | 7,13                     | 15,48                |
| 500 - 400                    | 11,75                    | 27,23                |
| 400 - 200                    | 52,72                    | 79,95                |
| 200 - 50                     | 169,85                   | 249,80               |

Tabela 5 - Tempos para o resfriamento do forno de mufla  
DELTECH-DT-31.

FIG. 7 - CURVAS DE AQUECIMENTO E RESFRIAMENTO DO FORNO DELTECH DT-31



## 5.5 - Resultado dos Ensaio de Calcinação

Nos ensaios de calcinação foram utilizadas amostras homogêneas, provenientes do concentrado do espessador de lamelas, pesando 30 gramas cada uma. As amostras foram calcinadas em cadinhos de alumina e apresentaram os resultados indicados na Tabela 6. Em todos os ensaios, verificou-se uma variação máxima de 5°C na temperatura.

Observa-se na Tabela 6 que todas as amostras calcinadas durante uma hora e duas horas a 860°C apresentaram uma coloração branca acinzentada, mostrando a queima incompleta da matéria orgânica. Para o tempo de três horas a 860°C e de duas e três horas a 900°C e 950°C, os produtos calcinados forneceram uma coloração branca, sendo esta satisfatória, quando comparada com o padrão (Hyflo Super Cel.).

| AMOSTRA   | TEMPERATURA<br>(°C) | TEMPO<br>(h) | ADIÇÃO DE Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub><br>(%) | COLORAÇÃO          |
|-----------|---------------------|--------------|--|--------------------|
| ELCO - 01 | 860                 | 1            | 3  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 02 |                     | 1            | 5  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 03 |                     | 1            | 10   | Branca Acinzentada |
| ELCO - 04 |                     | 2            | 3  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 05 |                     | 2            | 5  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 06 |                     | 2            | 10   | Branca Acinzentada |
| ELCO - 07 |                     | 3            | 3  | Branca             |
| ELCO - 08 |                     | 3            | 5  | Branca             |
| ELCO - 09 |                     | 3            | 10   | Branca             |
| ELCO - 10 | 900                 | 1            | 3  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 11 |                     | 1            | 5  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 12 |                     | 1            | 10   | Branca Acinzentada |
| ELCO - 13 |                     | 2            | 3  | Branca             |
| ELCO - 14 |                     | 2            | 5  | Branca             |
| ELCO - 15 |                     | 2            | 10   | Branca             |
| ELCO - 16 |                     | 3            | 3  | Branca             |
| ELCO - 17 |                     | 3            | 5  | Branca             |
| ELCO - 18 |                     | 3            | 10   | Branca             |
| ELCO - 19 | 950                 | 1            | 3  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 20 |                     | 1            | 5  | Branca Acinzentada |
| ELCO - 21 |                     | 1            | 10   | Branca Acinzentada |
| ELCO - 22 |                     | 2            | 3  | Branca             |
| ELCO - 23 |                     | 2            | 5  | Branca             |
| ELCO - 24 |                     | 2            | 10   | Branca             |
| ELCO - 25 |                     | 3            | 3  | Branca             |
| ELCO - 26 |                     | 3            | 5  | Branca             |
| ELCO - 27 |                     | 3            | 10   | Branca             |

Tabela 6 - Ensaio de calcinação de amostras do concentrado de diatomita do espessador de lamelas.

Na escolha do produto final, ou seja, para a definição das condições ótimas de calcinação (temperatura, tempo e adição de carbonato de sódio), foram realizados vários ensaios de filtração (Anexo 6), tendo como elementos filtrantes alguns produtos calcinados e a massa a ser filtrada um xarope de açúcar padrão (xarope de açúcar DIAMANTINO com 1000 g/l). De posse dos resultados obtidos, realizou-se um estudo fatorial (Anexo 7), no qual se verificou, dentro da faixa pesquisada, que quanto maiores os níveis das variáveis de calcinação, maior seria a velocidade de filtração. Porém, observa-se que todas as amostras apresentaram velocidades superiores ao padrão "Hyflo Super Cel" (0,81 ml/seg.) (Anexo 6). Por outro lado, uma velocidade extremamente alta (leito de diatomita com baixa superfície específica) poderia implicar em uma má retenção de impurezas contidas em uma massa a ser filtrada. Logo, procurou-se escolher um produto que tivesse apresentado uma coloração branca e uma velocidade de filtração mais próxima possível que a obtida com o padrão. Desta forma, foi selecionado o produto calcinado a 860°C, durante 3 horas e com 3% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (velocidade de filtração de 2,61 ml/s).

Em termos de otimização do produto final, verificou-se a impossibilidade de redução da temperatura (860°) e do tempo de calcinação (3 horas), tendo em vista os resultados da Tabela 6 e estudos anteriormente realizados com o diatomito de Canavieira (2).

Logo, a única variável possível de ser alterada foi a adição de carbonato de sódio, apresentando um produto branco para uma quantidade adicionada de 2% em peso. Com a adição de 1% de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , obteve-se um produto com uma coloração ligeiramente rosa, indicando desta forma uma oxidação parcial do ferro, e conseqüentemente uma má retenção deste pela estrutura das carapaças (retenção do ferro pela rede da cristobalita e/ou formação de um silicato).

Finalmente os valores adotados para as variáveis de calcinação foram os seguintes:

- temperatura :  $860^\circ\text{C}$
- tempo : 3 horas
- adição de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  : 2%

A calcinação realizada nas condições mencionadas acima apresentou uma perda ao fogo de 19,29%, com relação a alimentação do forno.

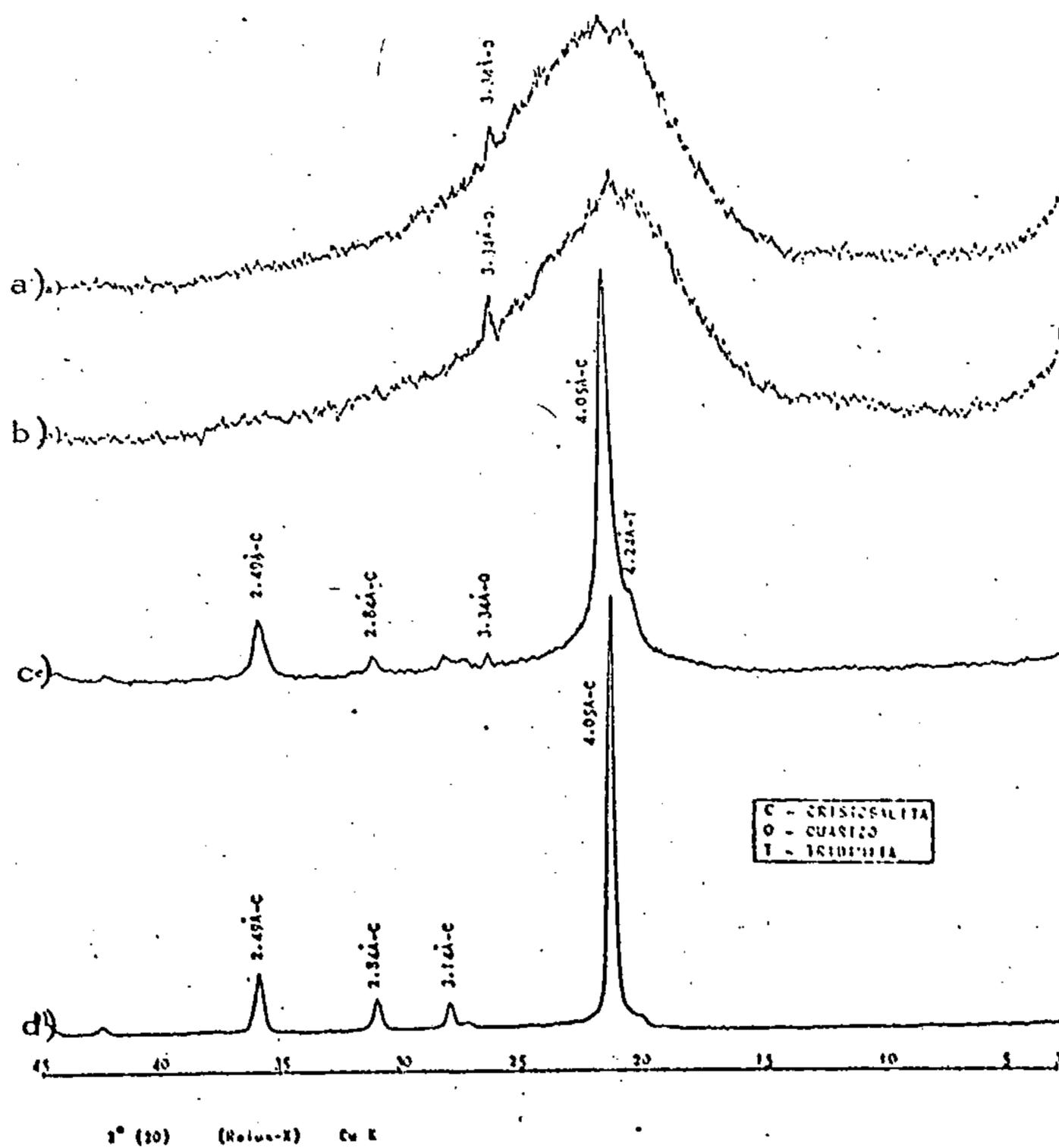
O concentrado de diatomita dos tanques sucessivos também apresentou coloração branca quando calcinado nas condições operacionais acima mencionadas. Porém, no que se refere ao concentrado de centrífuga, os resultados obtidos em estudos anteriores foram mantidos (relatório final do projeto diatomita-2ª etapa) ou seja, foi confirmada a calcinação a  $900^\circ\text{C}$ , durante 2 horas, sendo adicionado 10% de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Por difração de raios-X, verificou-se que o produto final obtido (Figura 8c) apresentou uma cristalização em cristobalita (ordenação da estrutura) semelhante ao produto importado "Hyflo Super Cel" (Figura 8d). Contudo, observou-se a presença de tridmita e quartzo no produto nacional. Observou-se que ambos os produtos apresentam coloração branca. O produto calcinado sem fluxo, a  $860^{\circ}\text{C}$ , durante 3 horas (Figura 8b) apresentou uma coloração rosa, evidenciando a presença de óxido de ferro livre (provavelmente limonita). Por outro lado, verificou-se um bandeamento entre  $5,5 \text{ \AA}$  e  $3,3 \text{ \AA}$  aproximadamente, indicando a existência de uma estrutura pobremente ordenada, da mesma forma que a estrutura apresentada pelo concentrado de diatomita não calcinado (Figura 8a).

Para efeito de verificação da retenção dos íons de ferro pela "estrutura das carapaças" foram realizadas lixiviações em uma solução de HCl no produto final, concentrado não calcinado e concentrados calcinados a  $860^{\circ}\text{C}$  e  $1200^{\circ}\text{C}$ , durante 3 horas, sem adição de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . As condições de lixiviação foram as seguintes:

- a) peso das amostras : 1,0 grama
- b) tempo de lixiviação : 1,0 hora
- c) temperatura de lixiviação :  $70^{\circ}\text{C}$
- d) concentração da solução (HCl) : 50%
- e) volume da solução (HCl): 50 ml

Fig. 8 - Difractogramas Diatomita L. Canavieira: a) Concentrado do espessador de lamelas; b) Concentrado do espessador de lamelas calcinado (860°C, 3 hs, sem fluxo); c) Concentrado do espessador de lamelas calcinado (860°C, 3 hs, com 2% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> em peso); d) Produto importado ("HYFLO SUPER CEL").



Inicialmente, fez-se uma dosagem do ferro total contido nas amostras. Após cada lixiviação, os resíduos foram lavados e filtrados, sendo dosado o ferro nas soluções obtidas. Em termos comparativos, realizou-se uma lixiviação, seguindo o mesmo procedimento já descrito, em uma amostra de diatomita importada (Hyflo Super Cel). Os resultados obtidos estão representados na Tabela 7.

Observando-se os resultados da Tabela 7 pode-se fazer a seguinte análise:

- a) o concentrado não calcinado apresentou uma retenção de ferro de 43,21%, porém este resultado não pode ser conclusivo em termos de retenção de ferro pela estrutura das carapaças, pois acredita-se que parte do ferro existente na amostra estava absorvido na matéria orgânica e na estrutura da caulinita, tornando-se insolúvel em HCl. Contudo, se este ferro tivesse sido lixiviado, ter-se-ia uma retenção de ferro do produto menor que o resultado apresentado.
- b) Com relação aos concentrados calcinados, a calcinação a  $860^{\circ}\text{C}$ , sem fluxo promoveu somente uma retenção de ferro de 35,52%. Porém, a  $1200^{\circ}\text{C}$ , verifica-se um acréscimo do ferro retido, atingindo um valor de 67,21%. Como am

| AMOSTRA   | Fe (TOTAL)<br>(%)<br>A | Fe (SOLÚVEL)<br>(%)<br>B | Fe (INSOLÚVEL)<br>(%)<br>A - B | GRAU DE RETENÇÃO DO Fe<br>(%)<br>$\frac{A - B}{A} \times 100$ |
|---|------------------------|--------------------------|--------------------------------|---|
| PRODUTO FINAL   | 0,183                  | 0,016                    | 0,167                          | 91,26   |
| CONCENTRADO<br>CALCINADO<br>S/FLUXO<br>(860°C; 3 hs)  | 0,183                  | 0,118                    | 0,065                          | 35,52   |
| CONCENTRADO<br>CALCINADO<br>S/FLUXO<br>(1200°C; 3 hs) | 0,183                  | 0,060                    | 0,123                          | 67,21   |
| CONCENTRADO NÃO<br>CALCINADO                          | 0,162                  | 0,092                    | 0,070                          | 43,21   |
| "HYFLO SUPER CEL"                                     | 0,430                  | 0,016                    | 0,414                          | 96,28   |

Tabela 7 - Retenção de íons de ferro pela "estrutura das carapaças" de algas diatomáceas.

bas calcinação foram realizados sem adição de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , este fato somente pode ser justificado pela provável retenção dos íons de ferro pela estrutura da cristobalita. A fluxo-calção, realizada a  $860^\circ\text{C}$ , com 2% de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , durante 3 horas (produto final) promoveu uma excelente retenção de íons de ferro, apresentando um valor de 91,26%. Desta forma verifica-se a necessidade da adição do carbonato de sódio ao produto a ser calcinado, para que o máximo de ferro se apresente sob uma forma ligada (ferro retido na estrutura da cristobalita ou sob a forma de um silicato de ferro, sódio e alumínio).

- c) Verifica-se que o produto importado "HYFLO SUPER CEL" apresentou uma retenção de ferro de 96,28%, que em termos absolutos, supera o valor obtido com o produto final. Porém, observa-se que o percentual de ferro total do produto importado (0,43%) é superior ao do produto final (0,183%), sendo que, em ambos os casos, a percentagem de ferro solúvel é a mesma

(0,016%). Logo, em termos de íons de ferro que por ventura pudessem alterar o sabor dos produtos industriais a serem filtrados, verifica-se que ambas as diatomitas (produto final e "Hyflo Super Cel"), apresentariam o mesmo comportamento.

A composição química do produto final está apresentado na Tabela 8, sendo que a perda ao fogo (P.F.) foi determinada a 900°C, durante 2 horas.

| COMPOSTO                       | PRODUTO FINAL<br>(% EM PESO) |
|--------------------------------|------------------------------|
| SiO <sub>2</sub> (TOTAL)       | 94,80                        |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0,34                         |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0,53                         |
| P.F.                           | 0,27                         |
| OUTROS                         | 4,06                         |

Tabela 8 - Composição química do produto final.

Através de absorção física por nitrogênio, foram determinadas as superfícies específicas dos seguintes produtos: produto final, concentrado do espessador de lamelas calcinado a  $860^{\circ}\text{C}$ , durante 3 horas, sem adição de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e produto importado ("HYFLO SUPER CEL"). Os resultados obtidos estão indicados na Tabela 9.

| PRODUTO                         | SUPERFÍCIE ESPECÍFICA<br>( $\text{m}^2/\text{g}$ ) |
|---------------------------------|--|
| PRODUTO FINAL                   | 0,4  |
| CONCENTRADO CALCINADO SEM FLUXO | 0,8  |
| "HYFLO SUPER CEL"               | 0,5  |

Tabela 9 - Superfície específica de produtos de diatomita.

De posse dos resultados da Tabela 9 verificou-se que:

- a) O produto final atingiu uma superfície específica inferior ao padrão "HYFLO SUPER CEL", justificando desta forma a sua maior velocidade de filtração em xaropes de açúcar.

- b.) Comparando-se o produto final (fluxo calcinado) com o concentrado calcinado sem adição de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , verifica-se que a fluxo-calцинаção realmente promoveu uma diminuição de superfície específica, através da sinterização das partículas mais finas.

O produto final, através de ensaios de bancada, apresentou uma velocidade de filtração (2,59 ml/s), para xarope de açúcar, superior a obtida com o padrão (0,81 ml/s) (Anexo 6). Este fato pode ser justificado pela diferença entre as superfícies específicas dos dois produtos, pois verificou-se um menor valor para o produto final (Tabela 9).

6. TESTES PRATICOS DE APLICAÇÃO  
NA INDÚSTRIA

## 6. TESTES PRATICOS DE APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA

Os testes de filtrabilidade realizados na indústria (Anexo 8), com o produto final, e suas frações granulométricas acima e abaixo de 200 malhas, revelaram resultados de velocidade de filtração na faixa de 287% a 717%, em relação ao produto importado "HYFLO SUPER CEL", tomado como padrão(100%). Estes resultados reafirmaram a superioridade dos produtos obtidos sobre o padrão importado, em termos de velocidade de filtração. Por outro lado, os testes mostraram uma possível tendência de alta capacidade de retenção de impurezas, no que se refere ao produto final(ELCOA) e a sua fração granulométrica abaixo de 200 malhas(ELCOA-200). Este fato pode ser comprovado através dos resultados de filtrabilidade(Anexo 8) obtidos, em um estudo anterior<sup>(2)</sup>, com um produto proveniente da calcinação de um concentrado de características químicas e físicas semelhantes ao obtido no espessador de lamelas(concentrado dos tanques sucessivos). Esse referido produto, denominado de LC-02(produto calcinado a 900°C, durante 2 horas e com 10% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) e sua fração granulométrica abaixo de 200 malhas, chamada de LC-02(-200). Apesar de suas altas velocidades de filtração, apresentaram boa retenção de impurezas, tendo em vista os testes de variação de cor do xarope de açúcar(testes realizados pela COCA-COLA) (Anexo 8).

7. BALANÇO DE MASSA DAS ALTERNATIVAS  
TECNOLOGICAS

## 7. BALANÇOS MASSA DAS ALTERNATIVAS TECNOLÓGICAS

Como foi salientado anteriormente, foram estudados três processos de beneficiamento do diatomito de Canavieira do Ceará. Esses processos envolveram respectivamente etapas de concentração em centrífuga, tanques sucessivos e espessador de lamelas.

Os processos envolvendo centrífuga e tanques sucessivos foram estudados no período de 1979 a 1980 (Relatório Final Projeto Diatomita-2ª Etapa), sendo que o último processo, apresentado nesse trabalho, se pesquisou o espessador de lamelas no período de 1980 a 1981.

Um resumo dos resultados obtidos com os três processos está representado nos balanços de massa indicados nas Figuras 9, 10 e 11. Os fluxogramas foram levantados para uma alimentação de 1000 kg de diatomita.

Os balanços de massa indicaram para os diversos processos os seguintes valores de recuperação para o produto final de diatomita:

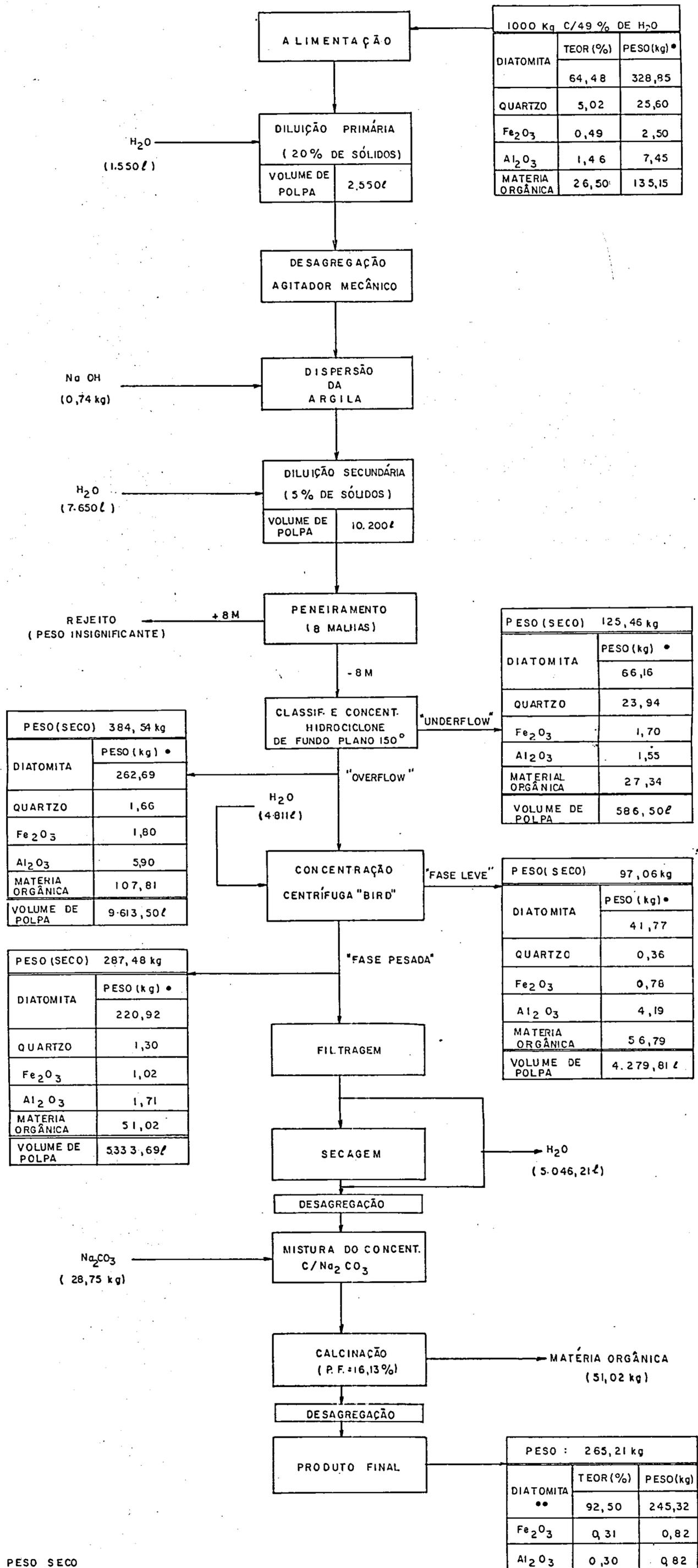
- processo envolvendo centrífuga: 80,65%
- processo envolvendo tanques sucessivos: 48,02%
- processo envolvendo espessador de lamelas: 27,49%

O fechamento do balanço envolvendo centrífuga apresentou um erro de 1,8%, sendo que o balanço relativo ao processo com tanques sucessivos apresentou um erro de 7,3% (Tabela 10).

| OPERAÇÃO                                  | PESO ALIMENTAÇÃO<br>(kg) | PESO MÍNIMO DA SOMA<br>DAS FASES LEVE E<br>PESADA<br>(kg) | ERRO<br>(%) |
|---|--------------------------|---|-------------|
| CONCENTRAÇÃO<br>EM CENTRÍFUGA             | 384,54                   | 391,37  | 1,8         |
| CONCENTRAÇÃO<br>EM TANQUES SU<br>CESSIVOS | 384,54                   | 414,77  | 7,3         |

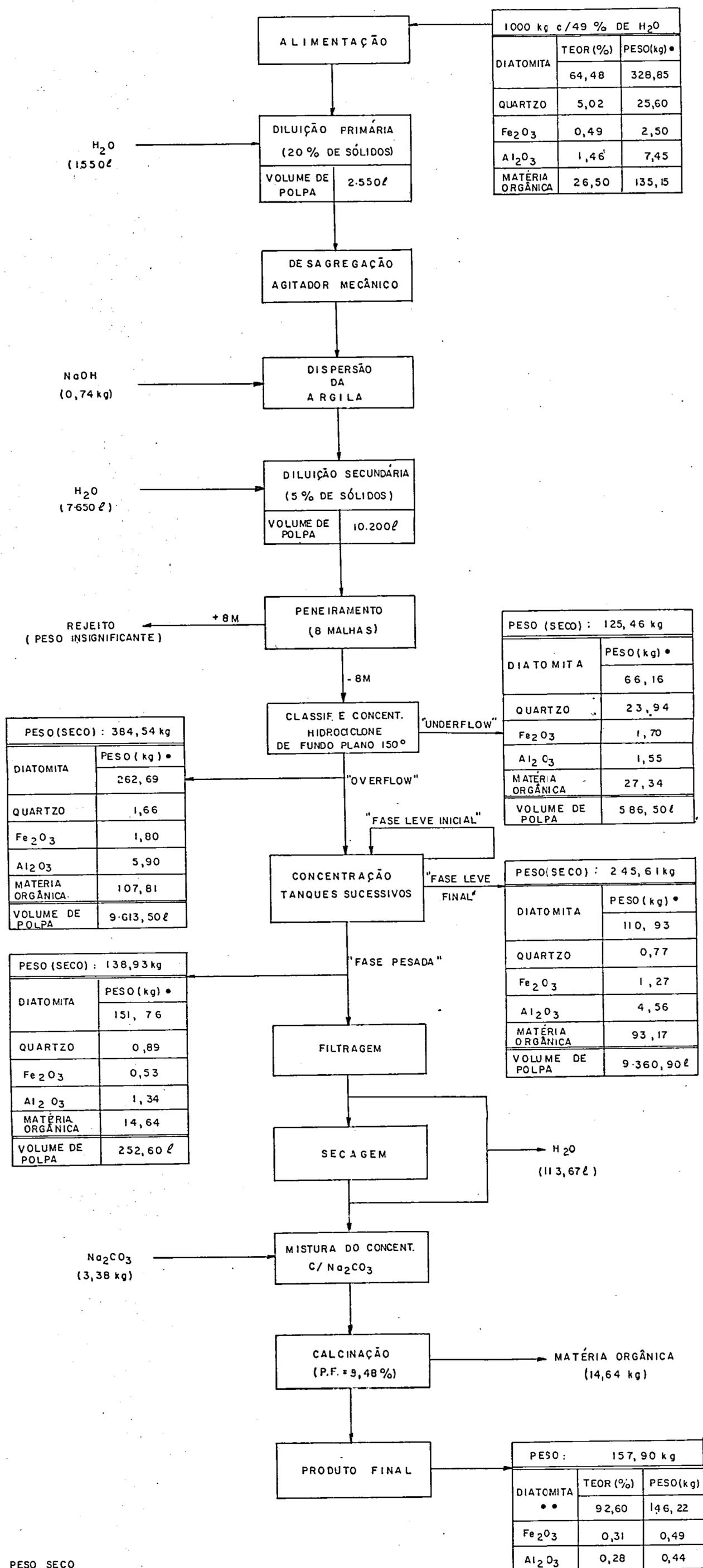
Tabela 10. - Erros de fechamento de balanços.

FIG. 9 - BALANÇO DE MASSA DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL, SUPONDO UMA ALIMENTAÇÃO DE 1.000kg (COM CENTRIFUGA "BIRD").



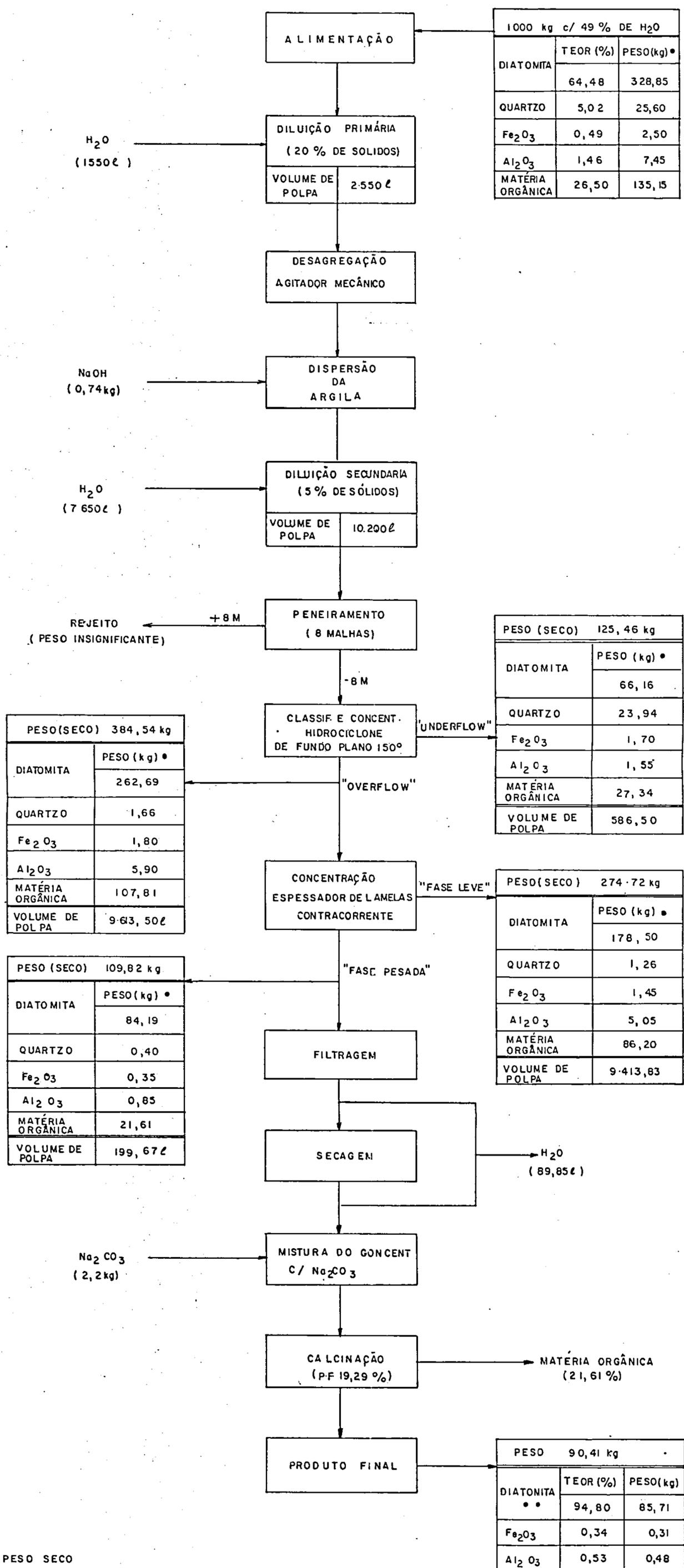
• - PESO SECO  
 •• - SILICA DE: DIATOMITA, QUARTZO RESIDUAL E CAULINITA

FIG. 10 - BALANÇO DE MASSA DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL, SUPONDO UMA ALIMENTAÇÃO DE 1000 kg ( COM TANQUES SUCESSIVOS)



- PESO SECO
- SILICA DE DIATOMITA, QUARTZO RESIDUAL E CAULINITA

FIG. II - BALANÇO DE MASSA DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL, SUPONDO UMA ALIMENTAÇÃO DE 1.000 kg (COM ESPESSADOR DE LAMELAS CONTRACORRENTE)



• - PESO SECO  
 •• - SILICA DE DIATOMITA, QUARTZO RESIDUAL E CAULINITA

MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA

DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL

CONVÊNIO DNPM/CPRM

DEMONSTRATIVO DO RESULTADO FINANCEIRO PARA BENEFICIAMENTO  
DE  
DIATOMITA DO CEARÁ EM ESCALA INDUSTRIAL

ÍTALO B. F. A. FILISETTI

CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

1981

8. DEMONSTRATIVO DO RESULTADO FINANCEIRO  
PARA BENEFICIAMENTO DE DIATOMITA DO  
CEARA EM ESCALA INDUSTRIAL

## 8. DEMONSTRATIVO DO RESULTADO FINANCEIRO PARA BENEFICIAMENTO DE DIATOMITA DO CEARÁ EM ESCALA INDUSTRIAL

Nesse estudo foram calculados os custos operacionais e resultado financeiro para cada uma das três alternativas propostas no processo de beneficiamento da diatomita.

A primeira alternativa considera o processo com centrífuga, a segunda alternativa com espessador de lamelas e finalmente a terceira alternativa com tanques sucessivos.

A alimentação da unidade industrial será de 20 t/h ou 120.000 t/ano. Considerou-se que a mesma operará em 3 turnos diários de 8 horas cada, e durante 250 dias ano.

Os investimentos em equipamentos para as três alternativas foram estimados em:

1. Processo com centrífuga-Cr\$290.000 mil
2. Processo com espessador-Cr\$170.000 mil de lamelas
3. Processo com tanques sucessivos -Cr\$ 75.000 mil

O total de mão-de-obra necessária para operacionalizar essa unidade será composta de 57 empregados na operação e 4 na administração, totalizando uma despesa anual de Cr\$ 37.608 mil.

Os custos operacionais anuais para os processos 1, 2, 3, são de Cr\$ 329.538 mil, Cr\$ 188.489 mil, Cr\$ 193.705 mil, sendo o custo operacional por tonelada beneficiada de US\$ 86,3; US\$ 144,8; US\$ 85,2 respectivamente. Considerou-se o preço FOB da matéria-prima colocada na usina de Cr\$ 850,00/t. Informação essa prestada pelos produtores locais: Cearita Empresa de Mineração Industrial Ltda.

Para o cálculo do faturamento anual consideraram-se três hipóteses mais representativas nos preços de venda de diatomita beneficiada; para a hipótese 1, considerou-se o preço da Diatomita produzida no Brasil e vendida na praça do Rio de Janeiro, Cr\$ 52,00 Kg(CIF); para a hipótese 2, um valor intermediário entre o preço da diatomita nacional e a importada de Cr\$ 83,50/Kg e para hipótese 3, considerou-se o preço da diatomita importada de Cr\$ 115,00/Kg.

As informações, referentes aos preços da diatomita foram fornecidas pelos consumidores: Coca-Cola e Açúcar Pérola.

Os dados técnicos de engenharia referentes aos processos e considerados nesse estudo, foram fornecidos pela Divisão de Tratamento de Minérios do CETEM, respectivamente, Engenheiro Franz Xaver Horn Filho, autor de projeto de beneficiamento de diatomita.

## ESTIMATIVA DE INVESTIMENTOS EM MÁQUINAS E EQUIPAMENTOS

|                                     | CR\$ mil          |
|-------------------------------------|-------------------|
| 1. PROCESSO C/CENTRÍFUGA            |                   |
| Equipamentos principais             | 174.000,00        |
| Equipamentos auxiliares (40%)       | <u>116.000,00</u> |
| Total                               | 290.000,00        |
| 2. PROCESSO C/ESPESSADOR DE LAMELAS |                   |
| Equipamentos principais             | 102.000,00        |
| Equipamentos auxiliares (40%)       | <u>68.000,00</u>  |
| Total                               | 170.000,00        |
| 3. PROCESSO C/TANQUES SUCESSIVOS    |                   |
| Equipamentos principais             | 45.000,00         |
| Equipamentos auxiliares (40%)       | <u>30.000,00</u>  |
| Total                               | 75.000,00         |

Nota: O valor dos equipamentos foram corrigidos para o período compreendido entre setembro de 1977 a Setembro de 1981, aplicando-se o fator 7,76, conforme índice da coluna 35, (F.G.V.) (Máquinas e Equip. Ind.).

Outros preços foram conseguidos pelos fabricantes:  
Alfa-Laval, Diafil-Dianorte, AKW do Brasil.

| OPERAÇÃO  |  |             |                     |                    |
|---|--|-------------|---------------------|--------------------|
| Nº FUNC.  | CARGO  | Cr\$ Mensal | Total Mensal (Cr\$) | Total Anual (Cr\$) |
| (1)   | Engenheiro   | 140.000,00  | 140.000,00          |                    |
| (1)   | Supervisor   | 70.000,00   | 70.000,00           |                    |
| (2)   | Servente p/Matéria Prima                                     | 10.336,00   | 20.671,00           |                    |
| (1)   | Operador sistema de desagregação, diluição e peneiramento    | 30.000,00   | 30.000,00           |                    |
| (1)   | Operador p/ classificação, concentração, filtragem e secagem | 30.000,00   | 30.000,00           |                    |
| (1)   | Operador de beneficiamento a seco                            | 30.000,00   | 30.000,00           |                    |
| (7)   | Ajudantes  | 10.336,00   | 72.352,00           |                    |
| (2)   | Serventes  | 10.336,00   | 20.672,00           |                    |
| (1)   | Mecânico   | 40.000,00   | 40.000,00           |                    |
| (1)   | Eletricista  | 40.000,00   | 40.000,00           |                    |
| (1)   | Aux. Laboratório   | 30.000,00   | 30.000,00           |                    |
| 19  | Total Operação   |             | 523.695,00          | 6.284.340,00       |
| ADMINISTRAÇÃO   |  |             |                     |                    |
| (1)   | Aux. Contabilidade   | 30.000,00   | 30.000,00           |                    |
| (1)   | Mensageiro   | 6.000,00    | 6.000,00            |                    |
| (1)   | Servente p/ Limpeza  | 10.336,00   | 10.336,00           |                    |
| (1)   | Servente p/ Café   | 10.336,00   | 10.336,00           |                    |
| 4   | Total Administração  |             | 56.672,00           | 680.064,00         |
| 21  | Total Mensal   |             | 580.367,00          |                    |
|   |  |             |                     | 6.964.404,00       |
|   | Encargos Sociais (80%)                                       |             |                     | 5.571.523,20       |
|   | Total anual c/ encargos                                      |             |                     | 12.535.927,20      |
|   | Total anual (3 turnos)                                       |             |                     | 37.607.781,60      |
| NOTA: Para efeito de cálculo considerou-se o salário mínimo regional. |  |             |                     |                    |

Tabela II - Composição de mão-de-obra e salários - 3 turnos.

| Processo                                 | Reagente                        | Consumo/t | Consumo/a   | Preço<br>(Cr\$/Kg) | Custo/a            |
|--|---------------------------------|-----------|-------------|--------------------|--------------------|
| 1. Centrífuga                            | Na OH                           | 740g/t    | 88.800Kg    | 130                | 11.544.000         |
|  | Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | 28,75Kg/t | 3.450.000Kg | 35                 | <u>120.750.000</u> |
|  |                                 |           | Total       |                    | 132.294.000        |
| 2. Espessador<br>Lamelas                 | Na OH                           | 740g/t    | 88.800Kg    | 130                | 11.544.000         |
|  | Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | 2,2Kg/t   | 264.000Kg   | 35                 | <u>9.240.000</u>   |
|  |                                 |           | Total       |                    | 20.784.000         |
| 3. Tanques<br>Sucessivos                 | Na OH                           | 740g/t    | 88.800Kg    | 130                | 11.544.000         |
|  | Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | 3,38Kg/t  | 405.600Kg   | 35                 | <u>14.196.000</u>  |
|  |                                 |           | Total       |                    | 25.740.000         |
| NOTA: 3 turnos de 8 horas, 250 dias/ano. |                                 |           |             |                    |                    |

Tabela 12 - Consumo de custo anual de reagentes para  
alimentação de 20 t/h ou 120.000 t/a.

| Hipóteses                                 | Material Entrante no forno (t) | Consumo/t Lenha (m <sup>3</sup> ) | Consumo Anual Lenha (m <sup>3</sup> ) | Preço/m <sup>3</sup> * | Custo (CR\$ mil) |
|---|--------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------|------------------------|------------------|
| 1. Centrífuga                             | 37.948                         | 2                                 | 75.896                                | 300,00                 | 22.768.800       |
| 2. Espessador Lamelas                     | 13.442                         | 2                                 | 26.884                                | 300,00                 | 8.065.200        |
| 3. Tanques Sucessivos                     | 20.705                         | 2                                 | 41.410                                | 300,00                 | 12.423.000       |
| NOTA: * Preço da lenha na região (Ceará). |                                |                                   |                                       |                        |                  |

Tabela 13 - Consumo anual de lenha:

| PROCESSOS                | ALIMENTAÇÃO    |              |              |                       |                        | RECUPERAÇÃO (%) | PRODUTO FINAL (ton/ano) |
|--------------------------|----------------|--------------|--------------|-----------------------|------------------------|-----------------|-------------------------|
|                          | PESO Úmido (t) | % de Sólidos | PESO seco(t) | TEOR de dia tomita(t) | PESO de dia tomita (t) |                 |                         |
| 1. Centrífuga            | 120.000        | 51           | 61.200       | 64,48                 | 39.462                 | 80,65           | 31.826                  |
| 2. Espessador de Lamelas | 120.000        | 51           | 61.200       | 64,48                 | 39.462                 | 27,49           | 10.848                  |
| 3. Tanques Sucessivos    | 120.000        | 51           | 61.200       | 64,48                 | 39.462                 | 48,02           | 18.950                  |

Tabela 14 - Teores, Recuperações, Quantidades anuais de diatomita (20 t/h).

| PROCESSOS   | Produto Final<br>(t/ano) | H.1.<br>CR\$ 52,00/Kg | H.2<br>CR\$ 83,50/Kg | H.3<br>CR\$ 115,00/Kg |
|---|--------------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|
| 1. Centrífuga   | 31.826                   | 1.654.952             | 2.657.471            | 3.659.990             |
| 2. Espessador de Lamelas  | 10.848                   | 564.096               | 905.808              | 1.247.520             |
| 3. Tanques Sucessivos   | 18.950                   | 985.400               | 1.582.325            | 2.179.250             |
| <p>NOTA: H.1 = Preço venda Diatomita Nacional (CIF-Rio)<br/> H.2 = Preço Médio<br/> H.3 = Preço Diatomita Importada (CIF-Rio)</p> |                          |                       |                      |                       |

Tabela 15 - Faturamento anual (CR\$ mil) (unidade de 20 t/h).

| ITEM                                      | HIPÓTESES | (Cr\$ mil) |           |           |
|---|-----------|------------|-----------|-----------|
|   |           | H.1        | H.2       | H.3       |
| Faturamento anual                         |           | 1.654.952  | 2.657.471 | 3.659.990 |
| Custos Diretos                            | 290.996   |            |           |           |
| Mão de Obra                               | 33.933    |            |           |           |
| Matéria Prima                             | 102.000   |            |           |           |
| Reagentes                                 | 132.294   |            |           |           |
| Lenha                                     | 22.769    |            |           |           |
| Margem Bruta                              |           | 1.363.956  | 2.366.475 | 3.368.994 |
| Custos Indiretos                          | 38.542    |            |           |           |
| Energia (7% C.D.)                         | 20.370    |            |           |           |
| Manutenção (5% inv.maq.)                  | 14.500    |            |           |           |
| Administração                             | 3.672     |            |           |           |
| Resultado Financeiro                      |           | 1.325.414  | 2.327.933 | 3.330.452 |
| NOTA: .3 turnos de 8 horas, 250 dias/ano. |           |            |           |           |

Tabela 16 - Resultado financeiro para 20 t/h (centrífuga)

| ÍTEM                      | HIPÓTESES | (Cr\$ mil.) |         |           |
|---------------------------|-----------|-------------|---------|-----------|
|                           |           | H.1         | H.2     | H.3       |
| Faturamento Anual         |           | 564.096     | 905.808 | 1.247.520 |
| Custos Diretos            | 164.782   |             |         |           |
| Mão de Obra               | 33.933    |             |         |           |
| Matéria Prima             | 102.000   |             |         |           |
| Reagentes                 | 20.784    |             |         |           |
| Lenha                     | 8.065     |             |         |           |
| Margem Bruta              |           | 399.314     | 741.026 | 1.082.733 |
| Custos Indiretos          | 23.707    |             |         |           |
| Energia (7% C.D.)         | 11.535    |             |         |           |
| Manutenção(5% inv.equip.) | 8.500     |             |         |           |
| Administração             | 3.672     |             |         |           |
| Resultado Financeiro      |           | 375.607     | 717.319 | 1.059.031 |

Tabela 17 - Resultado Financeiro para 20 t/h ( Espe-  
sador de Lamelas)

| ÍTEM                      | HIPÓTESES | (Cr\$ mil) |           |           |
|---------------------------|-----------|------------|-----------|-----------|
|                           |           | H.1        | H.2       | H.3       |
| Faturamento Anual         |           | 985.400    | 1.582.325 | 2.179.250 |
| Custos Diretos            | 174.096   |            |           |           |
| Mão de Obra               | 33.933    |            |           |           |
| Matéria Prima             | 102.000   |            |           |           |
| Reagentes                 | 25.740    |            |           |           |
| Lenha                     | 12.423    |            |           |           |
| Margem Bruta              |           | 811.304    | 1.408.229 | 2.005.154 |
| Custos Indiretos          | 19.609    |            |           |           |
| Energia (7% C.D.)         | 12.187    |            |           |           |
| Manutenção(5% inv.equip.) | 3.750     |            |           |           |
| Administração             | 3.672     |            |           |           |
| Resultado Financeiro      |           | 791.695    | 1.388.620 | 1.985.545 |

Tabela 18 - Resultado Financeiro para 20 t/h (tanques su  
cessivos)

| CUSTOS OPERACIONAIS  |                    |                      |        |        | RESULTADO FINANCEIRO (CR\$ mil) |           |           |                           |
|--|--------------------|----------------------|--------|--------|---------------------------------|-----------|-----------|---------------------------|
| ALTERNATIVAS   | Produção Anual (t) | Custo Op. (CR\$ mil) | CR\$/t | US\$/t | H.1                             | H.2       | H.3       | Investimento Equipamentos |
| 1. Centrífuga  | 31.826             | 329.538              | 10.354 | 86,3   | 1.325.414                       | 2.327.933 | 3.330.452 | 290.000                   |
| 2. Espessador de Lamelas   | 10.848             | 188.489              | 17.375 | 144,8  | 375.607                         | 717.319   | 1.059.031 | 170.000                   |
| 3. Tanques Sucessivos  | 18.950             | 193.705              | 10.222 | 85,2   | 791.695                         | 1.388.620 | 1.985.545 | 75.000                    |
| <p>NOTA: a) 1 US\$ = CR\$ 120,00</p> <p>b) H.1 = Ao Preço de Venda de CR\$ 52,00/Kg.</p> <p>H.2 = Ao Preço de Venda de CR\$ 83,50/Kg.</p> <p>H.3. = Ao Preço de Venda de CR\$115,00/Kg.</p> <p>c) Operação : 3 turnos 8 horas, 250 dias/ano.</p> |                    |                      |        |        |                                 |           |           |                           |

Tabela 19 - Custos operacionais x resultado financeiro (Alimentação 20 t/hora).

## CONCLUSÕES

As três alternativas estudadas no processo de beneficiamento da diatomita com alimentação de 20t/hora apresentam resultado financeiro favorável. Contudo, a alternativa que emprega a "centrífuga" apresenta o melhor resultado.

Verifica-se que a alternativa que emprega a "centrífuga" (alternativa 1), tem como produção final anual 31.926t de diatomita a um custo operacional de Cr\$ 329.538mil, sendo o custo por tonelada de CR\$ 10.354,00.

Para a alternativa que emprega o "espessador de lamelas" (alternativa 2), tem como produção final 10.848t, a um custo operacional de CR\$ 188.489 mil, sendo o custo por tonelada beneficiada de CR\$ 17.375,00.

Para a alternativa que emprega "tanques sucessivos" (alternativa 3), tem como produção anual final 18.950t, a um custo operacional de CR\$ 193.705 mil, sendo o custo por tonelada beneficiada de CR\$ 10.222,00.

Os investimentos em equipamentos, foram estimados em: CR\$ 290.000,00 mil, CR\$ 170.000,00 mil e CR\$75.000,00 mil, respectivamente para 1, 2, 3 alternativas.

Contudo, deve-se mencionar que estudos mais abrangentes de viabilidade econômica fazem-se necessários à medida que passa-se para projeto conceitual, projeto básico, projeto detalhado.

9. COMPARAÇÃO TÉCNICA E ECONÔMICA DAS  
ALTERNATIVAS TECNOLÓGICAS

## 9. COMPARAÇÃO TÉCNICA E ECONÔMICA DAS ALTERNATIVAS TECNOLÓGICAS

De posse dos resultados obtidos no desenrolar da pesquisa desenvolvida, sobre o beneficiamento do diatomito de Canavieira do Ceará, pode-se fazer a seguinte análise:

a) As três alternativas tecnológicas estudadas apresentaram-se tecnicamente viáveis, pois os produtos finais obtidos em cada um dos processos, atingiram a meta prevista, ou seja, foram aprovados na indústria, apresentando-se como excelentes auxiliares de filtração para xarope de açúcar (Tabela 20, Anexo 7 e Anexo 9 do Relatório Final do Projeto Beneficiamento de Diatomita - 2ª Etapa).

| PRODUTO                               | FILTRABILIDADE (%) |
|---------------------------------------|--------------------|
| Processo c/centrífuga                 | 244                |
| Processo c/tanques sucessivos         | 490                |
| Processo c/espessador de lamelas      | 331                |
| Padrão industrial ("Hyflo Super Cel") | 100                |

Tabela 20 - Resultados dos ensaios de filtração realizados com os concentrados de diatomita do minério da Lagoa de Canavieira - Ceará.

Os resultados apresentados na Tabela 21 foram obtidos através de testes realizados na Cia. Usinas Nacionais - Açúcar Pérola e tiveram como padrão o diatomito importado "Hyflo Super Cel", considerado como tendo filtrabilidade de 100%.

b) Em termos de recuperação de diatomita no produto final, o processo que utilizou a centrífuga apresentou o melhor resultado, pois recuperou-se aproximadamente 80,65% da diatomita contida no minério. Os valores de recuperação dos processos envolvendo tanques sucessivos e espessador de lamelas foram respectivamente de 48,02% e 27,49%.

c) No que se refere ao estudo econômico, as três alternativas de beneficiamento apresentaram-se viáveis, supondo-se uma alimentação de 20 t/h em todos os processos. O melhor resultado financeiro foi obtido com o processo que utilizou a centrífuga, sendo sua renda líquida anual variando na faixa de Cr\$ 1.325.414.000,00 a Cr\$ 3.330.452.000,00. As rendas líquidas anuais para os processos envolvendo tanques sucessivos e espessador de lamelas variaram respectivamente nas faixas de Cr\$ 791.695.000,00 a Cr\$ 1.985.545.000,00 e Cr\$ 375.607.000,00 a Cr\$ 1.059.031.000,00. Os valores das rendas líquidas anuais foram calculadas, tendo como base o preço de venda da diatomita variando na faixa de Cr\$ 52,00/Kg a Cr\$ 115,00/Kg. (Tabela 19).

d) Com relação aos investimentos com e quipamentos, o valor calculado para o processo que utilizou a centrífuga foi de Cr\$ 290.000.000,00. Esse resultado superou os valores encontrados para as alternativas que utilizaram o espessador de lamelas e os tanques sucessivos, as quais apresentaram investimentos, respectivamente, de Cr\$ ..... 170.000.000,00 e Cr\$ 75.000.000,00. (Tabela 19).

e) A escolha de uma alimentação de 20 t/h para os processos estudados, teve como finalidade a obtenção de uma produção mínima de 10.000 t/ano. Essa produção atenderia atualmente a duas grandes empresas consumidoras de diatomita (Açúcar Pérola e Coca-Cola). A fixação de um mesmo valor de alimentação para as três alternativas tecnológicas, teve como objetivo torná-las mais facilmente comparáveis em termos econômicos.

10. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS  
E CONCLUSÕES

## 10. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES

O principal objetivo do presente trabalho, foi apresentar mais uma alternativa de beneficiamento para o diatomito do Ceará (Alternativa c/espessador de lamelas) e estabelecer comparações técnicas e econômicas entre esse processo e os que empregaram centrífuga e tanques sucessivos (estudos realizados no período de 1979 a 1980, Relatório Final relativo a 2ª Etapa do Projeto de Beneficiamento de Diatomita do Ceará).

O processo envolvendo o espessador de lamelas apresentou resultados satisfatórios, porém revelou uma baixa recuperação de diatomita no produto final (27,49%). O produto fino obtido apresentou-se como excelente auxiliar de filtração em testes realizados na indústria (331% de filtrabilidade).

Os processos que utilizaram, respectivamente, a centrífuga e os tanques sucessivos, também revelaram expressivos resultados, apresentando excelentes auxiliares de filtração em testes industriais (filtrabilidade de 244% e 490%, respectivamente).

As recuperações atingidas com relação a diatomita no produto final foram de 80,65% (centrífuga) e 48,02% (tanques sucessivos).

O estudo econômico realizado apresentou como viáveis as três alternativas de beneficiamento do diatomito de Canavieira. Porém, os melhores resultados foram encontrados para o processo que utilizou a centrífuga "BIRD" de operação contínua com 6 polegadas de diâmetro (Figura 9). Em termos tecnológicos todos os processos apresentaram bons resultados, sendo que a alternativa que utilizou centrifugação revelou um acentuado valor de recuperação de diatomita (80,65%). Desta forma, conclui-se, finalmente, que entre as alternativas pesquisadas, a mais indicada para o beneficiamento do diatomito de Canavieira do Ceará é aquela que emprega centrifugação na etapa de concentração da diatomita (sedimentação forçada das carapaças de algas diatomáceas e redução dos teores de  $Fe_2O_3$  e  $Al_2O_3$  através da fase não sedimentada).

Tendo sido escolhido o processo de beneficiamento envolvendo centrifugação (Figura 9.), as etapas a serem adotadas serão as seguintes:

- a) Diluição primária a 20% de sólidos
- b) Desagregação da polpa com 20% de sólidos e dispersão da argila com adição de 0,74 Kg/ton de NaOH (pH = 7)
- c) Diluição secundária a 5% de sólidos
- d) Peneiramento da polpa em peneira de 8 malhas.

- e) Classificação e concentração da polpa através de hidrociclones de fundo plano 150° da AKW DO BRASIL (Tipo:RWB-34, bocal de alimentação azul, bocal do ápice vermelho, bocal do "overflow" vermelho e pressão de alimentação de 10 psi).
- f) Concentração da diatomita contida no "overflow" dos hidrociclones através da centrifugação (centrífuga BIRD de operação contínua com parafuso de arraste da fase pesada ou semelhante). Centrifugação em torno de 4000 rpm.
- g) Desaguamento do concentrado da centrífuga por filtragem a vácuo (possivelmente filtro de tambor).
- h) Secagem do concentrado após o desaguamento (possivelmente o forno rotativo de secagem ou manufatura de blocos para secagem ao sol).
- i) Desagregação mecânica do concentrado após a secagem.
- j) Mistura do concentrado seco com carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), aproximadamente 29 Kg/ton.

- k) Calcinação da mistura de concentrado com carbonato de sódio, em forno rotativo, durante aproximadamente 2 horas, a uma temperatura em torno de  $900^{\circ}\text{C}$ .
- l) Desagregação mecânica do concentrado calcinado e obtenção de produto final.
- m) Possível necessidade de classificação pneumática, através de ciclones, do concentrado calcinado, com a finalidade de se cumprir prováveis especificações de indústrias consumidoras, no que se refere a granulometria do produto final.

## 11. RECOMENDAÇÕES

## II. RECOMENDAÇÕES

Com relação aos resultados obtidos no estudo de beneficiamento desenvolvido, seguem-se algumas recomendações:

1. Sugere-se a montagem de uma planta piloto segundo o fluxograma da Figura 2 (processo com centrifugação), estabelecendo-se um circuito contínuo desde a alimentação do minério bruto até obtenção do concentrado de centrífuga. Este circuito possibilitaria o estudo do aproveitamento da diatomita eliminada no "underflow" do hidrociclone (20%), na tentativa de aumento de remuneração do processo. Por outro lado, a montagem deste circuito possibilitaria a produção de uma determinada quantidade de concentrado de centrífuga, necessária para realização de estudos de filtração, secagem, calcinação em forno rotativo com adição de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e classificação do concentrado calcinado em ciclones.

2. Após a realização dos estudos de filtração, secagem, calcinação e classificação, seria importante a montagem de uma planta piloto completa (minério bruto/produto final), a qual possibilitaria a otimização de todas as operações unitárias envolvidas no processo. Uma das providências imediatas seria a tentativa de redução do consumo de carbonato de sódio durante a calcinação (atualmente de 29 kg/ton, 10% em peso). Por outro lado, o circuito contínuo completo promoveria a coleta de informações mais realistas, as quais serviriam de subsídios para um estudo bem elaborado de viabilidade econômica.

BIBLIOGRAFIA

## BIBLIOGRAFIA

01. PAULO ABIB ANDERY S.A., Projeto de Beneficiamento de Diatomita - Relatório Final - Convênio P.A.A.A./DNPM
02. HORN, F.X., Projeto Beneficiamento de Diatomita do Ceará - 2ª Etapa, CETEM, Convênio DNPM/CPRM, (1980)
03. FERREIRA DE SOUZA, J., Perfil Analítico da Diatomita (1973)
04. FORSELL, Aplicações do Compactador de Lamelas no processamento de Minérios
05. MARKL, W., H. SEZENSKY, Espessadores de Lamelas Reheax en la técnica de procesos
06. SCHLITTER W.E., W. MARKL, Cross-Flow Lamella Thickeners, Mining Magazine, pp. 291-297, April, (1976)
07. COOK R.I., J.J. CHILDRESS, Performance of Lamella Thickeners in Coal Preparation Plants, Mining Engineering, pp. 566-571, May, (1978)
08. BROWN, Unity Operations, pp. 72-79, John Willey and Sons, Inc., New York, (1960)
09. D'ABREU, J.C., Seminários de Tópicos Especiais em Engenharia Metalúrgica, DCMM, PUC/RJ, (1976)
10. CHUNG, F.H., Quantitative Interpretation of X-Ray Diffraction Patterns of Mixtures. I. Matrix-Flushing Method for Quantitative Multicomponent Analysis, Sherwin-Williams Research Center, Chicago, Illinois, (1973)

11. BRAGG, R.H., Quantitative Analysis by Powder Diffraction, Kaelble - Handbook of X-Rays, Chapter 12, Mc Graw-Hill Book Company.
12. CARVALHO, J.L. ASSIS, P.S., CAMILO, R.D., Dados Termodinâmicos para Metalurgistas, Universidade Federal de Minas Gerais, (1977)
13. ROBERT C.W., CRC Handbook of Chemistry and Physics, CRC Press, Inc. 59<sup>th</sup> Edition, (1978-1979).

ANEXO I

## CARACTERIZAÇÃO TÉCNICA DA OPERAÇÃO COM ESPESSADOR DE LAMELAS CONTRACORRENTE

### CARACTERÍSTICAS DO EQUIPAMENTO (4)(5)

O espessador circular convencional com raspadores rotativos é um equipamento simples e robusto. Porém, possui como grande desvantagem o seu excessivo tamanho, ou seja, o espaço por ele ocupado em uma planta industrial.

O espessador de lamelas contracorrente, também baseado no princípio de separação por gravidade, além de possuir robustez e simplicidade, apresenta baixos custos operacionais, reduzido consumo energético e ocupa apenas 10% do espaço ocupado por um espessador convencional correspondente.

A área de sedimentação do espessador de lamelas contracorrente é constituída por um certo número de placas finas, inclinadas e com um pequeno espaçamento entre si (Figura 1 A).

O espessador de lamelas pode substituir os espessadores circulares convencionais na maioria das aplicações. Este tipo de espessador foi desenvolvido pelo Instituto Axel Johnson em colaboração com o Instituto de Engenharia Química da Universidade Chalmers de Tecnologia e a Universidade de Lund.

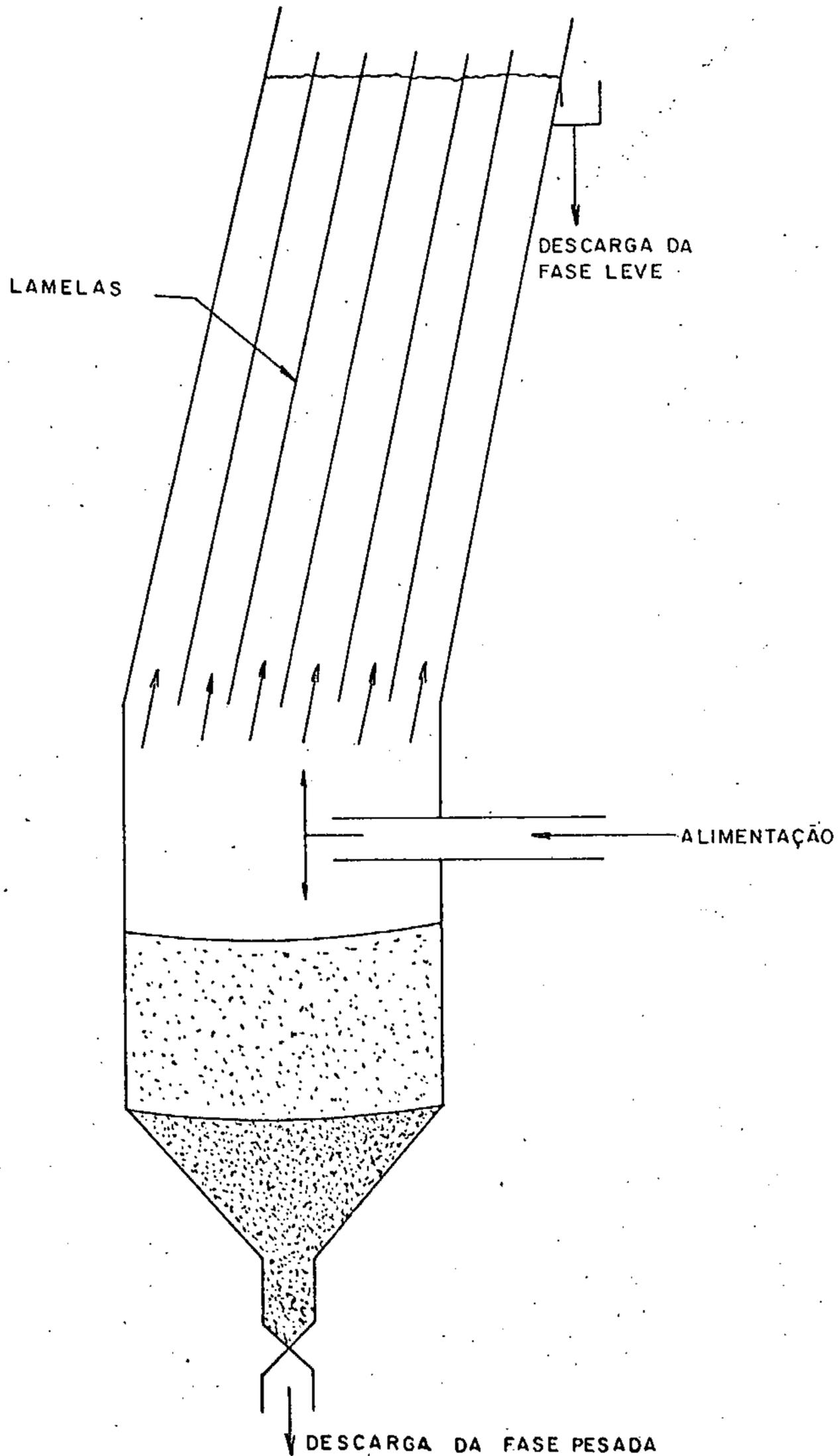
## PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO DE UM ESPESSADOR DE LAMELAS CON- TRACORRENTE (4)(5)

A alimentação de um espessador é feita normalmente no interior da zona de clarificação. A polpa de alimentação, ao entrar no espessador, sofre um movimento ascendente entre as placas inclinadas e paralelas. Durante a ascensão da polpa, com velocidade calculada, o espessamento se processa devido a sedimentação de partículas, por gravidade, na superfície das lamelas.

Enquanto que a "Fase Leve" é descarregada na parte superior do espessador, através de uma calha, as partículas que se depositaram nas placas, constituindo a "Fase Pesada", escorregam até o fundo do equipamento e são coletadas por intermédio de uma válvula que abre e fecha de tempos em tempos, controlada automaticamente (Figura I A).

Para um bom funcionamento de um espessador de lamelas, é necessário que o sistema de alimentação seja ajustado de tal forma, que permita uma distribuição homogênea da polpa entre as placas. Por outro lado, para facilitar a descarga da "Fase Pesada" e evitar entupimentos, costuma-se acoplar no interior da caixa de descarga do espessador, um sistema vibratório de baixa amplitude. Este sistema proporciona uma redução da viscosidade do sedimentado, tornando-o mais fluente.

FIG 1A - ESQUEMA DE UM ESPESSADOR DE LAMELAS CONTRACORRENTE



O espessador em questão é conhecido como do tipo contracorrente, devido ao fato da alimentação e a sedimentação das partículas se processarem em sentidos opostos (Figura 2 A).

### SIMULAÇÃO MATEMÁTICA PARA UM ESPESSADOR DE LAMELAS CONTRACORRENTE (6) (7)

- Cálculo da Velocidade Ascendente da Polpa ( $V_A$ ):

Sabe-se que uma partícula com velocidade de terminal  $V_T$ , ao penetrar entre as lamelas do espessador, está também sujeita à velocidade da corrente ascendente com velocidade  $V_A$ . Logo, a referida partícula terá uma velocidade de  $V$ , que é resultante da composição entre as velocidades  $V_A$  e  $V_T$ , tendo portanto, que seguir a trajetória  $\overline{LO}$  (Figura 3A). Para que a partícula saia do ponto L, com velocidade  $V$  e alcance o ponto O, sendo que as lamelas possuem comprimento  $L$  e inclinação  $\alpha$ , é necessário e suficiente que o tempo ( $t_1$ ) para que a partícula percorra a distância  $\overline{NO}$  ( $L \text{ sen } \alpha$ ) na velocidade  $V_A \text{ sen } \alpha - V_T$ , seja igual ao tempo ( $t_2$ ) para que esta mesma percorra a distância  $\overline{LM}$  ( $L \text{ cos } \alpha + \frac{\Delta}{\text{sen } \alpha}$ ), na velocidade  $V_A \text{ cos } \alpha$ . Logo, segue-se que:

$$t_1 = \frac{L \text{ sen } \alpha}{V_A \text{ sen } \alpha - V_T} \text{ e } t_2 = \frac{L \text{ cos } \alpha + \frac{\Delta}{\text{sen } \alpha}}{V_A \text{ cos } \alpha}$$

FIG 2 A - ESQUEMA DO PRINCÍPIO CONTRACORRENTE

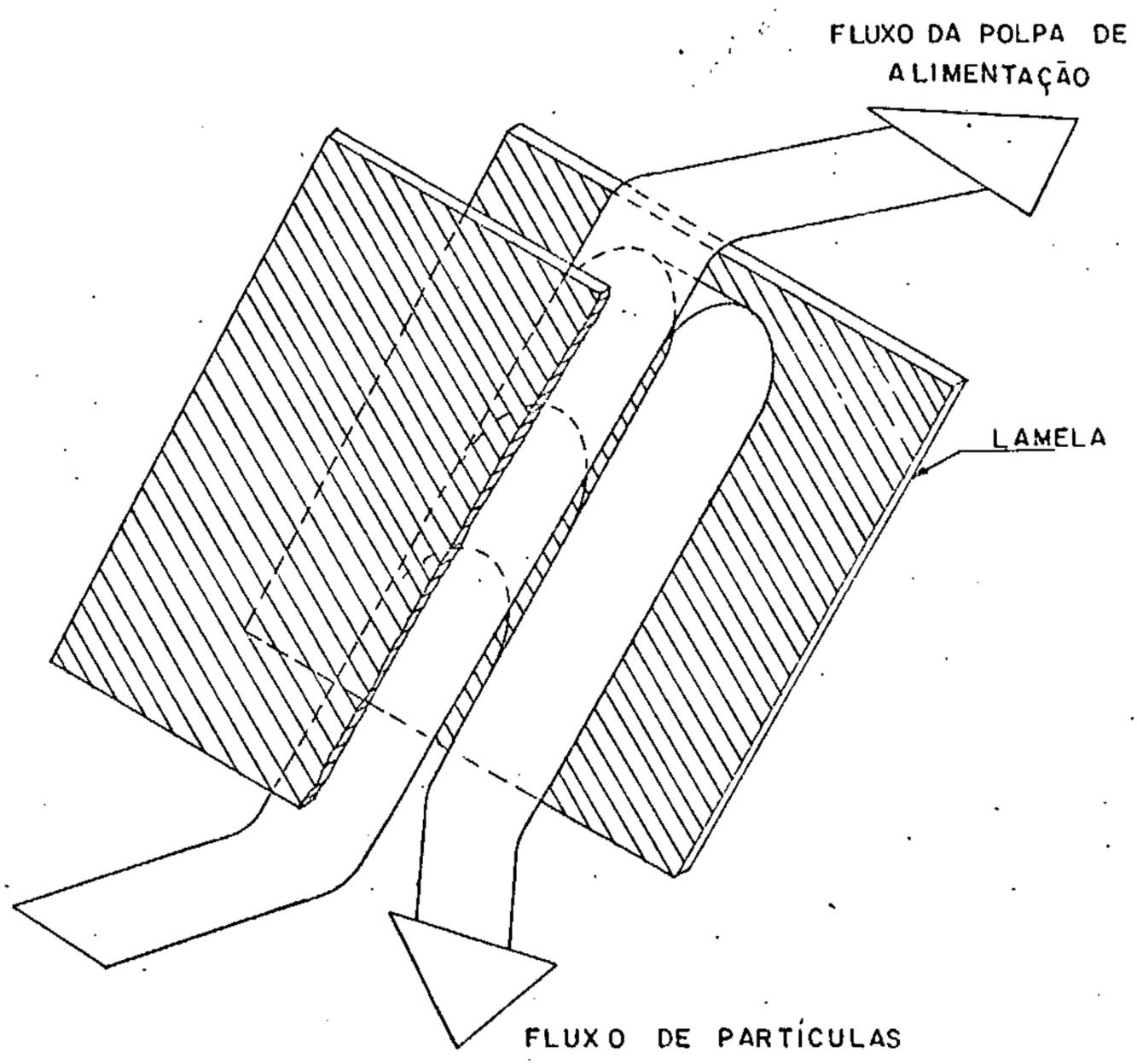
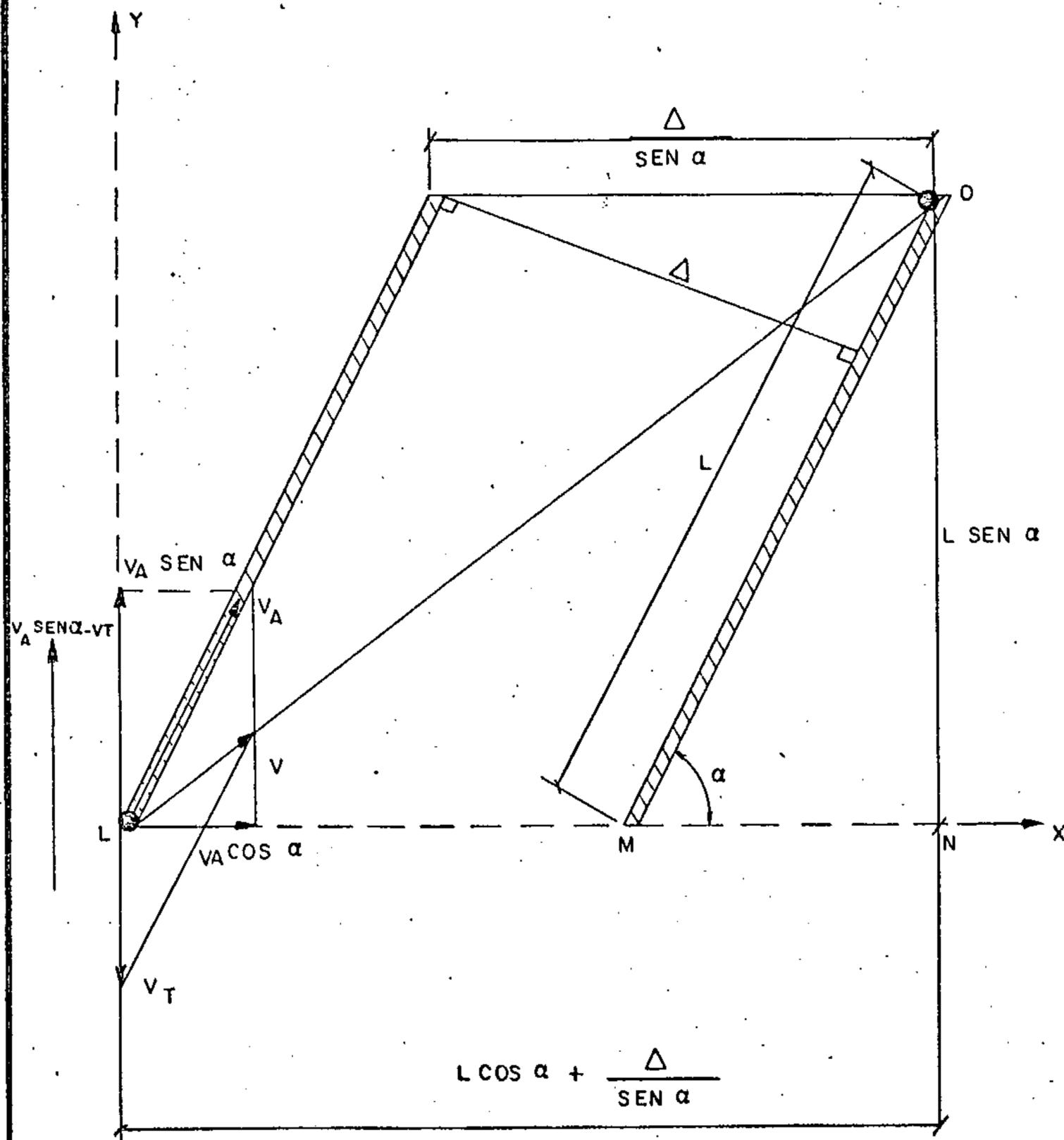


FIG. 3A - REPRESENTAÇÃO VETORIAL DO ESCOAMENTO DE UMA PARTÍCULA ENTRE DUAS PLACAS DO ESPESSADOR DE LAMELAS



Igualando-se os tempos  $t_1$  e  $t_2$ , tem-se a equação 1.

$$\frac{L \operatorname{sen} \alpha}{V_A \operatorname{sen} \alpha - V_T} = \frac{L \operatorname{cos} \alpha + \frac{\Delta}{\operatorname{sen} \alpha}}{V_A \operatorname{cos} \alpha} \quad (1)$$

Logo, encontra-se para equação da velocidade ascendente da polpa ( $V_A$ ), válida para um escoamento laminar, a expressão que se segue:

$$V_A = \frac{V_T \operatorname{cos} \alpha}{\Delta} \left( L + \frac{2 \Delta}{\operatorname{sen} 2 \alpha} \right) \quad (2)$$

onde:

$V_T$  - Velocidade terminal da partícula de interesse

$\Delta$  - Distância entre lamelas

$\alpha$  - Inclinação das lamelas

$L$  - Comprimento das lamelas

Partindo-se da equação 2, para se determinar a velocidade ascendente da polpa ( $V_A$ ), há que se calcular a velocidade terminal da partícula de interesse, levando-se em consideração os fatores que influenciam a sedimentação, por se tratar de uma polpa (sedimentação com interferência) e a forma da partícula.

- Cálculo da Velocidade Terminal da Partícula com Interferência ( $V_T$ )

Sabe-se que para um escoamento laminar, sem que haja floculação, a velocidade terminal para uma par

tícula livre de interferências ( $v_L$ ), supondo partícula esférica, é dada pela equação 3:

$$v_L = \frac{(\rho_s - \rho_l) g d_m^2}{18\mu_l} \quad (3)$$

onde:

$\rho_s$  - peso específico do sólido

$\rho_l$  - peso específico do líquido

$\mu_l$  - viscosidade do líquido

$g$  - aceleração da gravidade

$d_m$  - diâmetro da partícula

Quando várias partículas estão presentes existe uma interferência mútua entre estas durante o escoamento, causando uma redução na velocidade terminal, quando comparada com a velocidade terminal em uma sedimentação livre. Desta forma, para o cálculo da velocidade terminal de uma partícula, em uma polpa, deve ser levado em consideração o peso específico ( $\rho_p$ ) e a viscosidade ( $\mu_p$ ) da polpa. Logo, para partículas esféricas em um escoamento laminar, sem que haja floculação, a velocidade terminal ( $v_T$ ) é fornecida pela equação 4:

$$v_T = \frac{(\rho_s - \rho_p) g d_m^2}{18\mu_p} \quad (4)$$

Por outro lado, a velocidade terminal  $V_T$ , pode ser calculada, multiplicando-se a velocidade terminal  $V_L$  pelo fator  $F_S$  para sedimentação com interferência. Este fator é função da fração volumétrica de líquido na polpa. Desta forma tem-se a seguinte equação:

$$V_T = \frac{(\rho_s - \rho_l) g d_m^2}{18 \mu_l} \times F_S \quad (5)$$

- Cálculo do fator para Sedimentação com Interferência ( $F_S$ )

Substituindo-se o valor de  $V_T$  da equação 4 na equação 5, obtém-se a expressão seguinte:

$$F_S = \frac{(\rho_s - \rho_p)}{(\rho_s - \rho_l)} \cdot \frac{\mu_l}{\mu_p} \quad (6)$$

Entretanto, relação entre as viscosidades do líquido e da polpa ( $\mu_l/\mu_p$ ) é função da fração volumétrica de líquido na polpa. Logo, para partículas esféricas, existe a relação.

$$\frac{\mu_l}{\mu_p} = \frac{X}{10^{1,82(1-X)}} \quad (7)$$

onde:

X - Fração volumétrica de líquido na

polpa ( $V_{\text{LÍQUIDO}}/V_{\text{POLPA}}$ ). Substituindo-se o valor de  $\mu_l/\mu_p$  da equação 7 na equação 6, tem-se que:

$$F_s = \frac{(\rho_s - \rho_p)}{(\rho_s - \rho_l)} \cdot \frac{x}{10^{1,82} (1-x)} \quad (8)$$

Desenvolvendo-se a relação  $\frac{\rho_s - \rho_p}{\rho_s - \rho_l}$ ,

obtem-se a equação 9:

$$\frac{\rho_s - \rho_p}{\rho_s - \rho_l} = x$$

logo, encontra-se para valor de  $F_s$ , a expressão que se segue:

$$F_s = \frac{x^2}{10^{1,82} (1-x)} \quad (10)$$

- Efeito da Forma da Partícula no  $E_s$   
coamento

Ao se calcular a velocidade terminal de uma determinada partícula que escoar em fluido, através da equação 5, leva-se em consideração que a partícula é esférica. Na prática verifica-se que, na maioria dos casos, as partículas apresentam diversos formatos, como por exemplo: octaedros, cubos, prismas, cilindros, discos, etc. Desta forma, para uma maior precisão no cálculo da velocidade terminal, o diâmetro ( $d_m$ ) que se encontra na equa

ção, deve ser corrigido, levando-se em consideração a forma da partícula. Por outro lado, a forma da partícula pode ser definida em termos de esfericidade ( $\Psi$ ), isto é:

$$\Psi = \frac{\text{Área Superficial da Esfera de Mesmo Volume que a Partícula}}{\text{Área Superficial da Partícula}}$$

Se  $n$  é definido como a razão de Superfícies específicas, ou seja:

$$n = \frac{\text{Superfície Específica da Partícula}}{\text{Superfície Específica da Esfera de Mesmo Diâmetro}}$$

Verifica-se que:

$$n = \frac{\frac{\text{Superfície da Partícula}}{\text{Massa da Partícula}}}{\frac{\text{Superfície da Esfera de Mesmo Diâmetro}}{\text{Massa da Esfera de Mesmo Diâmetro}}}$$

$$= \frac{(\pi d_s^2 / \Psi)}{(\pi d_s^3 \rho / 6)} \cdot \frac{(\pi d_m^3 \rho / 6)}{(\pi d_m^2)}$$

$$= \frac{d_m}{d_s \Psi}$$

Logo, obtém-se finalmente a seguinte relação.

$$\frac{d_s}{d_m} = \frac{1}{n \Psi} \quad (11)$$

onde:

$d_s$  = diâmetro da esfera de mesmo volume  
(diâmetro relacionado com a forma da  
partícula)

$d_m$  = diâmetro da esfera de mesmo diâmetro  
(diâmetro determinado através de aná  
lise granulométrica)

A relação  $d_s/d_m$  (equação 11) encontra-se  
tabelada (Tabela I A) para várias formas de partículas. Para  
se corrigir o valor de  $d_m$  que se encontra na equação da velo  
cidade terminal e obter-se o diâmetro corrigido ( $d_s$ ), proce  
de-se da seguinte forma:

1. Verifica-se a forma da partícula atra  
vés de microscopia ótica ou eletrônica.
2. Com a forma da partícula determina-se  
o valor de  $d_s/d_m$  (Tabela I A).
3. Multiplica-se o valor de  $d_s/d_m$  por  
 $d_m$  da análise granulométrica, obten  
do-se finalmente o valor de  $d_s$ .

| FORMA DA PARTÍCULA |                         | $d_s/d_m$ |
|--------------------|-------------------------|-----------|
| ESFERA             |                         | 1.000     |
| OCTAEDRO           |                         | 0.965     |
| CUBO               |                         | 1.240     |
| PRISMAS:           | $a \times a \times 2a$  | 1.564     |
|                    | $a \times 2a \times 2a$ | 0.985     |
|                    | $a \times 2a \times 3a$ | 1.127     |
| CILINDROS:         | $h = 2 r$               | 1.135     |
|                    | $h = 3 r$               | 1.310     |
|                    | $h = 10 r$              | 1.960     |
|                    | $h = 20 r$              | 2.592     |
| DISCOS:            | $h = 1,33 r$            | 1.000     |
|                    | $h = r$                 | 0.909     |
|                    | $h = r/3$               | 0.630     |
|                    | $h = r/10$              | 0.422     |
|                    | $h = r/15$              | 0.368     |

Tabela 1 A - Relação entre diâmetro corrigido ( $d_s$ ) e diâmetro de análise granulométrica para várias formas de partículas (8).

- Regime de Escoamento de  
um Espessador de Lamelas

O funcionamento de um espessador de lamelas resume-se, basicamente, em um escoamento laminar de uma determinada polpa entre placas lisas. Considerando-se escoamento com interferência, sem que haja flutuação e a forma da partícula, verifica-se que a velocidade máxima de ascensão da polpa pode ser descrita segundo a equação 12.

$$v_A = \frac{x^2 (\rho_s - \rho_l) g d_s^2}{10^{1,82} (1-x) \cdot 18 \mu l} \cdot \frac{\cos \alpha}{\Delta} \left( L + \frac{2 \Delta}{\sin 2 \alpha} \right) \quad (12)$$

Teoricamente, aplicando-se a equação 12, observa-se que partículas finas podem ser retidas nas lamelas, se estas possuírem comprimento suficiente, quando altas velocidades de ascensão da polpa são aplicadas. Entretanto, na prática, este fato não ocorre, pois a partir de um certo limite de velocidade, passa-se a obter um regime de escoamento turbulento. Por outro lado, em altas velocidades pode-se causar o arraste das partículas que já tenham se depositado nas lamelas, quando são vencidas as forças gravitacionais que atuam sobre as partículas e as forças adesivas entre as partículas e as lamelas. Desta forma, devem ser utilizadas na prática, velocidades que não ultrapassem um número de "Reynolds" igual a 1.000 (número de "Reynolds" crítico para es

coamento entre placas (9).

- Cálculo da Superfície Mínima de Sedimentação ( $S_s$ ) para um Espessador de Lamelas Contracorrente.

Seja um espessador de lamelas contracorrente com as seguintes características:

- distância entre lamelas:  $\Delta$
- comprimento das lamelas:  $L$
- largura das lamelas :  $l$
- inclinação das lamelas :  $\alpha$
- número de lamelas :  $N$

De posse da equação 2, determina-se a velocidade máxima de ascensão da polpa. Por outro lado, esta velocidade pode ser determinada através da relação entre a vazão  $Q$  e a seção transversal útil ( $S_t$ ) do espessador ( $S_t = N \cdot \Delta \cdot l$ ). Logo, conclui-se que:

$$\frac{V_T \cos \alpha \left( L + \frac{2 \Delta}{\sin 2 \alpha} \right)}{\Delta} = \frac{Q}{N \cdot \Delta \cdot l} \quad (13)$$

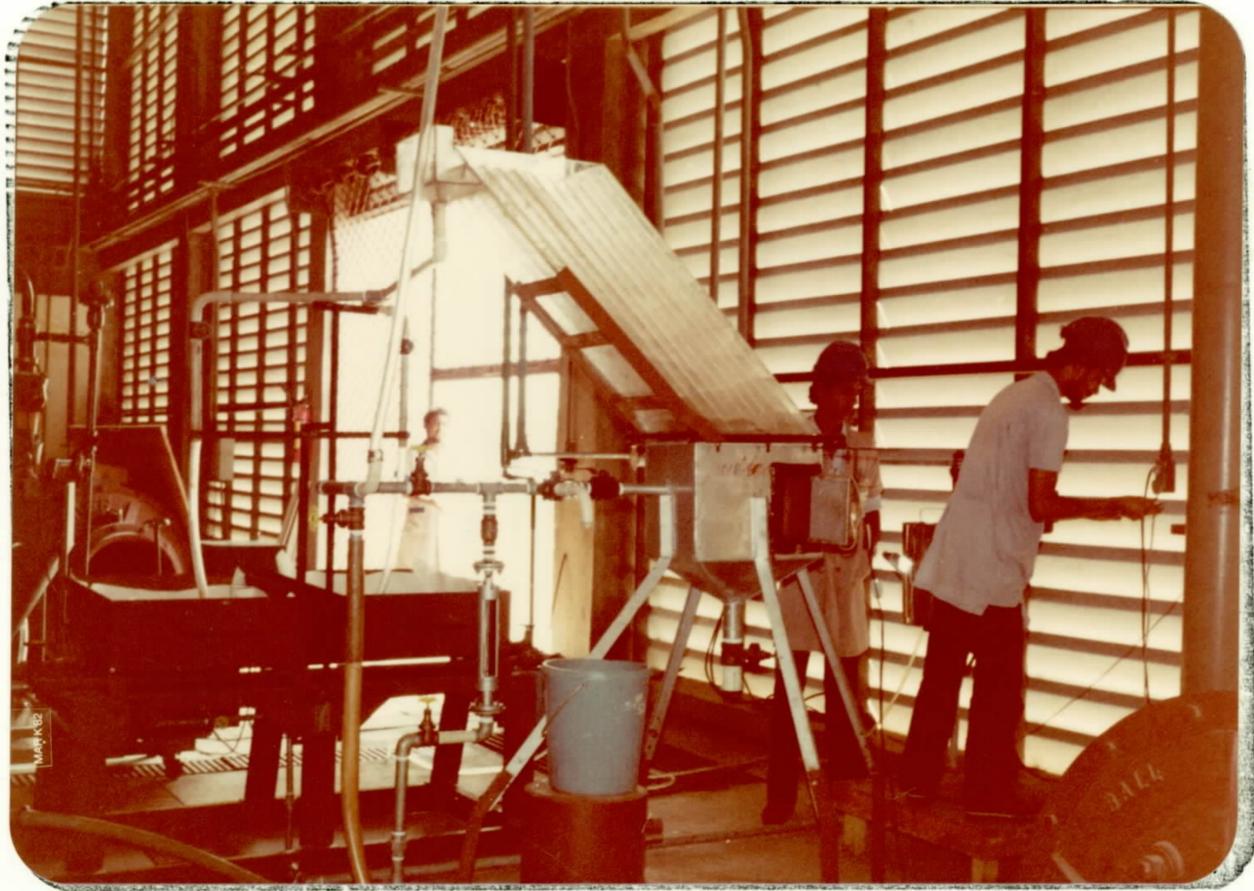
Simplificando a equação e sabendo-se que a superfície de sedimentação do espessador ( $S_s$ ) é dada pelo produto  $N.L. l \cdot \cos \alpha$ , ou seja, é a soma das projeções das superfícies das lamelas na direção horizontal, segundo o ângulo  $\alpha$ , pode-se determinar a superfície mínima de sedimentação ( $S_s$ ) pela equação 14:

$$S_s = N \left( \frac{Q}{V_T} - \frac{\Delta \cdot l}{\text{SEN } \alpha} \right) \quad (14)$$

Portanto, para que haja sedimentação das partículas de interesse sobre as lamelas, é necessário que:

$$S_s \geq N \left( \frac{Q}{V_T} - \frac{\Delta \cdot l}{\text{SEN}} \right) \quad (15)$$

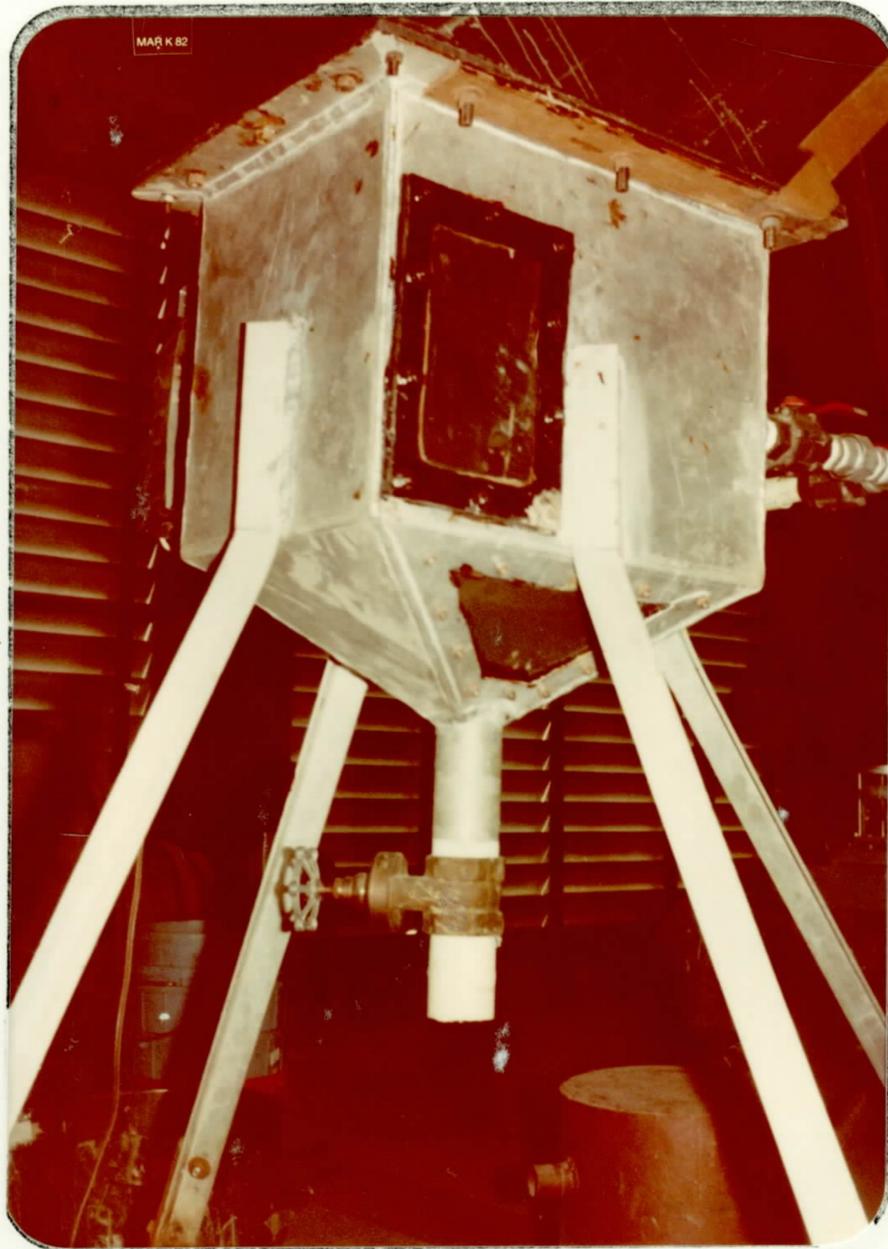
ANEXO 2



Fotografia I - Vista do espessador de lamelas contracorrente, vazio, destacando o compartimento das lamelas paralelas.



Fotografia 2 - Espessador de lamelas contracor<sub>rente</sub>, em operação com diato<sub>mita</sub>.



Fotografia 3 - Sistema de descarga, do concentrado, do espessador de lamelas.

ANEXO 3

TESTE 01

| Amostra             | Peso Seco (g)                      | Peso Calcinado (g)                 | ANÁLISE QUÍMICA *                  |                                    |                                |                              |                                  |          | Vazão de Alimentação (l/h) |
|---------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------|------------------------------|----------------------------------|----------|----------------------------|
|                     |                                    |                                    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | SiO <sub>2</sub> (Quartzo) (%) | SiO <sub>2</sub> (Total) (%) | SiO <sub>2</sub> (Diatomita) (%) | P.F. (%) |                            |
| CONCENTRADO         | 1.342,70                           | 1.139,95                           | 0,31                               | 0,59                               | 0,50                           | 82,60                        | 81,40                            | 15,1     | 720                        |
| REJEITO (CALCULADO) | 3.437,30                           | 2.660,15                           | 0,53                               | 1,40                               | 0,64                           | 73,84                        | 71,55                            | 22,61    |                            |
| ALIMENTAÇÃO         | 4.780,00                           | 3.800,10                           | 0,47                               | 1,17                               | 0,60                           | 76,30                        | 74,32                            | 20,5     |                            |
| Amostra             | Distribuição                       |                                    |                                    |                                    |                                |                              |                                  |          |                            |
|                     | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | SiO <sub>2</sub> (Diatomita) (%)   |                                    |                                |                              |                                  |          |                            |
| CONCENTRADO         | 15,62                              | 14,13                              | 30,77                              |                                    |                                |                              |                                  |          |                            |
| REJEITO             | 84,68                              | 85,87                              | 69,23                              |                                    |                                |                              |                                  |          |                            |

(\*) Difração de raios-X quantitativa. Método do padrão interno.

TESTE 02

| Amostra           | Peso Seco (g)                      | Peso Calcinado (g) | ANÁLISE QUÍMICA                    |                                    |                                  |                              |                                  | Vazão de Alimentação (l/h) |
|-------------------|------------------------------------|--------------------|------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|------------------------------|----------------------------------|----------------------------|
|                   |                                    |                    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | SiO <sub>2</sub> (Quartzo) (%) * | SiO <sub>2</sub> (Total) (%) | SiO <sub>2</sub> (Diatomita) (%) |                            |
| CONCENTRADO       | 1.343,10                           | 1.135,95           | 0,34                               | 0,66                               | 0,50                             | 82,7                         | 81,42                            | 15,2                       |
| REJEITO CALCULADO | 3.295,90                           | 2.406,33           | 1,51                               | 1,59                               | 0,64                             | 70,88                        | 68,36                            | 25,19                      |
| ALIMENTAÇÃO       | 4.640,00                           | 3.605,28           | 0,46                               | 1,32                               | 0,60                             | 74,3                         | 72,14                            | 22,3                       |
|                   | Distribuição                       |                    |                                    |                                    |                                  |                              |                                  | 720                        |
| Amostra           | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) |                    | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) |                                    | SiO <sub>2</sub> (Diatomita) (%) |                              |                                  |                            |
| CONCENTRADO       | 21,35                              |                    | 14,45                              |                                    | 32,67                            |                              |                                  |                            |
| REJEITO           | 75,62                              |                    | 85,54                              |                                    | 67,33                            |                              |                                  |                            |

(\* ) Difração de raios-X quantitativa. Método do padrão interno.

TESTE 03

| Amostra             | Peso Seco (g)                      | Peso Calcinado (g)                 | ANÁLISE QUÍMICA                    |                                    |                                  |                              |                                  | Vazão de Alimentação (l/h) |          |
|---------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|------------------------------|----------------------------------|----------------------------|----------|
|                     |                                    |                                    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | SiO <sub>2</sub> (Quartzo) (%) * | SiO <sub>2</sub> (Total) (%) | SiO <sub>2</sub> (Diatomita) (%) |                            | P.F. (%) |
| CONCENTRADO         | 1.201,50                           | 1.011,66                           | 0,34                               | 0,60                               | 0,50                             | 53,2                         | 51,92                            | 15,8                       | 720      |
| REJEITO (CALCULADO) | 2.589,50                           | 2.216,23                           | 0,51                               | 1,53                               | 0,64                             | 70,16                        | 67,71                            | 25,75                      |          |
| ALIMENTAÇÃO         | 4.190,00                           | 3.230,49                           | 0,46                               | 1,28                               | 0,60                             | 73,9                         | 71,79                            | 22,9                       |          |
| Amostra             | Distribuição                       |                                    |                                    |                                    |                                  |                              |                                  |                            |          |
|                     | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) |                                    |                                    | SiO <sub>2</sub> (Diatomita) (%) |                              |                                  |                            |          |
| CONCENTRADO         | 21,16                              | 14,75                              |                                    |                                    | 32,72                            |                              |                                  |                            |          |
| REJEITO             | 70,84                              | 55,22                              |                                    |                                    | 67,25                            |                              |                                  |                            |          |

(\*). Difração de raios-X quantitativa. Método do padrão interno.

ANEXO 4

## ANALISE QUANTITATIVA DE SILICA DE QUARTZO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

### a. Preparação das Amostras

As amostras são pulverizadas até atingirem uma granulometria entre 2 e 10  $\mu\text{m}$ , sendo utilizados 5 gramas de cada.

### b. Quantificação Através do Método do Padrão Interno

Sabe-se que a intensidade ( $I_M$ ) da radiação difratada, em difração de Raios-X, de um mineral componente de uma determinada mistura (M) pode ser expressa pela equação 1:

$$I_M = K_M W_M / \mu_M^* \quad (10) \quad (1)$$

onde:

$K_M$  = constante

$W_M$  = percentagem em peso do mineral na mistura.

$\mu_M^*$  = coeficiente de absorção de massa da mistura.

Para a obtenção de  $I_M$ , através da equação 1, ter-se-ia que, inicialmente, determinar o valor de  $\mu_M^*$ . Porém, esta determinação seria extremamente trabalhosa. Com o uso de um material como padrão interno, verifica-se que a medição do coeficiente de absorção de massa, torna-se desnecessária.

Para um diatomito, cujo o quartzo contém-se deseja-se quantificar, adicionando-se uma substância S (padrão interno), segundo uma percentagem em peso  $W_S$ . O coeficiente de absorção de massa do diatomito ( $\mu_d^*$ ) será então acrescido de  $W_S \cdot \mu_S^*$ , onde  $\mu_S^*$  é o coeficiente de absorção de massa da substância adicionada. Chamando-se o novo coeficiente de  $\mu_M^*$  (mistura de diatomito com a substância S) a intensidade do quartzo na mistura  $(I_q)_M$  será dada pela equação 2:

$$(I_q)_M = (K_q)_M (W_q)_M / \mu_M^* \quad (2)$$

A intensidade de S na mistura é dada pela expressão abaixo:

$$(I_S)_M = (K_S) (W_S)_M / \mu_M^* \quad (3)$$

Tomando-se quartzo puro (100%) e adicionando-se a ele o mesmo padrão interno (S), na mesma proporção ( $W_S$ ), obtém-se para intensidade deste quartzo  $(I_q)_p$  e do padrão interno  $(I_S)_p$  as equações 4 e 5:

$$(I_q)_p = (K_q)_p \cdot (W_q)_p / \mu_p^* \quad (4)$$

$$(I_s)_p = (K_s)_p \cdot (W_s)_p / \mu^*_p \quad (5)$$

Partindo-se das equações 2 e 3, obtém-se a equação 6:

$$\left(\frac{I_q}{I_s}\right)_M = \left(\frac{K_q}{K_s}\right)_M \left(\frac{W_q}{W_s}\right)_M \quad (6)$$

Da mesma forma, dividindo-se a equação 4 pela equação 5, encontra-se a equação 7:

$$\left(\frac{I_q}{I_s}\right)_p = \left(\frac{K_q}{K_s}\right)_p \left(\frac{W_q}{W_s}\right)_p \quad (7)$$

Verifica-se nas equações 6 e 7 que os coeficientes de absorção de massa  $\mu^*_M$  e  $\mu^*_p$  foram eliminados. Logo, existe uma relação linear entre  $I_q/I_s$  e  $W_q/W_s$ , pois  $K_q/K_s$ , em cada uma das equações, é uma constante.

Após as medições de  $(I_q)_M$ ,  $(I_s)_M$ ,  $(I_q)_p$  e  $(I_s)_p$ , através de integrações dos seus respectivos picos, fornecidos pelos difratogramas, determina-se as seguintes equações:

$$\left(\frac{I_q}{I_s}\right)_M = L \text{ e } \frac{I_q}{I_s} = N$$

Sabendo-se que  $(K_q)_M / (K_q)_p = (K_s)_p / (K_s)_M = (W_s)_p / (W_s)_M = 1$  e dividindo-se a equação 6 pela equação 7, obtém-se a percentagem de quartzo  $(W_q)_M$  na mistura M (diato-

mito com padrão interno), com auxílio da equação que se segue:

$$(W_q)_M = (W_q)_p \cdot \frac{L}{N} \quad (8)$$

Se as quantidades adicionadas de padrão interno (S) foram iguais a  $W_s$ , determina-se o quartzo contido no diatomito  $(W_q)_d$ , da seguinte forma:

$$(W_q)_d = 100 \frac{L}{N} \quad (9)$$

Uma vez determinado  $(W_q)_d$  e de posse dos teores de  $Al_2O_3$  e  $SiO_2$  (total), determina-se o teor de sílica de diatomita pela equação 10:

$$\% SiO_2 \text{ (Diatomita)} = \% SiO_2 \text{ (Total)} - \left[ \% Al_2O_3 \times 1,18 + (W_q)_d \right] \quad (10)$$

onde:

$(\% Al_2O_3 \times 1,18)$  - Sílica contida na caulinita.

$(W_q)_d$  - Sílica de quartzo no diatomito.

No estudo de beneficiamento do minério de diatomita do Ceará, foram utilizados para determinação de sílica de diatomita, tanto o método de ataque por hidróxido de sódio (Relatório Final-2ª Etapa), como o de difração de Raios-X com padrão interno (Relatório Final-3ª Etapa). Isto se tornou possível, pois ambos os métodos apresentaram resultados com

patíveis quando aplicados em amostras idênticas. O padrão interno utilizado foi o Coríndon ( $Al_2O_3 - \alpha$ ), por ser pouco higroscópico, apresentar boa cristalinidade e não ser reativo com a matriz nas condições operacionais.

A alumina comercialmente utilizada para polimento de metais, apresenta-se em granulometrias variadas. Como padrão interno, em difração de Raios-X quantitativa de quartzo presente em diatomitos, costuma-se utilizar a alumina  $\alpha$  (partículas com  $1 \mu m$  de diâmetro). Por outro lado, para garantir a reproducibilidade do pico do quartzo (101), tanto o quartzo puro, tomado como padrão, como a amostra do diatomito, são normalmente moídos durante 50 minutos, em moinho de aço-cromo, por exemplo, para que sejam obtidas granulometrias na faixa de 2 a  $10 \mu m$ .

Na preparação das amostras, para a quantificação do quartzo por difração de Raios-X, inicialmente, seca-se tanto a amostra do diatomito, como a alumina e o quartzo puro. Esta operação é realizada em uma estufa a  $110^\circ C$ , durante 30 minutos. Após a secagem, homogeneiza-se 5 g do diatomito com 20% de  $Al_2O_3$  em agitador como por exemplo "RED DEVIL" (usado na mistura de tintas), durante 5 minutos. A mesma operação é realizada na preparação de 5 g de quartzo puro com 20% de  $Al_2O_3$ . As misturas preparadas, são colocadas e prensadas em um porta amostra rotativo, o qual contribui, para que o efeito de granulometria, na difração, seja minimizado. Durante a prensagem utiliza-se um papel de filtro entre

a amostra e o embutidor manual. Este artifício permite uma distribuição caótica dos grãos na superfície da amostra e uma porosidade satisfatória.

Na integração do pico do quartzo (101), tanto no padrão (quartzo puro) como na amostra do diatomito, realiza-se a contagem da intensidade da radiação difratada do "Background" em  $2\theta = 26,25^\circ$ , durante 100 segundos (radiação  $\text{CuK}\alpha$ ), contagem de  $2\theta = 26,25^\circ$  a  $2\theta = 27,08^\circ$ , durante 200 segundos e novamente a contagem do "Background" em  $2\theta = 27,08^\circ$ , durante 100 segundos. O mesmo procedimento deve ser adotado para a integração da intensidade do pico da alumina (113) entre os valores de  $2\theta = 42,99^\circ$  e  $2\theta = 43,82^\circ$ , inclusive. Finalmente, cada contagem integrada (200 segundos) é diminuída da soma da contagem de "background" (100 segundos). O resultado será o valor líquido das contagens das intensidades das radiações difratadas dos respectivos picos (quartzo e alumina).

A precisão das análises quantitativas por difração de Raios-X é dada na faixa de 0,5% a 1% (11). A sensibilidade varia com o coeficiente de absorção de massa da amostra e com a cristalinidade da espécie mineral. A exatidão do método depende da granulometria e orientação da amostra.



ANÁLISE TERMODINÂMICA DA CALCINAÇÃO DO CARBONATO DE SÓDIO  
(12) (13)

Esta análise teve como objetivo verificar se haveria possibilidade da transformação do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  em  $\text{Na}_2\text{O}$  na faixa de temperatura de  $25^\circ\text{C}$  a  $1000^\circ\text{C}$ , compreendendo o intervalo de temperatura adotado para o estudo realizado de calcinação de diatomita ( $860^\circ\text{C}$  a  $950^\circ\text{C}$ ). Neste estudo foi subdividido em três etapas:

- a) para temperaturas abaixo do ponto de fusão do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $851^\circ\text{C}$ )
- b) para temperaturas entre o ponto de fusão do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e do  $\text{Na}_2\text{O}$  ( $920^\circ\text{C}$ )
- c) para temperaturas acima do ponto de fusão do  $\text{Na}_2\text{O}$ .

Supondo-se que a equação de calcinação do carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \longrightarrow \text{Na}_2\text{O} + \text{CO}_2$ ), esteja no equilíbrio e que  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e  $\text{Na}_2\text{O}$  sejam substâncias puras, tem-se que:

$$\Delta G^\circ_T \text{ REAÇÃO} = 4,575 \log P_{\text{CO}_2}$$

Segundo cálculo termodinâmicos a energia livre de uma reação, no equilíbrio, a uma determinada temperatura pode ser expressa por:

$$\Delta G^\circ_T \text{ R} = \Delta H^\circ_T \text{ R} - T \Delta S^\circ_T \text{ R}$$

onde:

$$\Delta H^{\circ}_T \Big]_R = \Delta H^{\circ}_{298} \Big]_R + \sum \Delta H^{\circ}_{\text{PROD}} \Big]_{298}^T -$$

$$\sum \Delta H^{\circ}_{\text{REAG.}} \Big]_{298}^T$$

$$\Delta S^{\circ}_T \Big]_R = \Delta S^{\circ}_{298} \Big]_R + \sum \Delta S^{\circ}_{\text{PROD.}} \Big]_{298}^T -$$

$$\sum \Delta S^{\circ}_{\text{REAG.}} \Big]_{298}^T$$

Para a reação de calcinação do carbonato de sódio, os cálculos termodinâmicos podem ser realizados segundo os seguintes dados:

a) para a temperatura de 298 K.

$$\Delta H^{\circ}_{\text{CO}_2} = -94.054 \text{ cal/mol}; \Delta S^{\circ}_{\text{CO}_2} = 51,07 \text{ cal/mol.K}$$

$$\Delta H^{\circ}_{\text{Na}_2\text{O}} = -100.700 \text{ cal/mol}; \Delta S^{\circ}_{\text{Na}_2\text{O}} = 17,00 \text{ cal/mol.K}$$

$$\Delta H^{\circ}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = -271.600 \text{ cal/mol}; \Delta S^{\circ}_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 32,5 \text{ cal/mol.K}$$

b) para uma temperatura T (K)

| Compostos                           | A     | B    | C    | D          | Limites (K)   |
|-------------------------------------|-------|------|------|------------|---------------|
| CO <sub>2</sub> (S)                 | 10,57 | 1,05 | 2,06 | - 3.936,00 | 298 - 2.500   |
| Na <sub>2</sub> O (S)               | 15,70 | 2,70 | 0    | - 4.921,00 | 298 - 1.100   |
| Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (S) | 27,13 | 7,81 | 4,78 | -10.386,00 | 298 - 1.124   |
| Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (L) | 45,00 | 0    | 0    | -13.100,00 | 1.124 - 1.500 |

$$(H_T - H_{298}) = AT + B \times 10^{-3} T^2 + C \times 10^5 T^{-1} + D(\text{cal/mol})$$

$$(S_T - S_{298}) = A \ln \frac{T}{298} + 2B \times 10^{-3} (T - 298) + \frac{C}{2} \times 10^5 \times$$

$$\times \left[ \frac{1}{T^2} - \frac{1}{(298)^2} \right] (\text{cal/mol} \cdot \text{K}).$$

(S) = Sólido

(L) = Líquido

| Composto              | a  | A     |
|-----------------------|----|-------|
| Na <sub>2</sub> O (L) | 22 | 1.494 |

$$(H_T - H_{298}) = aT + \frac{1}{2} (b \times 10^{-3}) T^2 + \frac{1}{2} (c \times 10^{-6}) T^3 - \frac{d \times 10^5}{T} - A \text{ (cal/mol)}$$

$$(S_T - S_{298}) = a \ln \frac{T}{298} + (b \times 10^{-3}) (T - 298) + \frac{1}{2} (c \times 10^{-6}) \times (T^2 - 298^2) - \frac{1}{2} (d \times 10^5) \left( \frac{1}{2} - \frac{1}{298} \right) \text{ (cal/mol.K)}$$

(L) = Líquido

$$P.F. \text{ Na}_2\text{CO}_3 = 851^\circ\text{C}$$

$$P.F. \text{ Na}_2\text{O} = 920^\circ\text{C}$$

Realizando-se os cálculos segundo as equações e dados termodinâmicos apresentados, encontra-se um comportamento linear para a variação da energia livre da reação de calcinação de carbonato com a temperatura. Desta forma, para as três etapas estudadas, tem-se que:

$$\Delta G^{\circ}_T \Big|_R = - 32,18 T + 75.304,27 \quad (T < 851^{\circ}\text{C})$$

$$\Delta G^{\circ}_T \Big|_R = - 15,52 T + 64.613,28 \quad (851^{\circ}\text{C} < T < 920^{\circ}\text{C})$$

$$\Delta G^{\circ}_T \Big|_R = - 18,79 T + 70.962,25 \quad (T > 920^{\circ}\text{C})$$

Fazendo-se a correlação entre variação de energia livre de pressão parcial de  $\text{CO}_2$ , obtêm-se as seguintes expressões:

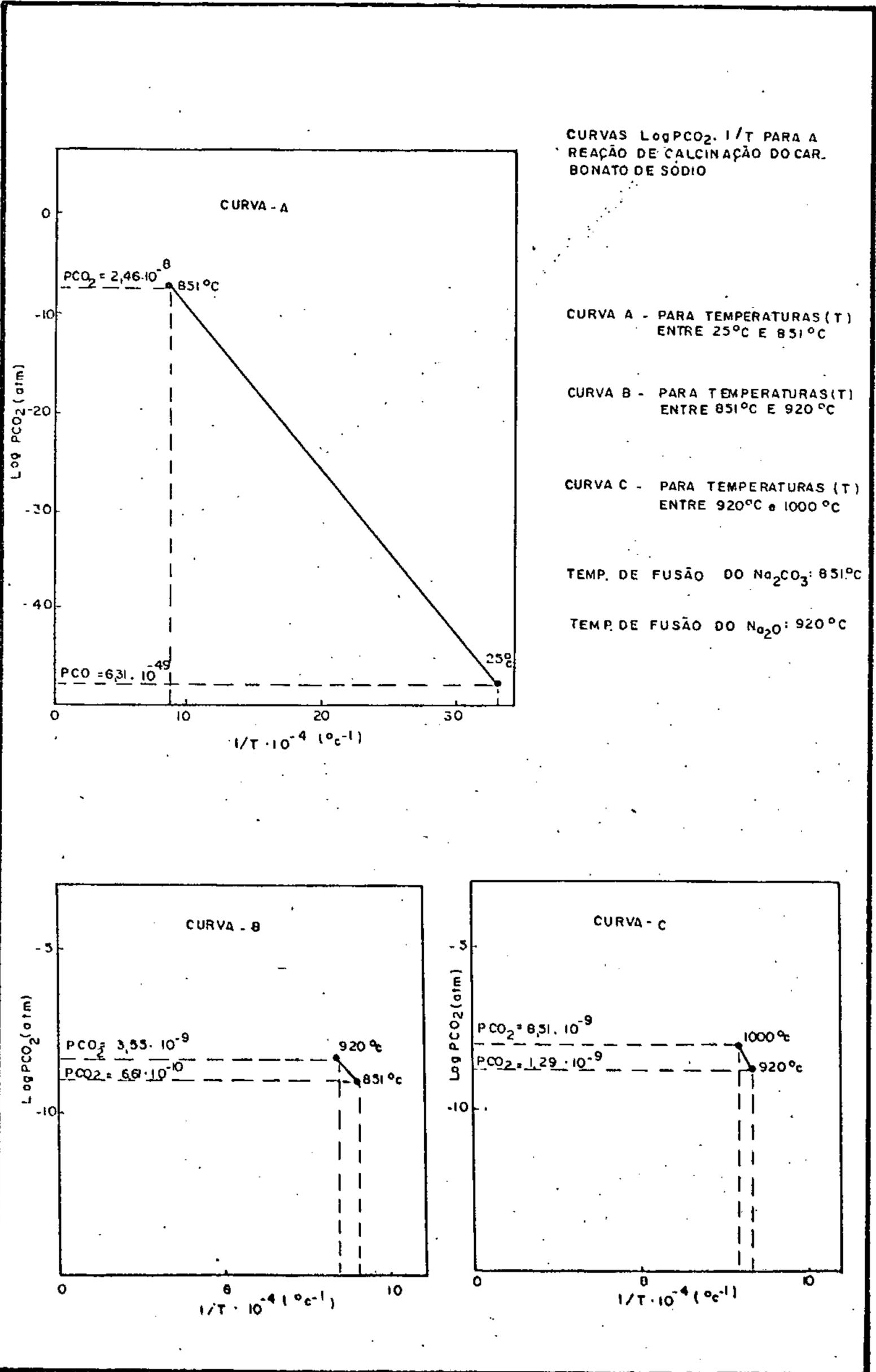
$$\log P_{\text{CO}_2} = 7,03 - \frac{16.459,95}{T} \quad (T < 851^{\circ}\text{C})$$

$$\log P_{\text{CO}_2} = 3,39 - \frac{14.123,12}{T} \quad (851^{\circ}\text{C} < T < 920^{\circ}\text{C})$$

$$\log P_{\text{CO}_2} = 4,11 - \frac{15.510,87}{T} \quad (T > 920^{\circ}\text{C})$$

Finalmente segundo as expressões acima, verifica-se que a transformação do  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  em  $\text{Na}_2\text{O}$ , havendo a liberação de  $\text{CO}_2$ , somente se processaria para pressões par

ciais de  $\text{CO}_2$  extremamente baixas (Vide CURVAS  $\log P_{\text{CO}_2} \times 1/T$ ), ou seja, ter-se-ia que realizar uma calcinação com a retirada forçada de  $\text{CO}_2$  (v\u00e1cuo). Com o estudo de calcina\u00e7\u00e3o de diatomita com adi\u00e7\u00e3o de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  foi desenvolvido segundo condi\u00e7\u00f5es operacionais que n\u00e3o proporcionaram a elimina\u00e7\u00e3o for\u00e7ada de  $\text{CO}_2$  (sistema a uma press\u00e3o de 1 atm), pode-se afirmar que, com rela\u00e7\u00e3o a  $\text{Na}_2\text{O}_3$ , somente houve uma mudan\u00e7a de fase de s\u00f3lido para l\u00edquido.



ANEXO 6

## ENSAIOS DE FILTRAÇÃO DE DIATOMITA

### a) Objetivo

Os ensaios têm como objetivo medir a velocidade de filtração de diatomita para um determinado xarope de açúcar.

### b) Açúcar para Filtração

Utiliza-se o açúcar Diamantino (padrão) na preparação do xarope para filtração de diatomita (padrão da Cia. Usinas Nacionais - A. Pérola).

### c) Xarope de Açúcar

O xarope de açúcar é preparado a uma temperatura de  $50^{\circ}\text{C}$ , contendo 1.000 gramas de açúcar por litro de água (padrão da Cia. Usinas Nacionais - A. Pérola).

### d) Peso da Amostra de Diatomita a Ser Filtrada

A amostra de diatomita utilizada para a formação do leito filtrante pesa aproximadamente 2 gramas

(padrão da Cia. Usinas Nacionais - A. Pérola).

No caso dos ensaios de filtração com a diatomita da lagoa de Canavieira, foram utilizadas amostras pesando 5 gramas, inclusive o padrão (HyFlo Super Cel). Esta medida teve como objetivo facilitar a formação do leito filtrante.

e) Temperatura do Xarope na Filtração

Durante a filtração utiliza-se o xarope de açúcar na temperatura ambiente, aproximadamente 25°C (padrão da Cia. Usinas Nacionais - A. Pérola).

f) Vácuo Aplicado ao Filtro

Utiliza-se um vácuo de 15 psi, tanto para a formação do leito de diatomita como durante a filtração (padrão da Cia. Usinas Nacionais - A. Pérola).

g) Formação do Leito de Diatomita

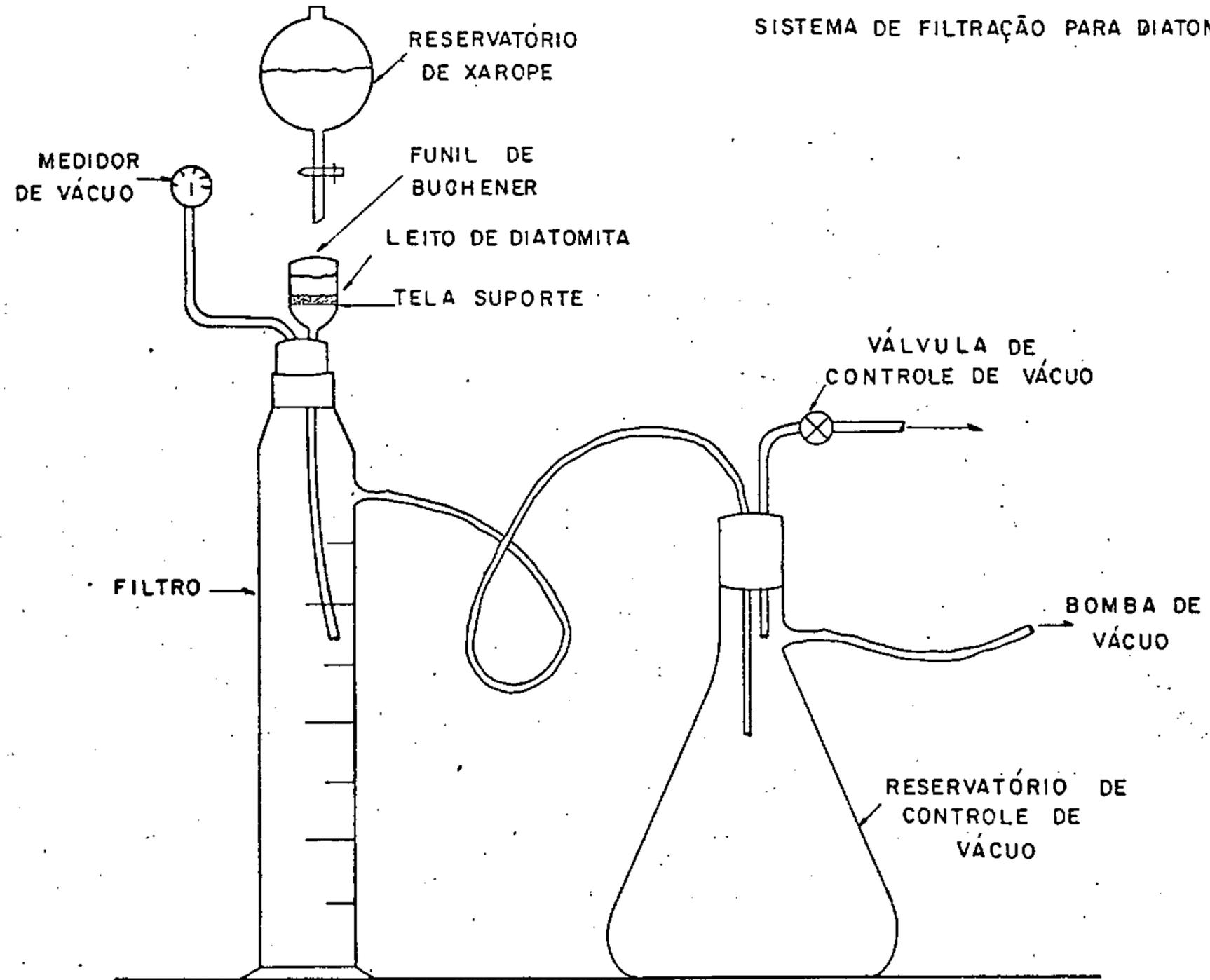
Dilui-se a amostra de diatomita devidamente pesada em 100 ml de xarope. A polpa preparada, é depositada em um funil de "BUCHNER" (31,17 cm<sup>2</sup> de área de filtração) sobre uma tela suporte. Aplica-se um vácuo de 15 psi, o

qual proporcionará a formação do leite após a sucção do xarope (padrão da Cia. Usinas Nacionais - A. Pérola). No caso do diatomito de Canavieira, utilizou-se um sistema de filtração apresentado na Figura a seguir, contendo um funil de "BUCHNER" com uma área de filtração de  $28,28\text{cm}^2$ , sendo a tela suporte de nylon da ENVIROTECH, número NY-534 F.

h). Amostras Testadas:

|         |         |       |       |
|---------|---------|-------|-------|
| ELCO 01 | : 860°C | - 1 h | - 3%  |
| ELCO 07 | : 860°C | - 3 h | - 3%  |
| ELCO 19 | : 950°C | - 1 h | - 3%  |
| ELCO 25 | : 950°C | - 3 h | - 3%  |
| ELCO 03 | : 860°C | - 1 h | - 10% |
| ELCO 21 | : 950°C | - 1 h | - 10% |
| ELCO 09 | : 860°C | - 3 h | - 10% |
| ELCO 27 | : 950°C | - 3 h | - 10% |
| ELCO-A  | : 860°C | - 3 h | - 2%  |

SISTEMA DE FILTRAÇÃO PARA DIATOMITA



| NÚMERO DO ENSAIO                               |   | ENSAIO COM PADRÃO                          |  |
|--|---|--|--|
| AMOSTRA  | HYFLO SUPER CEL                         | MINÉRIO                                    | -  |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                         |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                      |   | 115  | -  |
| 300 - 400                                      |   | 117  | -  |
| 400 - 500                                      |   | 129  | -  |
| 500 - 600                                      |   | 131  | -  |
| TEMPO<br>MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 123  |  |
|  | $\bar{T}_2$ (seg)                       | -  |  |
|  | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 123  |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA<br>AMOSTRA (ml/seg) |   | -  |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO<br>PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO<br>(%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X<br>X PADRÃO (%)    |   | -  |  |

| NÚMERO DO ENSAIO                            |   | 01                                      |   |
|---|---|---|---|
| AMOSTRA                                     | ELCO-01                                 | MINÉRIO                                 | CANAVIEIRA                              |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                      |   | TEMPO POR FAIXA (T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA (T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                   |   | 43                                      | 42                                      |
| 300 - 400                                   |   | 44                                      | 43                                      |
| 400 - 500                                   |   | 46                                      | 45                                      |
| 500 - 600                                   |   | 47                                      | 46                                      |
| TEMPO MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 45,00                                   |   |
|   | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 44,00                                   |   |
|   | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 44,50                                   |   |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA AMOSTRA (ml/seg) |   | 2,25                                    |   |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                    |   |
| FILTRABILIDADE PADRÃO (%)                   |   | 100                                     |   |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X PADRÃO (%)      |   | 277                                     |   |

| NÚMERO DO ENSAIO                            |   | 02                                      |   |
|---|---|---|---|
| AMOSTRA                                     | ELCO-07                                 | MINÉRIO                                 | CANAVIEIRA                              |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                      |   | TEMPO POR FAIXA (T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA (T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                   |   | 37                                      | 38                                      |
| 300 - 400                                   |   | 37                                      | 38                                      |
| 400 - 500                                   |   | 36                                      | 39                                      |
| 500 - 600                                   |   | 39                                      | 40                                      |
| TEMPO MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 37,75                                   |   |
|   | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 38,75                                   |   |
|   | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 38,25                                   |   |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA AMOSTRA (ml/seg) |   | 2,61                                    |   |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                    |   |
| FILTRABILIDADE PADRÃO (%)                   |   | 100                                     |   |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X PADRÃO (%)      |   | 323                                     |   |

| NÚMERO DO ENSAIO                               |   | 03   |  |
|--|---|--|--|
| AMOSTRA  | ELCO-19                                 | MINÉRIO                                    | CANAVIEIRA                                 |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                         |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                      |   | 36   | 36   |
| 300 - 400                                      |   | 37   | 38   |
| 400 - 500                                      |   | 39   | 39   |
| 500 - 600                                      |   | 39   | 39   |
| TEMPO<br>MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 37,75                                      |  |
|  | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 38,00                                      |  |
|  | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 37,88                                      |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA<br>AMOSTRA (ml/seg) |   | 2,64                                       |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO<br>PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO<br>(%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X<br>X PADRÃO (%)    |   | 326  |  |

| NÚMERO DO ENSAIO                            |   | 04   |  |
|---|---|--|--|
| AMOSTRA                                     | ELCO-25                                 | MINÉRIO                                    | CANAVIEIRA                                 |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                      |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                   |   | 35   | 34   |
| 300 - 400                                   |   | 36   | 36   |
| 400 - 500                                   |   | 36   | 36   |
| 500 - 600                                   |   | 36   | 36   |
| TEMPO<br>MÉDIO                              | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 35,75                                      |  |
|   | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 35,50                                      |  |
|   | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 35,63                                      |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA AMOSTRA (ml/seg) |   | 2,81                                       |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO (%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X PADRÃO (%)      |   | 347  |  |

| NÚMERO DO ENSAIO                               |   | 05   |  |
|--|---|--|--|
| AMOSTRA  | ELCO-03                                 | MINÉRIO                                    | CANAVIEIRA                                 |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                         |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                      |   | 33   | 35   |
| 300 - 400                                      |   | 33   | 35   |
| 400 - 500                                      |   | 35   | 36   |
| 500 - 600                                      |   | 35   | 37   |
| TEMPO<br>MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 34,00                                      |  |
|  | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 35,75                                      |  |
|  | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 34,88                                      |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA<br>AMOSTRA (ml/seg) |   | 2,87                                       |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO<br>PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO<br>(%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X<br>X PADRÃO (%)    |   | 354  |  |

| NÚMERO DO ENSAIO                               |   | 06   |  |
|--|---|--|--|
| AMOSTRA  | ELCO-21                                 | MINÉRIO                                    | CANAVIEIRA                                 |
| FAIXA VOLIMÉTRICA (ml)                         |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                      |   | 27   | 28   |
| 300 - 400                                      |   | 28   | 29   |
| 400 - 500                                      |   | 30   | 31   |
| 500 - 600                                      |   | 31   | 32   |
| TEMPO<br>MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 29,00                                      |  |
|  | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 30,00                                      |  |
|  | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 29,50                                      |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA<br>AMOSTRA (ml/seg) |   | 3,39                                       |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO<br>PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO<br>(%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X<br>X PADRÃO (%)    |   | 419  |  |

| NÚMERO DO ENSAIO                               |   | 07   |  |
|--|---|--|--|
| AMOSTRA  | ELCO-09                                 | MINÉRIO                                    | CANAVIEIRA                                 |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                         |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                      |   | 31   | 30   |
| 300 - 400                                      |   | 32   | 31   |
| 400 - 500                                      |   | 32   | 32   |
| 500 - 600                                      |   | 33   | 33   |
| TEMPO<br>MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 32,00                                      |  |
|  | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 31,50                                      |  |
|  | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 31,75                                      |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA<br>AMOSTRA (ml/seg) |   | 3,15                                       |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO<br>PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO<br>(%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X<br>X PADRÃO (%)    |   | 389  |  |

| NÚMERO DO ENSAIO                            |   | 08   |  |
|---|---|--|--|
| AMOSTRA                                     | ELCO-27                                 | MINÉRIO                                    | CANAVIEIRA                                 |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                      |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                   |   | 26   | 26   |
| 300 - 400                                   |   | 26   | 28   |
| 400 - 500                                   |   | 28   | 28   |
| 500 - 600                                   |   | 28   | 29   |
| TEMPO<br>MÉDIO                              | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 27,00                                      |  |
|   | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 27,75                                      |  |
|   | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 27,38                                      |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA AMOSTRA (ml/seg) |   | 3,65                                       |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO (%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X PADRÃO (%)      |   | 451  |  |

| NÚMERO DO ENSAIO                               |   | PRODUTO FINAL                              |  |
|--|---|--|--|
| AMOSTRA  | ELCO-A                                  | MINÉRIO                                    | CANAVIEIRA                                 |
| FAIXA VOLUMÉTRICA (ml)                         |   | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>1</sub> ) (Seg) | TEMPO POR FAIXA<br>(T <sub>2</sub> ) (Seg) |
| 200 - 300                                      |   | 38   | 38   |
| 300 - 400                                      |   | 38   | 39   |
| 400 - 500                                      |   | 39   | 38   |
| 500 - 600                                      |   | 39   | 40   |
| TEMPO<br>MÉDIO                                 | $\bar{T}_1$ (seg)                       | 38,50                                      |  |
|  | $\bar{T}_2$ (seg)                       | 38,75                                      |  |
|  | $\frac{\bar{T}_1 + \bar{T}_2}{2}$ (seg) | 38,63                                      |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DA<br>AMOSTRA (ml/seg) |   | 2,59                                       |  |
| VELOCIDADE DE FILTRAÇÃO DO<br>PADRÃO (ml/seg)  |   | 0,81                                       |  |
| FILTRABILIDADE PADRÃO<br>(%)                   |   | 100  |  |
| FILTRABILIDADE DA AMOSTRA X<br>PADRÃO (%)      |   | 320  |  |



## CÁLCULOS RELACIONADOS À ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE FILTRAÇÃO

### a) Objetivo

O planejamento estatístico realizado sobre os ensaios de filtração com diatomita, teve como objetivo verificar a influência das variáveis de calcinação (temperatura, tempo e adição de carbonato de sódio) sobre a velocidade de filtração da diatomita para um determinado xarope de açúcar.

### b) Níveis das Variáveis

Os níveis adotados das variáveis foram os limites dos intervalos escolhidos para as mesmas variáveis no estudo de calcinação:

| VARIÁVEL            | NÍVEL INFERIOR | NÍVEL SUPERIOR |
|---------------------|----------------|----------------|
| temperatura (A)     | 860°C          | 950°C          |
| tempo (B)           | 1 hora         | 3 horas        |
| adição de fluxo (C) | 3%             | 10%            |

## RESPOSTA DOS ENSAIOS DE FILTRAÇÃO

A resposta (R) escolhida (em duplicata) foi o tempo necessário para a filtração de 100 ml do xarope de açúcar 1.000 g/l (açúcar Diamantino), sendo o leito filtrante formado com 5 g de diatomita e a pressão de filtração de 15 psi.

ENSAIOS PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL  
 DEMONSTRATIVO DAS RESPOSTAS DOS ENSAIOS DE FILTRAÇÃO

| AMOSTRA | EXPERIMENTOS | VARIÁVEIS |   |    | RESPOSTAS |       | $(R_1 + R_2)$ |
|---------|--------------|-----------|---|----|-----------|-------|---------------|
|         |              | A         | B | C  | $R_1$     | $R_2$ |               |
| ELCO-01 | (1)          | 860       | 1 | 3  | 45,00     | 44,00 | 89,00         |
| ELCO-19 | a            | 950       | 1 | 3  | 37,75     | 38,00 | 75,75         |
| ELCO-07 | b            | 860       | 3 | 3  | 37,75     | 38,75 | 76,50         |
| ELCO-25 | ab           | 950       | 3 | 3  | 35,75     | 35,50 | 71,25         |
| ELCO-03 | c            | 860       | 1 | 10 | 34,00     | 35,75 | 69,75         |
| ELCO-21 | ac           | 950       | 1 | 10 | 29,00     | 30,00 | 59,00         |
| ELCO-09 | bc           | 860       | 3 | 10 | 32,00     | 31,50 | 63,50         |
| ELCO-27 | abc          | 950       | 3 | 10 | 27,00     | 27,75 | 54,75         |

ENSAIOS PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL

ANÁLISE DA CONSISTÊNCIA

| EXPERIMENTO | $(R_1 - R_2)^2$ | YATES DA CONSISTÊNCIA |       |       | $F_{CALC.}$ | $F_{tab.} = 6,39$<br>( 4; 4; 5% ) |
|-------------|-----------------|-----------------------|-------|-------|-------------|-----------------------------------|
|             |                 | Y-1                   | Y-2   | Y-3   |             |                                   |
| (I)         | 1,00            | 1,06                  | 2,12  | 6,99  | -           | -                                 |
| a           | 0,06            | 1,06                  | 4,87  | -3,63 | 3,16        | NS                                |
| b           | 1,00            | 4,06                  | -1,88 | -3,25 | 2,74        | NS                                |
| ab          | 0,06            | 0,81                  | -1,75 | 2,37  | 2,03        | NS                                |
| c           | 3,06            | -0,94                 | 0     | 2,75  | 2,30        | NS                                |
| ac          | 1,00            | -0,94                 | -3,25 | 0,13  | 1,04        | NS                                |
| bc          | 0,25            | -2,06                 | 0     | -3,25 | 2,74        | NS                                |
| abc         | 0,56            | 0,31                  | 2,37  | 2,37  | 2,03        | NS                                |

$$\sum (R_1 - R_2)^2 = 6,99$$

$$F_{CALC.} = \frac{(Y-3)_T + (Y-3)_n}{(Y-3)_T - (Y-3)_n}$$

NS = NÃO SIGNIFICATIVO

- ENSAIOS PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL

ANÁLISE DA SIGNIFICÂNCIA

| EXPERIMENTO | $(R_1 + R_2)$ | YATES DA SIGNIFICÂNCIA |        |        | DM    | $(R_1 - R_2)^2$ | $t_{\text{CALC.}}$ | $t_{\text{CALC.}} (8; 5\%) = 2,31$ |
|-------------|---------------|------------------------|--------|--------|-------|-----------------|--------------------|------------------------------------|
|             |               | Y-1                    | Y-2    | Y-3    |       |                 |                    |                                    |
| (I)         | 89,00         | 164,75                 | 312,50 | 559,50 | 69,94 | 1,00            | 211,94             | S                                  |
| a           | 75,75         | 147,75                 | 247,00 | -38,00 | -4,75 | 0,06            | 14,39              | S                                  |
| b           | 76,50         | 128,75                 | -18,50 | -27,50 | -3,44 | 1,00            | 10,42              | S                                  |
| ab          | 71,25         | 118,25                 | -19,50 | 10,00  | 1,25  | 0,06            | 3,79               | S                                  |
| c           | 69,75         | -13,25                 | -17,00 | -65,50 | -8,19 | 3,06            | 24,82              | S                                  |
| ac          | 59,00         | -5,25                  | -10,50 | -1,00  | -0,13 | 1,00            | 0,39               | NS                                 |
| bc          | 63,50         | -10,75                 | 8,00   | 6,50   | 0,81  | 0,25            | 2,45               | S                                  |
| abc         | 54,75         | -8,75                  | 2,00   | -6,00  | -0,75 | 0,56            | 2,27               | NS                                 |

S = SIGNIFICATIVO

NS = NÃO SIGNIFICATIVO

$$DM = \frac{Y - n}{2^n}$$

$$t_{\text{CALC.}} = \frac{DM}{EPDM}$$

$$t_{\text{exp.}} = \sqrt{\frac{\sum (R_1 - R_2)^2}{2 \times \emptyset}}$$

$$EPDM = \sqrt{2 \times \left(\frac{t_{\text{exp.}}}{\sqrt{N}}\right)^2}$$

$$\sum (R_1 - R_2)^2 = 6,99$$

$$\emptyset = 8$$

$$N = 8$$

$$t_{\text{exp.}} = \sqrt{\frac{6,99}{2 \times 8}} = 0,66$$

$$EPDM = \sqrt{2 \times \left(\frac{0,66}{8}\right)^2} = 0,33$$

## ENSAIOS PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL

ESTUDO DA INTERAÇÃO DAS VARIÁVEIS TEMPO (B) E  
ADIÇÃO DE CARBONATO DE SÓDIO (C)

| EXPERIMENTO | DM     | YATE INVERSO |       | $(Y - 2)/2$ |
|-------------|--------|--------------|-------|-------------|
|             |        | Y-1          | Y-2   |             |
| bc          | 0,81   | -7,38        | 59,12 | 29,56       |
| c           | -8,19  | 66,50        | 64,38 | 32,19       |
| b           | -3,44  | -9,00        | 73,88 | 36,94       |
| (1)         | 69,94  | 73,38        | 82,38 | 41,19       |
| VARIÁVEIS   |        | C            |       |             |
|             | NÍVEIS | 3%           | 10%   |             |
| B           | 1 h    | 41,19        | 32,19 |             |
|             | 3 h    | 36,94        | 29,56 |             |

## ENSAIOS PROGRAMADOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL

ESTUDO DA INTERAÇÃO DAS VARIÁVEIS  
TEMPERATURA (A) E TEMPO (B)

| EXPERIMENTO | DM    | YATE INVERSO |       | $(Y - 2) / 2$ |
|-------------|-------|--------------|-------|---------------|
|             |       | Y-2          | Y-2   |               |
| ab          | 1,25  | - 2,19       | 63,00 | 31,50         |
| b           | -3,44 | 65,19        | 70,00 | 35,00         |
| a           | -4,75 | - 4,69       | 67,38 | 33,69         |
| (1)         | 69,94 | 74,69        | 79,38 | 39,69         |
| VARIÁVEIS   |       | C            |       |               |
| B           |       | NÍVEIS       | 1 h   | 3 h           |
|             |       | 860°C        | 39,69 | 35,00         |
|             |       | 950°C        | 33,69 | 31,50         |

## CONCLUSÃO

Para uma maior velocidade de filtração, dentro da faixa escolhida para cada variável, os níveis de vem ser mantidos em seus limites superiores.

ANEXO 6

## TESTES PRÁTICOS DE APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA

Com a finalidade de se verificar o comportamento, em filtrações industriais, dos concentrados de diatomita calcinados obtidos pelo processo de beneficiamento, envolvendo espessador de lamelas, foram realizados alguns testes de filtração, em escala de laboratório, tendo como executor a Cia. Usinas Nacionais (Açúcar Pérola).

Todas as amostras testadas foram aprovadas, apresentando resultados excelentes de filtrabilidade em xarope de açúcar, com relação ao produto importado, que atualmente é utilizado por essa indústria.

Na preparação das amostras destinadas aos testes de filtração, foram realizadas operações de limpeza sobre o produto final com auxílio de um peneiramento em uma peneira de 48 malhas. Objetivou-se com esta limpeza, a retirada de pequenas massas fortemente sinterizadas que se formaram durante as calcinações. Verificou-se por difração de raios-X que estas massas eram compostas de cristobalita. A fração acima de 48 malhas representou apenas 1,47% em peso.

Além do produto final (ELCOA) testado pela Açúcar Pérola, foram também testadas as suas frações granulométricas acima de 200 malhas (ELCOA + 200), representando 20,88% em peso e abaixo de 200 malhas (ELCOA - 200),

correspondente a 77,65% em peso. Os testes realizados com essas duas amostras tiveram como base o excelente resultado obtido na Coca-Cola com a fração abaixo de 200 malhas de um produto obtido em um estudo anterior (2).

As amostras testadas nas indústrias foram as seguintes:

- 1) Testes realizados pela Cia. Usinas Nacionais tendo como referência o produto importado "HYFLO SUPER CEL", tomado como padrão.

ELCOA: Concentrado de diatomita da Lagoa de Canavieira, calcinado a  $860^{\circ}\text{C}$ , durante 3 horas, com adição de 2% de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Filtrabilidade de 331% em relação ao padrão.

ELCOA (-200): Idem, fração abaixo de 200 malhas. Filtrabilidade de 287% em relação ao padrão.

ELCOA (+200): Idem, fração acima de 200 malhas. Filtrabilidade de 717% em relação ao padrão.

DI-02/81

Análise de Diatomita

61

Remetida por : CETEM - Centro de Tecnologia Mineral  
DNPM / CPRM.  
Procedente de : Lagoa Canavieira. Estado do Ceará  
Data : Rio de Janeiro, 07 de janeiro 1981

Resultado da Análise :

| Amostra :           | Filtrabilidade/Standard |
|---------------------|-------------------------|
| ELCOA -----         | 331 %                   |
| ELCOA (- 200) ----- | 287 %                   |
| ELCOA (+ 200) ----- | 717 %                   |

Conclusão : as presentes amostras foram aprovadas em teste de Laboratório em vista sua ótima filtrabilidade em xaropes.

Rio de Janeiro, 07 de janeiro 1981

Companhia Usinas Nacionais



EWALDO S. MOREIRA  
Engenheiro Químico  
Chefe do Departamento Industrial

nº 62/79

Análise de Diatomita

Remetida por : CETEM - Centro de Tecnologia Mineral  
DNPM / CPRM.

Procedente de : Lagôa Canavieira, Estado do Ceará.

Data : Rio, 18 de outubro de 1979

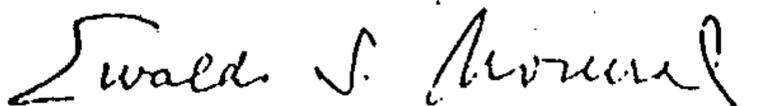
Resultado da análise :

| Amostra :       | Filtrabilidade/Standard |
|-----------------|-------------------------|
| C-1<br>(LC -02) | ----- 490.0 %           |

Conclusão : a presente amostra foi aprovada em teste de Laboratório em vista sua ótima filtrabilidade em xaropes.

Rio de Janeiro, 23/10/79

Companhia Usinas Nacionais



EWALDO S. MOREIRA  
Engenheiro Químico  
Chefe do Departamento Industrial

EWALDO S. MOREIRA  
Engenheiro Químico  
C.R.O. de Reg. Car. nº 035-S  
C.R.E.A. de Reg. Car. nº 453-D



MEMORANDO INTERNO

DE: Laboratório de Asseguração de Qualidade DATA 16/maio/1980  
PARA: Dr. Mário Coelho REF DAQ-388/80  
ASSUNTO: AVALIAÇÃO DE TERRA DIATOMÁCEA CÓDIGO 19.69.38-Argx.  
de Filtração

Transcrevemos em anexo, os resultados que obtivemos em escala de testes de laboratório, com o produto que nos foi entregue pelo Dr. Franz Xaner Horn Filho, da CETEM (Centro de Tecnologia Mineral).

A primeira amostra classificada como LC-02, apresentou resultado satisfatório no teste de efluentes : 88,5 %.

Na prova de determinação de cor de xarope, obtivemos uma redução de 735 TWA inicial para 525 TWA.

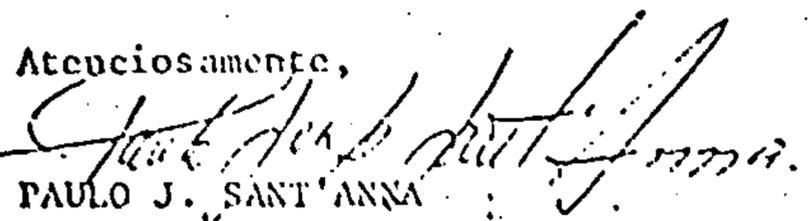
A segunda amostra classificada como LC-02 (-200), apresentou uma eficiência na vazão de 180%.

No teste de efluentes comprovamos uma eficiência excelente e na prova de cor de xarope, após tratamento, apresentou um resultado com uma significativa redução de 735 TWA inicial para 275 TWA.

As duas amostras foram testadas em comparação ao nosso padrão HYFLO SUPER CHL, que consideramos com vazão de 100%.

Queremos chamar a atenção para os produtos testados, pois conforme informação do Dr. Franz, os mesmos foram preparados em laboratórios e fazem parte de um estudo de melhoria nos processos de preparação de terra diatomácea.

Atenciosamente,

  
PAULO J. SANT'ANNA

PJSA/tjp.  
Anexos.

c.c.: Drs. A. Cavichio/C. Pontes

Relatório Elaborado por:

- Franz Xaver Horn Filho

Trabalho Experimental por:

- Franz Xaver Horn Filho

- Gilmar Pereira Moreira

- Marcelo Mariz da Veiga - Estudo da Análise Quantitativa da Diatomita

- Lelio Fellows Filho - Superfície Específica

Demonstrativo do Resultado Financeiro para Beneficiamento de Diatomita do Ceará em Escala Industrial:

- Ítalo Bernardino F.A. Filisetti

Supervisão por:

Adão Benvindo da Luz

Período: Julho de 1980 a Outubro de 1981

Superintendente do CETEM  
Roberto C. Villas Bôas

Departamento de Processo  
José Farias de Oliveira

Divisão de Tratamento de Minérios  
Adão Benvindo da Luz