



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA
DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL

BENEFICIAMENTO DO DIATOMITO DE CANAVIEIRA DO ESTADO DO CEARÁ

Série Tecnologia Mineral	Nº 8	Seção Beneficiamento	Nº 6	Brasília	1980
-----------------------------	------	----------------------	------	----------	------

MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA

Cesar Cals - Ministro de Estado

DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL

Yvan Barretto de Carvalho - DIRETOR GERAL

DIVISÃO DE FOMENTO DA PRODUÇÃO MINERAL

Manoel da Redenção e Silva - Diretor

CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

Roberto C. Villas Bôas - Superintendente

MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA
DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL

Beneficiamento
nº 6

BENEFICIAMENTO DO DIATOMITO DE
CANAVIEIRA DO ESTADO DO CEARÁ

BRASÍLIA
1980

PUBLICAÇÃO DO DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL
SETOR DE AUTARQUIAS NORTE
QUADRA 01 - BLOCO B - TELEX 061116
70.000-BRASÍLIA (DF)-BRASIL

COPYRIGHT 1980
RESERVADOS TODOS OS DIREITO
PERMITIDA A REPRODUÇÃO, DESDE QUE MENCIONADA A FONTE

DEPÓSITO LEGAL
BIBLIOTECA NACIONAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO NACIONAL DO LIVRO

Horn Filho Franz Xaver

H813 b Beneficiamento do diatomita de Canavieira do estado do Ceará/Por/Franz Xaver Horn Filho/e/Marcelo M. da Veiga. Brasília, DNPM. 1980.

p. il., tab. cm (DNPM. Tecnologia Mineral, 8. Seção Beneficiamento, 6)

I. Diatomito-Beneficiamento-Canavieira. 2. Diatomito-Difração de raios-X. 3. Diatomito-Microscopia ótica e eletrônica. 4. Veiga, Marcello Mariz da. II. Título. III. Série.

CDD 622.7349 813

CDU 552.58: 622.18 (813.1)

BENEFICIAMENTO DO DIATOMITO DE CANAVIEIRA DO ESTADO DO CEARÁ



Autores: FRANZ XAVER HOM FILHO*
MARCELO MARIZ DA VEIGA**

* Eng. Metalurgico, Pós Graduado

** Eng. Metalurgico, Pós Graduado

EXECUÇÃO E ELABORACAO DO TRABALHO
PELO CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL - CETEM
ATRAVES DO CONVENIO DNPM/CPRM

CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL - CETEM

1980

AGRADECIMENTOS

- Dr. PERSIO DE SOUZA SANTOS - Escola Politécnica de Engenharia Química - USP, pelas contribuições técnicas.
- Dr. RAUL D. MACHADO - Instituto de Biofísica - UFRJ, pelas micrografias eletrônicas.
- Dr. ADÃO BENVINDO DA LUZ - Centro de Tecnologia Mineral - CETEM, pelas contribuições técnicas.
- Dr. ROBERTO C. VILLAS BÔAS - Centro de Tecnologia Mineral - CETEM, pelas contribuições técnicas.

RESUMO

ABSTRACT

1. INTRODUÇÃO	1
2. MATÉRIA PRIMA	3
3. CARACTERIZAÇÃO DO DIATOMITO DE CANAVIEIRA	5
4. ENSAIOS DE BENEFICIAMENTO	8
5. RESULTADOS OBTIDOS	10
6. CONCLUSÕES	16
7. BIBLIOGRAFIA	21

RESUMO

O diatomito de Canavieira, proveniente do Estado do Ceará, foi estudado através de difração de raios-x, microscopia ótica e eletrônica. Os estudos de beneficiamento, apresentando duas linhas alternativas, foram efetuados, basicamente, através de hidrociclonagem, centrifugação e calcinação e hidrociclonagem, lavagem em tanques sucessivos e calcinação. Os produtos obtidos, testados em diferentes indústrias, foram todos aprovados, apresentando filtrabilidade variando entre 88,5% e 490%, em relação ao produto importado (Hyflo Super Cel), tomado como padrão (100%).

ABSTRACTS

A diatomite sample from Canavieira's lake (Ceará) was characterized by x-ray diffraction studies and optical and electron microscopy. Beneficiation studies of this diatomite were carried out following two routes. One of them involved concentration of the diatomite using hydrocyclones followed by centrifuging and calcination of the concentrates obtained. The other route involved concentration using hidrociclones followed by washing and calcination of the concentrates obtained. The filtrability of the products achieved by both methods was tested industrially by comparison with hyflo super cel taken as a standard (100%) the products showed a filtrability index between 88,5% and 490%.

I. INTRODUÇÃO

Uma das principais reservas de minérios de Diatomita existente no Brasil está localizada na Lagoa de Canavieira, município de Pacajus, Estado do Ceará (reserva: 253.000 m³). Esta reserva, de origem sedimentar, encontra-se no fundo da lagoa, na qual o minério apresenta-se associado à camadas de argila caulínica, areia (quartzo), matéria orgânica e outras impurezas (óxido de ferro, etc).

Atualmente, o aproveitamento da diatomita no Ceará vem sendo realizado através de um método de lavra rudimentar, no qual praticamente só o minério mais puro é explorado. A utilização deste método acarreta perdas, concorrendo para um esgotamento prematuro das reservas deste bem mineral. Por outro lado, o beneficiamento empregado é extremamente precário, envolvendo operações prejudiciais ao processo e fornecendo produtos finais que não atendem às exigências das várias indústrias que utilizam a diatomita, principalmente como auxiliar de filtração.

A produção atual de diatomita da Lagoa de Canavieira, em particular, está praticamente voltada para a obtenção de produtos destinados ao isolamento térmico.

O trabalho realizado com este minério, através do Centro de Tecnologia Mineral - CETEM, teve como obje

tivo o desenvolvimento de processos de beneficiamento para obtenção de produtos, destinados à filtração industrial. Para tal, realizou-se amostragem na Lagoa de Canavieira, na qual se coletou cerca de 1.500 Kg de minério.

2. MATERIA PRIMA

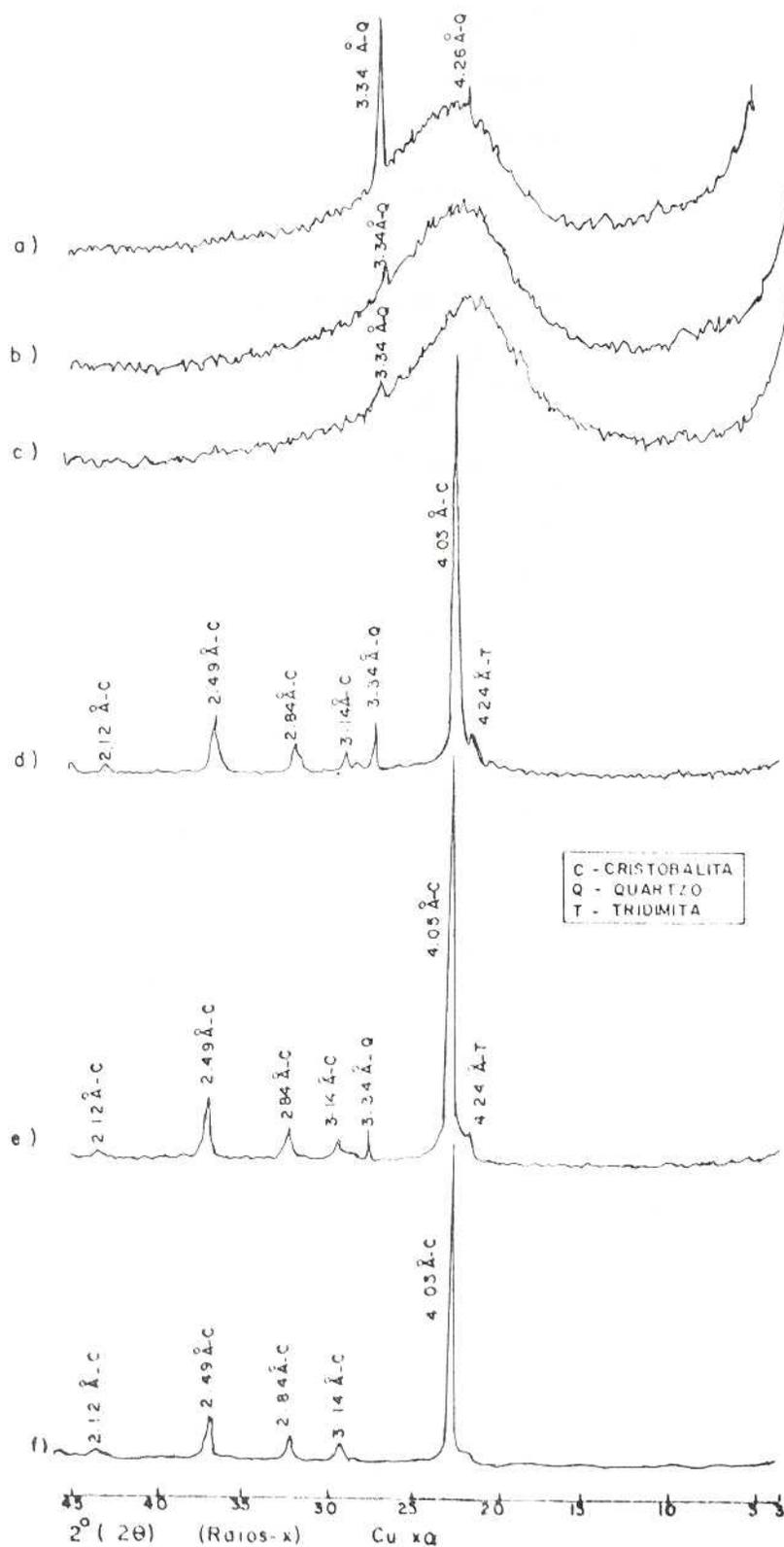
O diatomito é um material de origem sedimentar, constituído de acumulação de carapaças de algas diatomáceas microscópicas, que, no Brasil, formaram-se em épocas recentes e principalmente em águas doces (vide anexo).

As carapaças são constituídas essencialmente de sílica amorfa hidratada ($\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), com cerca de 3 a 10% de água intercrystalina⁽¹⁾. A estrutura destas carapaças, consiste em um agregado submicroscópico de cristalitos de cristobalita desordenada⁽²⁾. O desordenamento dos cristalitos é devido aos seus tamanhos reduzidos (menor que 0,1 μm) e a substituição de O^{\ominus} por OH^{\ominus} . A nomenclatura para o tipo de estrutura das carapaças é bastante diversificada, como por exemplo: porcelanita⁽³⁾, opala CT⁽⁴⁾, etc.

As indústrias consumidoras de diatomita têm utilizado este produto para os seguintes fins: filtração, isolamento térmico e acústico, como abrasivo, como suporte ou carga, como absorvente, etc. Geralmente, a diatomita é comercializada sob as seguintes formas: não calcinada, calcinada e fluxo-calcinada (com adição de Na_2CO_3).

Em termos de propriedades, a diatomita apresenta uma densidade aparente aproximadamente na faixa de

Figura 1 - Difratoograma do Diatomito da Lagoa de Canavieira: a) Diatomito Bruto; b) Concentrado (tanques sucessivos); c) Concentrado (tanques sucessivos) calcinado a 900°C , 2 h. sem fluxo; d) Concentrado (tanques sucessivos) calcinado a 1200°C , 5 h., sem fluxo; e) Concentrado (tanques sucessivos) calcinado a 900°C , 2 h., com 10% de Na_2O ; f) Concentrado (centrífuga) calcinado a 900°C , 2 h., com 10% de Na_2O . Difratoômetro Philips, 40 Kv, 20 mA, $2^{\circ}(2\theta)/\text{min}$.



0,12 a 0,50 g/cm³, ponto de fusão próximo a 1615°C, condutividade térmica na faixa de 0,49 a 0,77 Kcal/cm²/cm/°C, dimensões entre 4 e 500 μm, chega a absorver 4 vezes o seu peso em água, é insólúvel em ácidos (exceto o hidrofluorídrico) e solúvel em álcalis fortes, etc.

3. CARACTERIZAÇÃO DO DIATOMITO DE CANAVIEIRA

A caracterização da matéria prima foi realizada através de difração de raios-X, microscopia ótica, microscopia eletrônica de transmissão e varredura e análise química por via úmida.

A difração de raios-X do minério bruto de canavieira mostrou apenas a presença de quartzo. Observou-se, contudo, nos difratogramas, uma deflexão do "background" entre 5,5 Å e 3,3 Å aproximadamente, formando um bandeamen to característico de cristobalita pobremente ordenada (Figura 1).

O exame ao microscópio petrográfico revelou a predominância de carapaças de algas diatomáceas e algumas espículas de espongiários. Em menor proporção verificou-se a presença de grãos clásticos de quartzo em granulometria variada e material de aspecto argiláceo impregnado por vezes por óxido de ferro.

Na determinação da composição química do minério em questão, foram dosados os principais compostos (Tabela 1). A perda ao fogo foi calculada após uma queima, durante 2 horas, a uma temperatura de 900°C.

COMPOSTOS	PESO (%)
Fe_2O_3	0,49
Al_2O_3	1,46
SiO_2 (Diatomita)	64,48
SiO_2 (Quartzo)	5,02
SiO_2 (Da Caulinita)	1,73
P.F.	26,50
Outros	0,32

Tabela 1 - Composição química do diatomito da Lagoa de Canavieira.

A determinação de sílica de diatomita, teve como base o ataque seletivo por uma solução à quente, com 20% de NaOH⁽⁵⁾.

A umidade do minério apresentou um valor em

torno de 49%.

Foram obtidas, através de análises químicas das frações granulométricas, as distribuições apresentadas na Tabela 2. Observou-se por microscopia ótica que os 77,61% de sílica de diatomita abaixo de 400 malhas foram, predominantemente, devido a um acúmulo de fragmentos de carapaças de algas diatomáceas e espícula de espongiários.

FRAÇÃO	DISTRIBUIÇÃO (%)			
	SiO ₂ Quartzo	SiO ₂ Diatomita	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
+ 20	1,15	0,01	0,14	0,11
- 20 + 28	1,11	0,02	0,46	0,25
- 28 + 35	6,75	0,03	0,37	0,18
- 35 + 48	14,40	0,06	0,65	0,27
- 48 + 65	16,70	0,54	0,97	1,15
- 65 + 100	14,23	8,14	3,15	2,75
- 100 + 150	4,67	4,38	1,34	1,31
- 150 + 200	5,78	2,32	1,06	1,13
- 200 + 270	4,50	2,59	1,34	1,32
- 270 + 400	7,01	4,30	2,41	2,59
- 400	23,70	77,61	88,11	88,94

Tabela 2 - Distribuição dos principais compostos químicos nas frações granulométricas do diatomito de Canavieira.

4. ENSAIOS DE BENEFICIAMENTO

Os ensaios de beneficiamento realizados neste trabalho, englobaram estudos de operações unitárias em escala de bancada e piloto. Os principais objetivos foram a redução dos teores de quartzo (5,02%) e alumina (1,46%) contidos no minério. Esperou-se com isso a obtenção de concentrados, que após calcinados, resultassem em produtos adequados para filtrações industriais.

Optou-se por um beneficiamento inicial a úmido porque resultados já obtidos indicaram que, secando previamente o minério, não se consegue uma liberação entre o material argiloso e as carapaças de algas diatomáceas⁽⁶⁾.

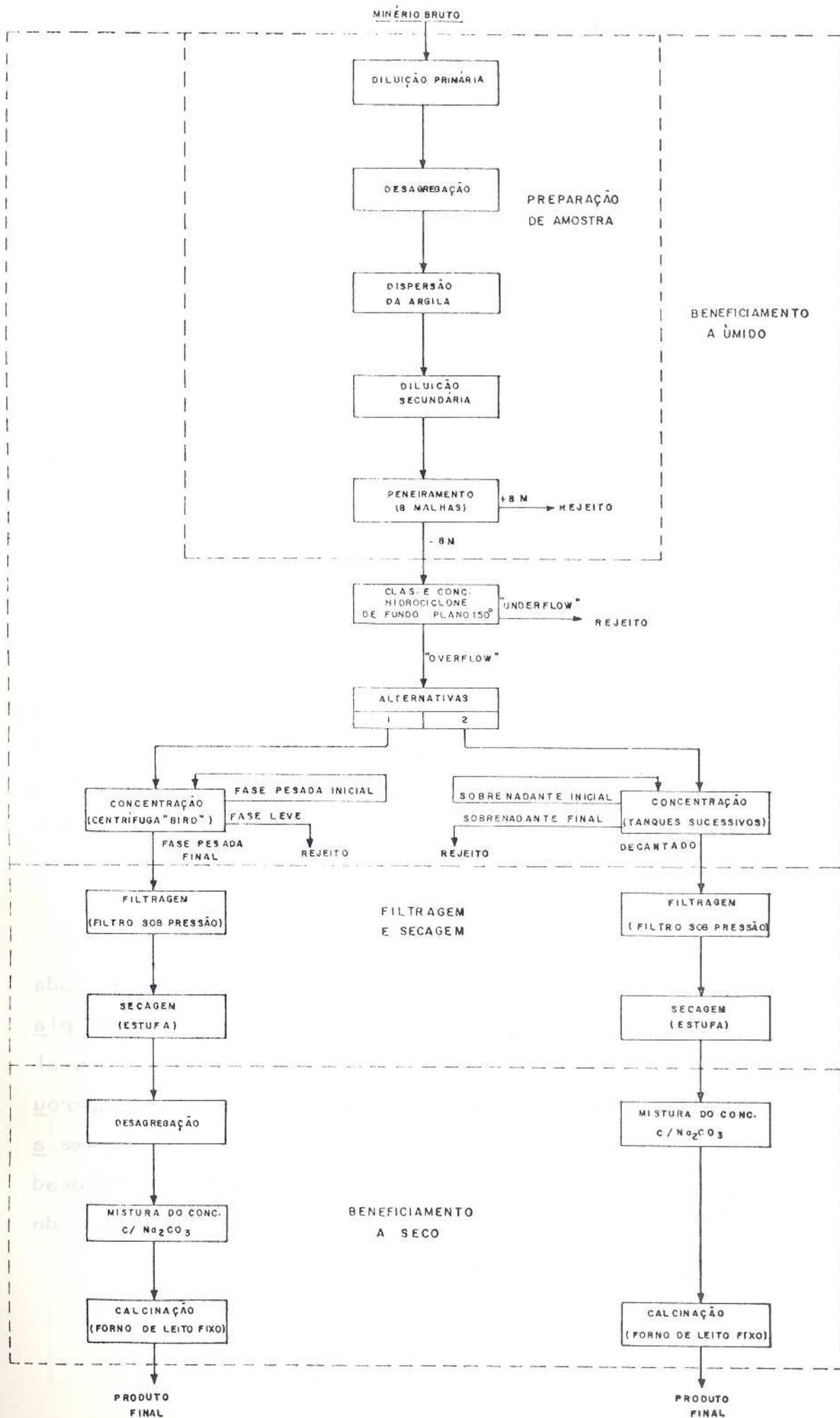
O tratamento a seco dos produtos obtidos no beneficiamento a úmido constou, basicamente, de um estudo de calcinação dos concentrados de diatomita.

As etapas desenvolvidas no decorrer dos ensaios (Figura 2), foram as seguintes:

a) Beneficiamento a úmido

- preparação das amostras
- estudo de classificação e concentração em hidrociclones de fundo plano
- estudo de concentração por centrifugação ou em tanques sucessivos.

FIG. 2 - FLUXOGRAMA DAS OPERAÇÕES UNITÁRIAS UTILIZADAS NO ESTUDO DE OBTENÇÃO DE DIATOMITA PARA FILTRAÇÃO INDUSTRIAL.



b) Filtragem e Secagem

- filtragem e secagem dos concentrados de diatomita obtidos por centrifugação ou por concentração em tanques sucessivos.

c) Beneficiamento a Seco

- estudo de calcinação dos concentrados de diatomita em forno de leito fixo.

5. RESULTADOS OBTIDOS

Para a preparação das amostras a serem beneficiadas, realizou-se um estudo de dispersão da argila caulínica. Após sedimentação durante 3 horas (Becher de 500 ml), obteve-se uma recuperação de 59% de Al_2O_3 no sobrenadante. Este nível de dispersão foi obtido com um pH da polpa igual a 7, controlado pela adição de solução de NaOH (500 g/l).

Após vários ensaios, obteve-se uma retirada de 94% do quartzo através do hidrociclone AKW de fundo plano (150°), tipo RWB - 84 (bocal de alimentação azul e bocal de "overflow" e ápice vermelhos). Nesta operação recuperou-se cerca de 80% de diatomita. Por outro lado, retirou-se aproximadamente 20,90% de Al_2O_3 através do "underflow" ("dead flux")⁽⁷⁾. Os 79,10% de Al_2O_3 restantes saíram através do

"overflow" juntamente com a diatomita. Encontrou-se para ponto de corte do hidrociclone $208 \mu\text{m}$ (65 malhas), utilizando-se uma pressão de $0,7 \text{ kg/cm}^2$ e 5% de sólidos na alimentação (Figura 3).

Na etapa de centrifugação para eliminação dos 79,10% de Al_2O_3 , arrastados através do "overflow", utilizou-se a centrífuga "Bird" horizontal de operação contínua (6 polegadas de diâmetro). Após vários ensaios, obteve-se com esta operação uma eliminação de 71% de Al_2O_3 e uma recuperação de diatomita em torno de 84%. Para tal, utilizou-se uma velocidade de 4000 rpm, sendo introduzido 4,5 l/min de água de lavagem, em contracorrente, da fase pesada (concentrado de diatomita). Por outro lado, o concentrado obtido após a secagem apresentou-se aglomerado, sendo que as carapaças estavam quebradas.

Na operação alternativa de beneficiamento do "overflow" do hidrociclone (retirada de Al_2O_3), através de concentração em tanques sucessivos (Figura 4), retirou-se cerca de 77% de Al_2O_3 presente. Obteve-se uma recuperação de diatomita relativamente baixa, em torno de 58%. Porém, observou-se que este método não promoveu a quebra das carapaças, além das que já estavam quebradas e o concentrado obtido apresentou-se totalmente desagregado (pulverulento), após a secagem.

FIG. 3 - REPRESENTAÇÃO GRÁFICA DO PONTO DE CORTE DO
HIDROCICLONE RWB-84 (10 pSi, 5 % DE SÓLIDOS
NA ALIMENTAÇÃO)

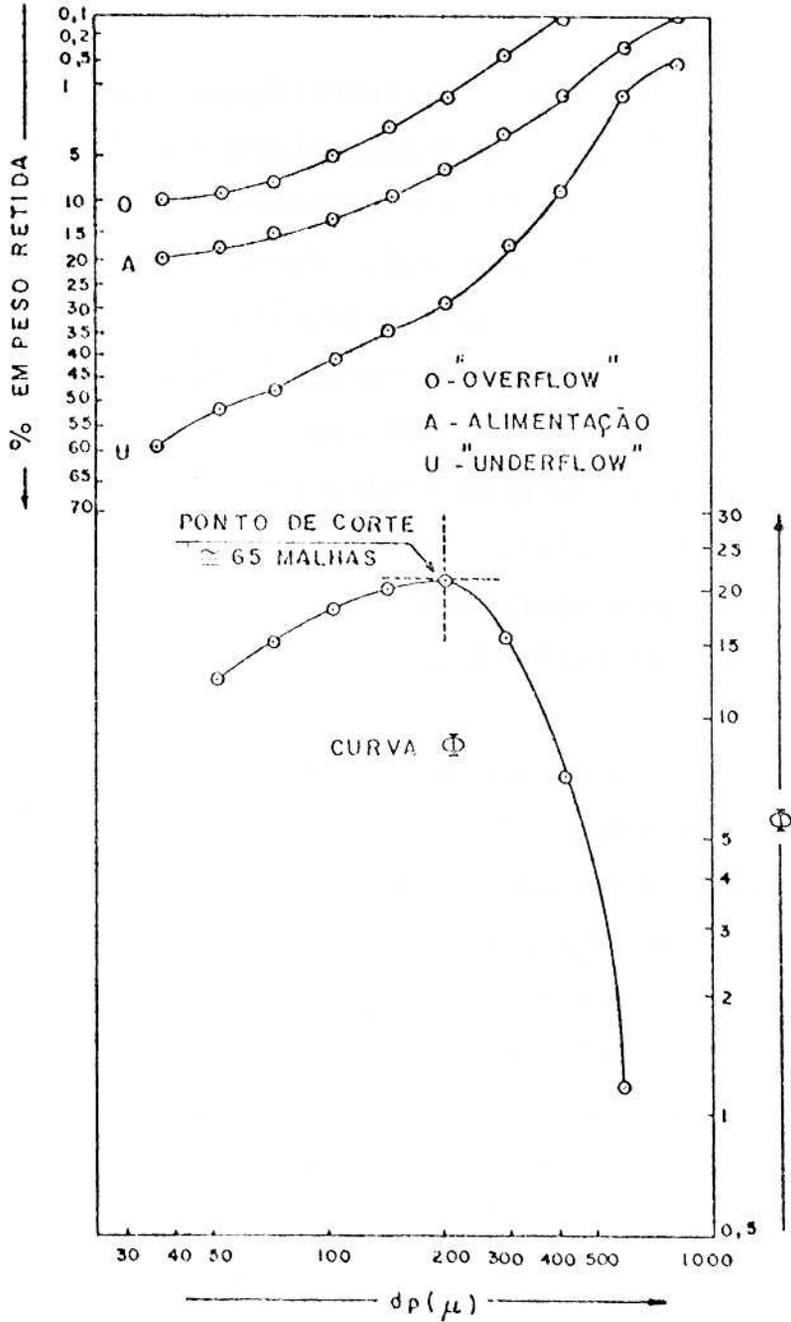
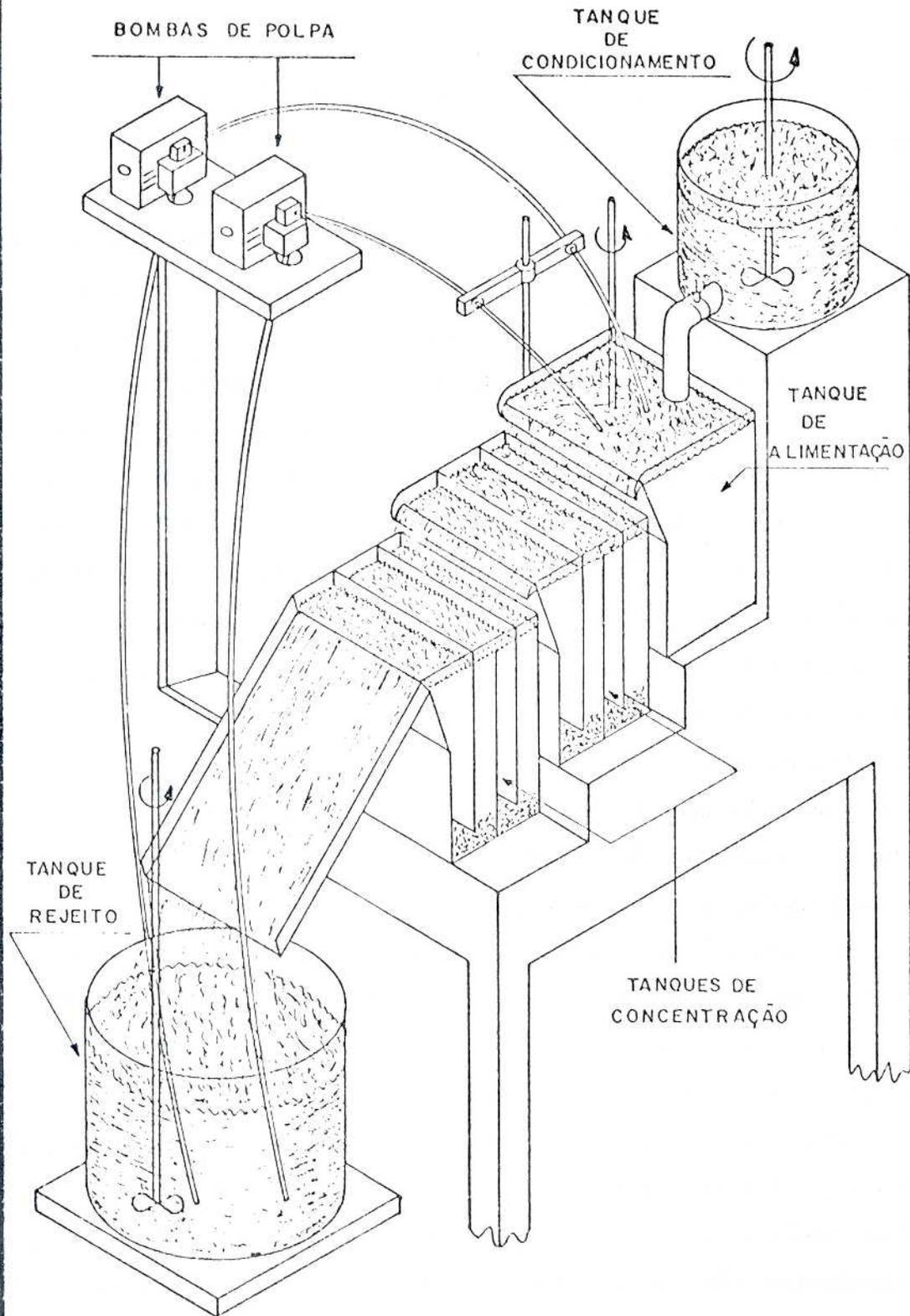


FIG. 4 - PROCESSO DE CONCENTRAÇÃO DE DIATOMITA EM TANQUES SUCESSIVOS.



Através do estudo de calcinação, verifica-se que na Figura 1 a seqüência de transformação da estrutura das carapaças, de cristobalita pobremente ordenada para cristobalita bem cristalizada, quando calcinados os produtos a 900°C , durante 2 horas, com adição de Na_2CO_3 , correspondente a 10% de Na_2O , ou a 1200°C , durante 5 horas, sem adição de fluxo. Encontrou-se uma coloração branca para estes produtos enquanto que quando calcinados a 900°C , durante 2 horas, sem adição de fluxo, apresentaram coloração rósea, sem alternar a estrutura amorfa das carapaças. Desta forma, observa-se que o íon sódio é capaz de acelerar a taxa de cristalização ou ordenação dos cristalitos desordenados de cristobalita α ⁽⁸⁾. A absorção dos íons de ferro pelas estruturas das carapaças pode ser devido, provavelmente, a sua retenção pela rede aberta da cristobalita α ⁽⁹⁾, ou pela formação de massas vítreas no interior das carapaças, ou ainda pela formação de um silicato de ferro, sódio e alumínio⁽¹⁰⁾. Tendo em vista a influência do Na_2CO_3 na calcinação da diatomita, foram realizados vários ensaios em diversas temperaturas e tempos, adicionando-se diferentes quantidades desse fundente. Levantou-se através de lixiviações com HCl (50%), a 70°C , por 1 hora, as melhores condições de calcinação que promoveram retenções dos íons de ferro, pelas estruturas das carapaças, próximas às obtidas com os produtos importados utilizados por algumas indústrias de refrigerantes e refino de açúcar (retenção de ferro em torno de 96%). Desta forma, as condições determinadas foram as seguintes: calcinação a

900°C, durante 2 horas e com adição de 10% Na₂O, sob a forma de Na₂CO₃. Com isto verificou-se que dos 0,22% de ferro existente no concentrado de tanques sucessivos e no concentrado de centrífuga, foram absorvidos 95% e 94%, respectivamente, pela estrutura das carapaças.

Os produtos calcinados (Tabela 3), foram testados como filtrantes pelas indústrias: açucareira e de refrigerantes. Esses foram aprovados e os resultados se encontram na Tabela 4.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	PRODUTOS OBTIDOS EM LABORATÓRIO		PRODUTOS IMPORTADOS	
	Tanques Sucessivos (%)	Centrífuga (%)	Cia. Cervejaria (%)	Cia. Açucareira (%)
Fe ₂ O ₃	0,31	0,31	0,83	0,61
Al ₂ O ₃	0,28	0,30	2,99	2,34
SiO ₂ (total)	92,60	92,50	87,10	91,70
P.F.	1,32	0,48	0,51	0,38
Outros	5,49	6,41	8,57	4,97
Coloração	Branca			

Tabela 3 - Composição química e coloração dos concentrados calcinados e produtos importados.

INDÚSTRIAS	PRODUTOS		FILTRABILIDADE (%)
Açúcar	Padrão (Hyflo Super Cel)		100,0
	Concentrado de Tanques Sucessivos	- 48 M	490,0
	Concentrado de Centrifuga	- 48 M	244,0
Refrigerantes	Padrão (Hyflo Super Cel)		100,0
	Concentrado de Tanques Sucessivos	- 48 M	88,5
		- 200 M	180,0

Tabela 4 - Resultados dos testes de filtração em escala de laboratório, realizado pelas indústrias.

6. CONCLUSÕES

Com relação aos resultados obtidos nos ensaios realizados com o diatomito da Lagoa de Canavieira, procedente do estado do Ceará, chegou-se às seguintes conclusões:

- a) O minério deverá ser concentrado inicialmente a úmido, de acordo com as operações unitárias de classificação e concentração em hidrociclone e concentração através de centrifuga ou tanques sucessivos. Os concentrados obtidos deverão ser tratados a seco, segundo operação de calcina

- ção com adição de fluxo (Na_2CO_3).
- b) A redução do teor de quartzo, através de hidrociclone de fundo plano pode ser considerada concluída, a menos de um estudo de aproveitamento da diatomita contida no rejeito desta operação (material do "underflow").
- c) Com relação a redução do teor de argila, a utilização da centrífuga "Bird" revelou um pequeno inconveniente do ponto de vista industrial, em comparação com o processo de tanques sucessivos. Os concentrados obtidos apresentaram-se totalmente aglomerados, indicando a necessidade de uma futura operação unitária adicional de desagregação. Por outro lado, estima-se que a redução da filtrabilidade (Tabela 4), teve como causa a quebra das carapaças, que conseqüentemente promoveu um aumento da superfície específica do material. Desta forma, seria interessante a realização de estudos utilizando outros tipos de centrífuga.
- d) O processo de tanques sucessivos, apresentou excelentes resultados. Além de fornecer um concentrado totalmente pulverulento, favorecendo desta forma a operação posterior de calcinação, apresentou uma boa eficiência com relação a redução do teor de argila. Por outro lado, a recuperação obtida foi relativamente baixa (58%). Porém, este processo pode ser encarado como uma solução imediata de baixos custos operacionais.
- e) Tendo em vista os resultados obtidos com o processo de

tanques sucessivos e por se tratar de um equipamento de características semelhantes, estão sendo realizados ensaios de concentração em um espessador de lamelas contra-corrente, objetivando-se principalmente uma maior recuperação de diatomita.

- f) A calcinação a 900°C , durante 2 horas e com 10% de Na_2O (na forma de Na_2CO_3), conferiu aos produtos coloração branca e baixo ferro solúvel, normalmente requerido pelas indústrias. Na tentativa de otimizar as variáveis de calcinação (adição de Na_2CO_3 , temperatura, tempo de calcinação e tipo de forno), estão sendo realizados estudos objetivando-se, principalmente, relacionar a superfície específica do produto, com a filtrabilidade.
- g) Os produtos testados por duas indústrias de grande porte, foram aprovados em ensaios de laboratório. O produto de centrífuga apresentou uma filtrabilidade de 244% em relação ao produto importado (tomado como padrão), considerado pelas indústrias como 100% de filtrabilidade para seus xaropes. O produto de tanques sucessivos apresentou 490% de filtrabilidade para xaropes de açúcares, atingindo 180% para xaropes na produção de refrigerantes.

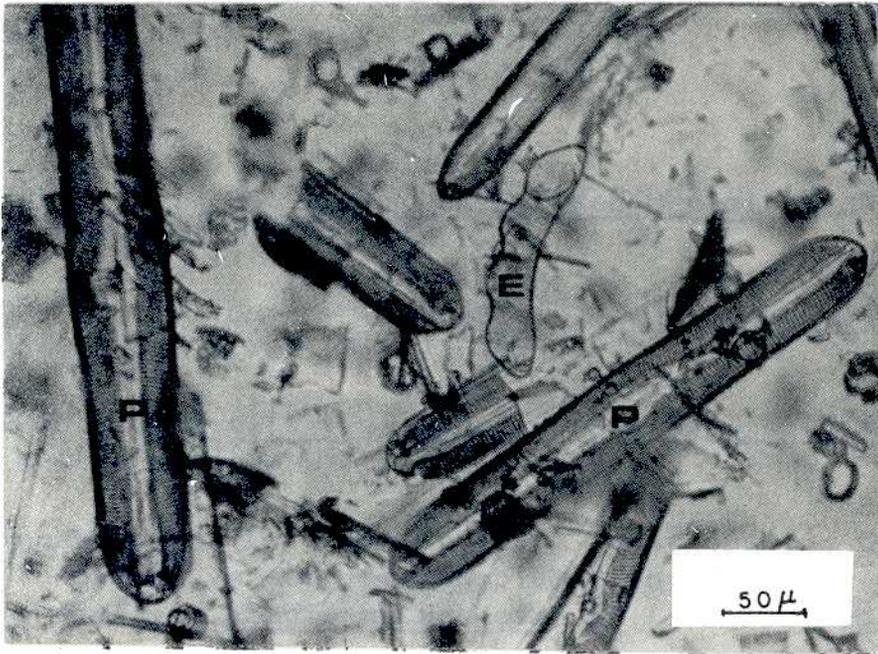


Figura 1 - Micrografia Ótica (Luz Transmitida) do Diatomito da Lagoa de Canavieira. Algumas espécies de Diatomáceas Presentes(II): P - Pinularia; E - Eúnotia.

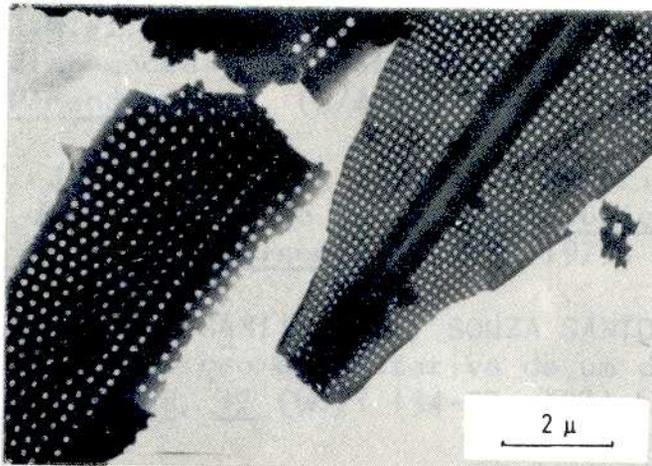


Figura 2 - Micrografia Eletrônica do Diatomito da Lagoa de Canavieira. Microscópio AEI, 80 KV, Transmissão. Espécie de Diatomácea Presente(II) : Frustulia.

BIBLIOGRAFIA

01. BERNER. Principles of chemical sedimentology. New York , McGraw-Hill, 1971. 159 p.
02. FLORKE, O.W. Opal - CT Crystals. Neus Jahrb. Mineral. Monatsschr. 8, p. 369-77, 1975.
03. FRONDEL C. Dana's systems of mineralogy; silica minerals. New York, John Wiley, 1962. V.3.
04. GREENWOOD, R. Cristobalite; its relationship to chert formation in selected samples - The deep sea drilling project. J. Sediment Petrol., 43 (3): 700-708, 1973.
05. INDUSTRIAL minerals and rocks. New York, AIME, 1975.
06. KINGERY, W.D. Introduction to ceramics. 2 ed. New York , John Wiley, 1975.
07. MACKENSIE, R.S. The differential thermal investigations of clays. London, Mineralogical Society, 1957. p. 292.
08. MOREIRA I.M.V. Contribuição do estudo das bacillaniphy ceal (diatomáceas) em diatomitos brasileiros. Acta Biol. Paranaense, 4, (3/4): 135-98, 1975.
09. SOBRINHO, J.A.; LUZ, A.B. Estudo de beneficiamento de minérios de diatomita do Ceará. Contribuição Técnica. Centro de Tecnologia Mineral, n. 09, 1979. 21 p.
10. SOUZA SANTOS, P.; SANTINI, P.; SOUZA SANTOS, H. Determinação da composição quantitativa de um diatomito da Bahia, Cerâmica, 17 (66): 154-57, 1971.
11. TRAWINSKI, H. The mathematical simulation of tromp cur ves. W. Germany, 1978.