# OBTENÇÃO DE FINOS DE VERMICULITA POR FLOTAÇÃO PARA UTILIZAÇÃO NA INDÚSTRIA CERÂMICA

# Silva, A.L.<sup>1</sup>; Valdiviezo, E.V<sup>2</sup>

 1 - Universidade Federal de Campina Grande, Departamento de Engenharia de Materiais Av Aprígio Veloso, 882 - Cidade Universitária.
CEP 58.109-970 Campina Grande – PB – Brasil,
E-mail: dea lopes@hotmail.com

2 - Universidade Federal de Campina Grande, Departamento de Mineração e Geologia

#### Resumo

Neste trabalho, foi estudada a flotabilidade da vermiculita empregando-se coletores: aniônico, catiônico e não iônico, assim como também foram avaliados a influência de alguns parâmetros físicos e guímicos no processo. O estudo foi efetuado através de microflotação, almejando a obtenção de subsídios que propiciem um melhor conhecimento da flotabilidade da vermiculita, matéria prima natural que pode ser utilizada no processamento cerâmico. Um potencial aproveitamento industrial, principalmente da fração "Microfina", se faz necessário, pois atualmente esta fração vem sendo descartada junto com a ganga nos processos industriais. Os resultados foram avaliados em termos de porcentagem em peso do material coletado na fração flutuada. Observou-se que as melhores condições foram obtidas na presença de oleato de sódio usado como coletor na concentração = 5x10<sup>-4</sup>M; granulometria da vermiculita (-0,3+ 0,1) mm; pH = 8,0-10,0; tempo de condicionamento = 6 min; e tempo de flotação = 2 min. Ensaios realizados com pré-tratamento das amostras na presença de NaOH 0,3 N, durante 90 min, revelaram uma flotabilidade em torno de 86,0 %, em relação à flotabilidade da vermiculita natural (não tratada) que foi em torno de 65,0 %.

Palavras Chave: Vermiculita, Flotação, Coletores.

# INTRODUÇÃO

A vermiculita desponta atualmente como um mineral de grande importância para a indústria nacional e de exportação. Dentre os minerais industriais, a vermiculita apresenta propriedades marcantes que a torna valiosa na indústria de construção civil, química e cerâmica, sua versatilidade de utilização tem atraído á atenção nos países do primeiro mundo que estão

desenvolvendo juntamente com laboratórios especializados novos produtos e opções de aplicativos. O problema que se apresenta para sua obtenção é que na maioria dos casos os finos gerados nas usinas são depositados junto com os rejeitos finais, o que acarreta uma perda significativa de produção. O processo físico de concentração para a vermiculita atrai pela simplicidade e baixo custo operacional, entretanto limita a recuperação de lamelas acima de 0,5 mm. Existe uma necessidade que está conduzindo a realização de estudos visando o desenvolvimento de novas tecnologias para a recuperação de finos, equipamentos mais sofisticados poderão ser usados embora aumente o custo operacional <sup>(1)</sup>.

A flotação é um processo de separação de minerais que poderia ser uma boa alternativa para a recuperação da vermiculita em granulometrias abaixo de 0,5 mm. Esse processo, é amplamente utilizado em escala industrial, devido a sua enorme versatilidade e eficiência, principalmente, na recuperação de partículas finas dos minerais, onde os processos físicos são em grande parte ou totalmente ineficientes <sup>(2)</sup>.

De todos os minerais ou argilominerais conhecidos, a vermiculita apresenta a maior capacidade de troca catiônica, em torno de 50 a 210 meq por 100 g do mineral seco. Essa alta capacidade, aumenta o poder de interação com reagentes químicos (coletores) e um alto grau de flotabilidade, quando se interage com o coletor apropriado <sup>(3)</sup>.

A vermiculita é utilizada de várias formas na indústria cerâmica, dentre elas como: material ao mesmo tempo refratário e isolante térmico, no teto de fornos, onde é utilizada na forma granular solta, como material de enchimento, que por sua vez é revestido com cimento da mesma, tijolos isolantes para temperaturas elevadas, aglomerados com argilas refratárias, para fabricação de esmaltes cerâmicos, onde estes são mais resistentes ao impacto e permitem a obtenção de coloração especiais <sup>(4)</sup>.

Este trabalho objetivou, o estudo da microflotação da vermiculita, para obtermos importantes subsídios que propiciem o aproveitamento de suas frações mais finas, para sua utilização principalmente na indústria cerâmica, bem como investigar a influência de algumas variáveis químicas e físicas de maior relevância, que influenciam neste processo. As variáveis estudadas foram: tipo de coletor, pré-tratamento superficial com sais orgânicos,

concentração do coletor, pH, tempo de condicionamento, tempo de flotação e diâmetro de partícula.

### **MATERIAIS E MÉTODOS**

As amostras de vermiculita utilizadas para a pesquisa foram fornecidas pela União Brasileira de Mineração UBM, localizada em Santa Luzia – PB, Brasil. O material foi cominuído em moinho vibratório, de porcelana, empregando-se como meio moedor, bolas de calcedônia, e o material foi classificado em peneiras da série Tyler, com diferentes aberturas, a seco, em seguida o material foi submetido á modificação química com sais. Foi efetuada deslamagem e secagem do material em uma estufa á 100 °C, e as amostra para os ensaios foram pesadas e acondicionadas em frações de 1,0 grama cada. A vermiculita natural foi submetida a deslamagem, com o objetivo da retirada das partículas mais finas, O material deslamado, foi secado em estufa a 80 °C e pesado.

Os coletores utilizados nos ensaios foram: Cloreto de Dodecilamina  $(C_{12}H_{25}\text{-NH}_3\text{Cl})$ , Éter estearílico (Brij-76)  $(C_{18}H_{37}\text{-}(OC_2H_4)_{10}\text{-}OH)$ , Octilfenol (Triton X-100)  $(C_8H_{17}\text{-}(C_6H_6)\text{-}(OC_2H_4)_{10}\text{-}OH)$ , Oleato de sódio  $(C_{17}H_{33}\text{-}CO_2Na)$ . O sistema utilizado para os ensaios de microflotação consistiu de um tubo de Hallimond modificado, um agitador magnético mecânico, uma bomba de vácuo e um rotâmetro para medir o fluxo de ar. A amostra mineral foi pesada (1grama), e nesta foi adicionada água bi — destilada em um volume de 100mL. O coletor foi adicionado com auxílio de pipetas e o pH foi ajustado com solução de ácido clorídrico ou hidróxido de sódio.

A solução (mineral/água/coletor) foi colocada no do tubo de Hallimond, e o condicionamento foi realizado durante 3 minutos. Em seguida a parte superior do tubo foi acoplada, complementado-se o volume com o restante da solução do Becker. O condicionamento foi completado em mais 3 minutos e em seguida o fluxo de ar foi liberado para o tubo, mantendo-se uma vazão constante de 60 mL.min<sup>-1</sup>, iniciando-se a cronometragem do tempo de flotação, foi padronizado inicialmente em 6 minutos. A flotação das partículas minerais ocorreu no contato com as bolhas de ar que são geradas

através de uma placa porosa acoplada há parte inferior do tubo de Hallimond. O flotado foi coletado na parte superior do tubo e o não flotado, na parte inferior. Tanto o flotado, como o não flotado, foram transferidos para béquer de 250 mL. Em seguida o material passa por filtração, secagem em estufa e pesagem.

#### Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras utilizadas para caracterização química e mineralógica foram de vermiculita em placas, uma fração granulométrica selecionada, que foi (–8+4) mm. A caracterização consistiu na identificação das espécies minerais da amostra, utilizando-se o microscópio eletrônico de varredura modelo Leica S440 acoplado com analisador de imagens e energia dispersiva de RaiosX (*EDS*) e detectores de elétrons secundários e retroespalhados, com feixe eletrônico de 20 kV e *WD* de 25 mm, sendo *WD* a distância de trabalho. As análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização Mineralógica do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCT), no Rio de Janeiro – RJ.

#### Fluorescência de Raios X (FRX)

A fluorescência de raio X (FRX), como técnica de análises quantitativa, foi usada para determinar a composição química elementar dos minerais empregados nos ensaios de adsorção. As análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização Mineralógica do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCT), no Rio de Janeiro - RJ.

#### RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Microscopia Eletrônica de Varredura

O estudo de microscopia eletrônica de varredura (MEV), realizado com a amostra de vermiculita natural, permitiu verificar que as placas do mineral, apresentavam-se, com diferenciados estados de intemperização, algumas com menor grau de alteração e superfícies mais limpas. Enquanto que a maior parte

delas, encontravam-se bastante alteradas, apresentando estruturas semelhantes a agregados (Figura 1). O processo e alteração ocorre na seguinte seqüência de transformação : mica (biotita ou flogopita) → vermiculita → esmectita. No caso da vermiculita de Santa Luzia, haveria simultaneamente as fases vermiculita pura, vermiculita associada com biotita, biotita pura, e vermiculita transformando-se para esmectita. As lamelas ou placas de vermiculita foram observadas em tamanhos de dimensões variadas, provavelmente devido à natureza friável do material.

Na Figura 1, observam-se detalhes da morfologia das placas, do lado direito da micrografia, placa assinalada com o número 1, apresenta superfície mais limpa e menos alterada em relação á placa assinalada com o número 2.

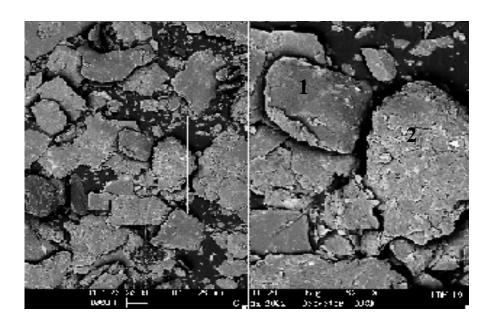


Figura1 - Micrografia mostrando detalhes morfológicos das lamelas de vermiculita usada nos ensaios.1: Placa de vermiculita com pouco estado de intemperização; 2: Placa de vermiculita fortemente intemperizada.

#### Fluorescência de Raios X

Os resultados de FRX obtidos com a amostra de vermiculita natural exibidos na tabela 1- mostraram a seguinte composição química:

Tabela 1 – Resultados da análise química por FRX, da amostra de vermiculita de Santa Luzia – PB.

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO %	CaO %	K <sub>2</sub> O %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	P.F. %	MnO %	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O	Total %
39,43	10,95	25,73	0,51	0,39	9,89	0,77	12,09	0,09	0,03	n.d.	99,88

n.d. = não detectado

Esses teores encontram-se dentre o intervalo de composição química estabelecidos para vermiculitas comerciais, de acordo com as normas citadas pela The Vermiculite association. As vermiculitas, em geral, apresentam uma grande variação na composição química, mesmo dentro de uma jazida ou ocorrência. Essa variação deve-se, entre outros fatores, ás diferenças na mineralização da vermiculita, alteração da mica biotita e o seu grau de intemperização (5).

Ensaios de Microflotação

#### Efeito do pH e do Tipo de Coletor.

A Figura 2 apresenta os resultados de microflotação de vermiculita, onde pode observa-se que: na ausência do coletor, e em toda a faixa de pH estudada, a flotabilidade do mineral é baixa, não excedendo 10%. Possivelmente, nessas condições experimentais a flotabilidade das partículas de vermiculita se deva, entre outros fatores ao arraste

hidrodinâmico. Com o coletor cloreto de dodecilamina (DDACI), foram obtidas flotabilidades menores do que 20%, em toda a faixa de pH estudada. Com Triton X-100 e com o Brij -76 as flotabilidades, em torno de 30%, foram melhores em comparação ás obtidas com o DDACI. O coletor utilizado na micro- flotação da vermiculita natural que apresentou melhor resultado em relação aos outros coletores foi o oleato de sódio, apresentando uma flotabilidade de até 60% em pH 10,0.

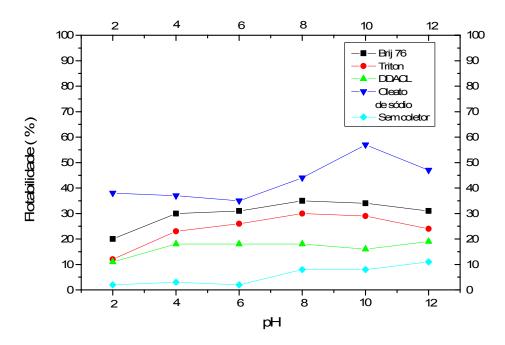


Figura 2- Efeito do pH sobre a flotabilidade da vermiculita natural, sem a presença do coletor e na presença de diversos tipos de coletores. Condições: Concentração do coletor: tempo de condicionamento 6 min, tempo de flotação: 4 min, granulometria: (-0,3 + 0,1) mm.

#### Efeito do Pré-tratamento Químico

Os resultados do pré-tratamento químico sobre a flotabilidade da vermiculita estão apresentados na Figura 3. Nessa figura, observa-se um marcado efeito do pré-tratamento com NaOH sobre a flotabilidade do mineral, em toda a faixa de pH estudada. Os melhores resultados foram verificados na faixa de pH entre 4,0 e 8,0, cuja flotabilidade foi em torno de 30 % maior, em relação ao mineral pré-tratado com HCI.

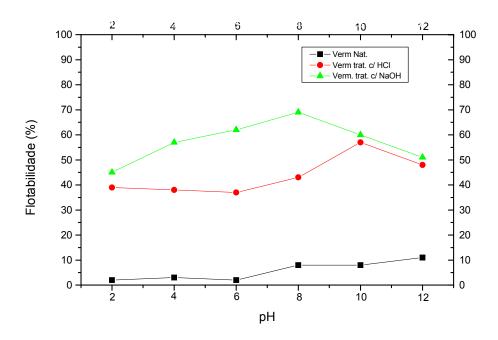


Figura 3 - Efeito do pH sobre a flotabilidade da vermiculita, sendo esta natural e pré- tratada com HCl 0,5 N durante 90 min e NaOH 0,5 N, durante 90 min , Coletor oleato de sódio, concentração 10<sup>-4</sup> M, tempo de condicionamento 6 min, tempo de flotação 4 min, granulometria (-0,3+0,1)mm.

#### Efeito da concentração do coletor

Ensaios de flotabilidade em função da concentração de oleato de sódio sobre vermiculita não tratada e pré-tratada foram realizados, em pH = 8,0, e os resultados estão apresentados na Figura 4. Nessa figura, foi observado um aumento da flotabilidade com o aumento da concentração de oleato de sódio. Para o mineral não tratado, a flotabilidade aumentou a partir de 5x10<sup>-5</sup> M de oleato de sódio. Enquanto que quando o mineral foi pré-tratado, a flotabilidade aumentou a partir de 10<sup>-5</sup> M, sendo esta em torno de 10 % maior em relação ao mineral não tratado. Na faixa de concentração estudada, a flotabilidade foi de mais de 90 % empregando-se uma concentração de 10<sup>-3</sup> M de oleato de sódio quando o mineral foi pré-tratado com NaOH. A pesar de que resultados melhores foram obtidos em 10<sup>-3</sup> M, esta concentração representaria uma alta dosagem de coletor. Por esta razão, na continuidade do trabalho, os ensaios foram efetuados empregando-se uma concentração de oleato de 5x10<sup>-4</sup> M.

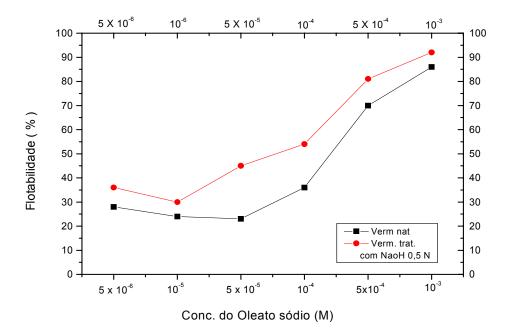


Figura 4. Efeito da concentração de oleato de sódio sobre a flotabilidade da vermiculita não tratada e pré-tratada com NaOH 0,5 M durante 90 min. pH = 8,0; tempo de condicionamento = 6 min, tempo de flotação = 4 min, granulometria (-0,3 + 0,1) mm.

#### Efeito da Granulometria

O efeito da granulometria sobre a flotabilidade da vermiculita não tratada e pré-tratada com NaOH 0,3N durante 90 min foi avaliado e os resultados estão apresentados na Figura 5.

. Os resultados mostraram uma variação da flotabilidade em função da granulometria do mineral. Conforme pode ser observado nessa figura, para o mineral não tratado e nas frações estudadas, a flotabilidade ficou em torno de 40,0 % a 50,0 % Para o mineral pré-tratado, uma melhor flotabilidade em torno de 95,0 % foi obtida com a fração (-0,3 + 0,1) mm. Enquanto que um decréscimo de flotabilidade foi verificada nas frações (-0,5 + 0,3) mm e (-0,1+ 0,053) mm. Ensaios realizados com granulometria maiores que 0,5 e menores que 0,053 mm mostraram uma diminuição significativa da flotabilidade.

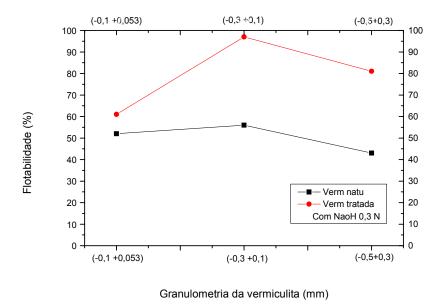


Figura 5. Efeito da granulometria sobre a flotabilidade de vermiculita não tratada e pré-tratada com NaOH 0,3 N durante 90 min. Concentração de oleato = 5x10<sup>-4</sup> M; pH = 8,0; tempo de condicionamento = 6 min, tempo de flotação: 4

#### Efeito do tempo de flotação

min.

Os resultados do efeito do tempo de flotação sobre a flotabilidade da vermiculita não tratada e pré-tratada com NaOH 0,3 N durante 90 min, encontram-se apresentados na Figura 6. Com o aumento do tempo de flotação, observou-se que, para a vermiculita não tratada houve um aumento na flotabilidade do mineral, até alcançar um valor estável acima de 2 min, que foi em torno de 65,0 %. Para a vermiculita tratada, em apenas 1 min de flotação a flotabilidade foi de mais de 80,0 % e permaneceu estável em toda a faixa de tempo estudada.

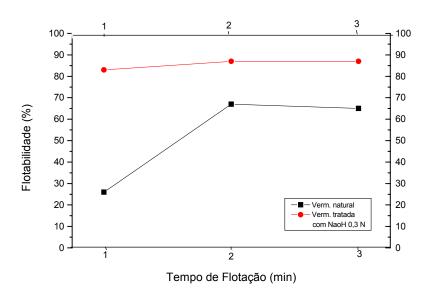


Figura 6 - Efeito do tempo de flotação sobre a flotabilidade da vermiculita não tratada e pré-tratada com NaOH 0,3 N durante 90 min. Concentração de oleato = 5x10<sup>-4</sup> M; pH = 8,0; tempo de condicionamento = 6 min.

## **CONCLUSÕES**

As placas possuem elevado grau de alteração, principalmente na sua superfície, e variação na composição química e mineralógica. A vermiculita foi identificada em placas ou partículas bem como compondo placas com interestratificações de vermiculita + biotita. A análise química por FRX, indicou que os teores dos elementos principais: SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO e H<sub>2</sub>O, estão dentro da faixa de valores atribuídos às vermiculitas comerciais.

Os ensaios de microflotação realizados em célula de Hallimond, ultilizando—se a vermiculita natural e pré-tratada com sais inorgânicos mostraram que as melhores condições foram obtidas na presença de oleato de sódio usado como coletor na concentração =  $5x10^{-4}$  M; granulometria da vermiculita (-0,3+01) mm; pH = 8,0-10,0; tempo de condicionamento = 6 min; tempo de flotação = 4 min. Por outro lado, ensaios realizados com pré-tratamento das amostras na presença de NaOH 0,3 N, durante 90 min, revelaram uma recuperação em torno de 86 %, em relação à flotabilidade da vermiculita natural (não tratada) que foi em torno de 63 %.

## REFERÊNCIAS

- REIS, E et al. Levantamento da situação e das carências tecnológicas dos minerais industriais brasileiros com enfoque na mineração de argila para cerâmica, barita, bentonita, caulim para carga, talco, agalmatolito e vermiculita. MCT – CGEE, 2001.
- FUERSTENAU, D.W. Flotation science engineering: Advances and challenges. Anais do XVI International Mineral Processing Congress. Ed. E. Forssberg, Elsevier Sci. Pub. 63-90, 1988.
- MAIA, D. F. Vermiculita modificada pela troca por cátions cromo (III): Síntese e atividade catalítica na decomposição do peróxido de hidrogênio. Dissertação de Mestrado. Engenharia Química, Universidade Federal da Paraíba, Campina Grande, Brasil, p.76,1995.
- ASSUNÇÃO, L. M. C. Estudo da expansão e caracterização de vermiculitas Nordestinas. Dissertação de Mestrado. Engenharia Química – Universidade Federal da Paraíba, Campina Grande.p11, 1985.
- 5. HIDMAM, J.R. Vermiculite.In: **Industrial Minerals and Rocks**, 6th Edition, D. D. Carr (Senior Editor), Society of Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Litleton, Colorado, p 1103-1111.; 1994.

# OBTAINING BY FLOTATION OF FINE OF VERMICULITE FOR USE IN CERAMIC INDUSTRY

#### ABSTRATC

In this work, we studied the flotability of vermiculite using anionic, cationic and non-ionic collectors. It were evaluated the influence of some physical and chemical parameters in the process. The study was conducted through Microflotation, aiming to obtain grants that provide a better understanding of the flotability vermiculite, a natural raw material that can be used in ceramic processing. A potential industrial use, of "Microfine" fraction is necessary due to the fraction of discarded of this material as on waste in industrial processes. The results were evaluated in terms of percentage of collected material in the float fraction. It was observed that the best conditions were obtained with sodium oleate as collector, in the of concentration:  $5x10^{-4}M$ ; size of vermiculite (-0.3 + 0.1) mm, pH 8.0-10,0, time of conditioning = 6 min and the flotation time 2 min. Pre-treatment testing of samples in the presence of 0.3 N NaOH for 90 min, revealed a flotability around 86.0% on the flotability of vermiculite natural (untreated) that was around 63, 0%.

Keywords: Vermiculite, Flotation, Collectors.