



**FACULDADE DE ENGENHARIA**

**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

**CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

**TRABALHO DE LICENCIATURA**

**Produção do Cloreto de Alumínio a partir de  
Rejeitos de Bauxite de Mina Alumina Lda para o  
Tratamento de Água**

**Autora:** Argentina Pedro Sumburane

Maputo, Outubro de 2022

UNIVERSIDADE EDUARDO MONDLANE  
FACULDADE DE ENGENHARIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA

TRABALHO DE LICENCIATURA

## **Produção do Cloreto de Alumínio a partir de Rejeitos de Bauxite de Mina Alumina Lda para o Tratamento de Água**

Trabalho de Licenciatura apresentado ao Departamento de Engenharia Química, da Faculdade de Engenharias da Universidade Eduardo Mondlane, em cumprimento dos requisitos para obtenção do grau de Licenciatura em Engenharia Química

**Autora:** Argentina Pedro Sumburane

**Supervisor:** Prof. Doutor António Cumbane, Eng

Maputo, Outubro de 2022

## **Declaração de Honra**

Declaro por minha honra que este trabalho de Licenciatura é de minha autoria e resulta da pesquisa bibliográfica. As experiências realizadas, o tratamento estatístico e interpretação dos resultados foi por mim efectuada.

Estudos de outros autores foram usados no presente trabalho e devidamente referenciados de acordo com a Norma do Depósito Legal de Trabalho de Culminação do curso que rege a Faculdade de Engenharia da Universidade Eduardo Mondlane.

---

(Argentina Pedro Sumburane)

Maputo, aos 12 de Outubro de 2022

## **Agradecimentos**

Em primeiro lugar, agradeço a Deus pelo amor, pela protecção e pelas oportunidades que me concedeu ao longo da vida.

Aos meus pais, Pedro e Argentina, pelo amor incondicional, apoio e confiança depositada em mim ao longo de minha formação pessoal e profissional.

Aos meus irmãos: Nércio, Ivan, Vanércia e Rosalina, pelo apoio incondicional, carinho em todos os momentos da minha vida e por existirem.

Aos meus tios, especialmente a Tia Maria, jamais serei capaz de retribuir todo carinho, amor, incentivo e motivação que recebi de vossa parte.

Meu especial agradecimento se endereça ao Prof Dr. Eng. António Cumbane, por acreditar no meu potencial, pela motivação e optimismo nos momentos em que os desafios inerentes ao trabalho tornavam caminhos mais difíceis.

Agradeço também aos técnicos dos laboratórios do *DEQUI*, pela assistência e apoios dados durante a execução do trabalho laboratorial.

A todos professores da faculdade de Engenharia, pela dedicação e aprendizado ao longo da minha formação.

Aos meus amigos, especialmente à Amira, Assimã, Camilo, Eduardo, Gércia João Moane, Honória, Racelina, Tomás Limeme e Vera agradeço por fazerem parte da minha jornada e a paciência que tiveram comigo ao longo deste tempo.

Aos meus colegas da turma de Engenharia Química 2017 pelo apoio e pelos desafios que sempre me colocaram, de forma a alcançar sucesso na formação e elaboração do presente projecto.

A todas as pessoas que de alguma forma fizeram parte do meu percurso, eu agradeço com todo meu coração.

*“Se você pudesse envolver cada pensamento com amor, se pudesse amar tudo e todos a sua vida seria transformada”*

Rhonda Byrne

## Resumo

O beneficiamento da bauxite gera enormes quantidades de resíduos. O armazenamento desse material causa sérios danos ambientais e necessita de extensa área para sua disposição. Desenvolver tecnologias que permitam a sua reutilização e reaproveitamento torna-se uma alternativa. No entanto estudos mostram que estes rejeitos ainda contêm aluminatos que podem ser reutilizados para extrair a gibbsita- o principal precursor dos diversos compostos de alumínio. O presente trabalho apresenta a utilização do rejeito de bauxite como matéria-prima para a síntese do cloreto de alumínio para o tratamento de água. Amostras de rejeitos de bauxite, da barragem de contenção de rejeitos da Mina Alumina, foram primeiramente sujeitas a classificação granulométrica e mineralógica, de seguida, as amostras foram digeridas com hidróxido de sódio para extrair os hidróxidos de alumínio contidos na bauxite, cuja concentração variava entre 2 a 4 M com temperaturas entre 60 a 100°C; após digestão fez-se a separação da lama vermelha do filtrado constituído principalmente por aluminato de sódio, seguidamente foi neutralizado com uma solução de ácido clorídrico, obtendo-se assim sólidos esbranquiçados ricos em gibbsita, estes foram dissolvidos em solução de ácido clorídrico para a obtenção do cloreto de alumínio, para o cristalizar aqueceu-se a solução obtida na dissolução até uma temperatura próximo de 100°C e por último, testou-se a eficiência do coagulante produzido no tratamento de água. Os resultados obtidos na microscopia e FRX mostraram que a fracção de 38  $\mu m$ , é a mais rica em gibbsita, a temperatura de 100°C, concentração de 2M da soda cáustica apresentaram um melhor rendimento na produção do cloreto de alumínio e aplicação deste no tratamento de água mostrou-se ser muito eficiente na remoção da turbidez da água tratada e provocando pequenas variações do pH na mesma.

**Palavras-Chave:** bauxite, digestão, hidróxido de alumínio, cloreto de alumínio, tratamento de água.

## Índice

Declaração de Honra .....	i
Agradecimentos .....	ii
Resumo.....	iv
Índice.....	v
Lista de Figuras.....	vii
Lista de Tabelas .....	viii
Lista de Abreviaturas, Siglas e Símbolos.....	ix
1. INTRODUÇÃO .....	1
1.1. Objectivos .....	2
1.1.1. Objectivo geral.....	2
1.1.2. Objectivos específicos.....	2
1.2. Justificativa .....	3
1.3. Metodologia.....	4
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1. Bauxite .....	5
2.1.1. Bauxite em Moçambique.....	7
2.1.1.1 Ocorrência da bauxite em Moçambique.....	7
2.1.1.2. Características da bauxite de Manica.....	9
2.2. Caracterização granulométrica .....	10
2.3. Etapas de produção do cloreto de alumínio a partir de bauxite.....	11
2.3.1. Obtenção do hidróxido de alumínio.....	11
2.3.2. Cloreto de alumínio.....	15
2.3.2.1 Propriedades físicas do cloreto de alumínio .....	16
2.3.2.2. Aplicação de cloreto de alumínio no tratamento de água .....	16
2.3.3. Eficiência do cloreto de alumínio no tratamento de água.....	17
2.4. Microscopia óptica.....	19
2.5. Espectrometria de fluorescência de raios-X(FRX).....	20
3. PARTE EXPERIMENTAL.....	23
3.1. Obtenção das amostras de bauxite.....	23
3.2. Planeamento dos ensaios.....	23

3.3. Caracterização das amostras.....	24
3.4. Síntese do cloreto de alumínio.....	25
3.5. Principais etapas da síntese do cloreto de alumínio.....	26
3.5.1. Digestão.....	26
3.5.2. Separação da lama vermelha .....	28
3.5.3. Precipitação, separação e lavagem do hidróxido de alumínio.....	28
3.5.4. Obtenção do cloreto de alumínio.....	29
3.6. Aplicação do cloreto de alumínio produzido no tratamento de água .....	30
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	32
4.1. Caracterização granulométrica da bauxite.....	32
4.2. Microscopia Óptica.....	33
4.3. Espectrometria de fluorescência de raios-X .....	34
4.4. Síntese do cloreto de alumínio.....	35
4.4.1. Qualidade do cloreto alumínio produzido.....	36
4.5. Teste de eficiência do cloreto de alumínio produzido.....	38
4.5.1. Turbidez.....	39
4.5.2. Concentração de sólidos dissolvidos.....	40
4.5.3. pH .....	42
5. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES .....	44
5.1. Conclusões.....	44
5.2. Recomendações.....	45
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	46
ANEXOS.....	50



## Lista de Figuras

Figura 1	Rocha bauxite .....	5			
Figura 2	Localização no mapa dos depósitos de bauxite no distrito de Penhalonga .....	8			
Figura 3	Fases cristalinas da bauxite de Penhalonga .....	9			
Figura 4	Curva característica de distribuição de partículas .....	11			
Figura 5	Processo Bayer para a produção do hidróxido de alumínio .....	13			
Figura 6	Cloreto de alumínio .....	16			
Figura	7	Microscópio	óptico	Fonte:	
				( <a href="https://dnaeoutrascoisas.wordpress.com/descricao-basica-de-um-microscopio/">https://dnaeoutrascoisas.wordpress.com/descricao-basica-de-um-microscopio/</a> ) .....	19
Figura 8	Bacia de retenção dos rejeitos .....	23			
Figura 9	:Diagrama de fluxo de síntese do cloreto de alumínio (Adaptado) .....	26			
Figura 10	Digestão alcalina da bauxite .....	27			
Figura 11	a) Separação da lama vermelha b) filtrado obtido c) resíduo obtido .....	28			
Figura 12	a) Precipitação do hidróxido de alumínio. b) filtrado obtido c) Hidróxido de alumínio .....	29			
Figura 13	a) Dissolução da gibbsita; b) banho de gelo da solução; c) cristais e solução ácida obtidos; d)filtrado obtido após a separação por filtração; e)cristais de cloreto de alumínio obtidos após a separação por filtração. ....	30			
Figura 14	Equipamentos usados no teste de eficiência do cloreto de alumínio a) copode precipitação para o teste de jarros; b) medição da turbidiz ; c) medição da concentração de STD; d) medição do pH. ....	31			
Figura 15	Imagens obtidas a partir do miscroscópio .....	34			
Figura 16	Espectros no infravermelho de uma amostra do cloreto de alumínio produzido preparada em pastilha de KBr .....	38			

## Lista de Tabelas

Tabela 1 : Aplicação da bauxite em função de sua composição .....	6
Tabela 2 : Propriedades dos minerais majoritários encontrados em bauxitas .....	7
Tabela 3 Composição química da bauxite de Penhalonga .....	10
Tabela 4 Propriedades físicas e químicas do hidróxido de alumínio.....	12
Tabela 5 : Condições de digestão da bauxita em plantas comerciais .....	14
Tabela 6 Variáveis de controle e seus níveis .....	24
Tabela 7 Lista de materiais, reagentes e equipamentos .....	25
Tabela 8 Dados da granulometria .....	32
Tabela 9 Composição química da bauxite de Penhalonga e seu resíduo obtido pelo processo Bayer .....	35
Tabela 10 Plano de ensaios.....	36
Tabela 11 Propriedades da água antes da adição dos coagulantes.....	39
Tabela 12 Resultados de TDS obtidos no ensaio em branco .....	41
Tabela 13 Resultados do pH obtidos após a adição dos coagulantes .....	43

## Lista de Abreviaturas, Siglas e Símbolos

Ad	Adimensional
$\text{AlCl}_3$	Cloreto de alumínio
$\text{Al(OH)}_3$	Hidróxido de alumínio
$\gamma\text{-AlO(OH)}$	Boehmita
$\alpha\text{-AlO(OH)}$	Diaspóro
$\text{CaCO}_3$	Carbonato de cálcio
HCl	Ácido clorídrico
NaOH	Hidróxido de sódio
KOH	Hidróxido de potássio
DEQUI	Departamento de Engenharia Química
FRX	Fluorescência dos Raios-X
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier
M	Concentração molar
pH	Potencial hidrogeniônico
V	Volume
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
%	Porcentagem

## 1. INTRODUÇÃO

A bauxite é o minério de importância industrial para obtenção do alumínio metálico e de muitos compostos de alumínio (Constantino, 2002). Durante as etapas de beneficiamento da bauxite são geradas grandes quantidades de resíduos, e que, geralmente são descartados. No entanto, as indústrias não estão preocupadas em apenas produzir, mas também têm buscado alternativas para mitigar os impactos causados pela exploração mineira, uma vez que esta gera grandes quantidades de resíduos.

Por isso, o reaproveitamento desses resíduos que ainda contém aluminatos evitaria o descarte inadequado de íons de alumínio que geralmente causam danos a saúde humana e ao meio ambiente e além disso minimizaria a necessidade de extração de mais recursos minerais como a bauxite.

Neste contexto, o trabalho foi realizado com o objectivo de reutilizar e agregar valor aos rejeitos de bauxite, produzindo cloreto de alumínio; que actualmente o seu consumo industrial têm aumentado cada vez mais com o avanço tecnológico e científico e também como forma de reaproveitar os rejeitos de bauxite descartados após o beneficiamento da mesma.

No capítulo 1 estão descritos os objectivos deste trabalho, a metodologia empregada com vista a alcançar os mesmos e a justificativa. O capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica sobre os principais conceitos relacionados à matéria-prima bauxite; composição do minério, ocorrência da bauxite no nosso país, caracterização do cloreto de alumínio e as técnicas usadas para a caracterização. Os procedimentos experimentais envolvidos na pesquisa estão descritos no capítulo 3 e os resultados e suas discussões foram apresentados no capítulo 4. O capítulo 5 aborda as conclusões obtidas e as propostas para trabalhos futuros. No capítulo 6, estão listadas as referências bibliográficas utilizadas na realização deste trabalho de pesquisa.

## **1.1. Objectivos**

### **1.1.1. Objectivo geral**

Este trabalho tem como objectivo geral produzir o cloreto de alumínio a partir dos rejeitos de bauxite da Mina Alumina Lda.

### **1.1.2. Objectivos específicos**

Como objectivos específicos podem ser citados:

- ✓ Efectuar a caracterização granulométrica e mineralógica das amostras de bauxite;
- ✓ Sintetizar o hidróxido de alumínio aplicando o processo de Bayer;
- ✓ Avaliar a eficiência do cloreto de alumínio produzido no tratamento da água;
- ✓ Comparar o efeito do cloreto de alumínio no tratamento de água com outros coagulantes químicos.

## 1.2. Justificativa

A Mina Alumina Limitada é uma empresa mineira que encontra-se a explorar bauxite na Serra de Penhalonga, nesta são realizadas operações de lavra (*strip mining*), concentração gravítica e secagem da bauxite. Durante as etapas de beneficiamento da bauxite são geradas grandes quantidades de resíduos que geralmente são depositados em barragens de contenção. Segundo Ebicha (2018), uma das barragens de contenção foi abandonada em 2018 por estar cheia. Dai que é necessário buscar alternativas para mitigar os impactos causados pela exploração mineira.

Este rejeito ainda contém aluminatos, que podem ser reaproveitados para recuperar gibbsita, que é o precursor dos diversos compostos de alumínio, uma vez que a bauxita é a principal matéria-prima usada na produção de alumínio e de materiais cerâmicos.

Moçambique é um dos principais países de processamento de alumina para a obtenção de alumínio em África devido a presença da segunda maior fábrica de processamento de alumina- MOZAL, que só no ano financeiro de 2016/17 produziu um total de 271 000 (duzentos e setenta e um mil) toneladas de alumínio e, este valor representa um aumento de 2% em relação ao ano de 2015 (Marcos, 2017).

O presente projecto visa o aproveitamento e recuperação de aluminatos ainda presentes no rejeito de tal forma que proporcione um aumento de vida útil da barragem e agregar valor aos mesmos produzindo produtos de alto valor. Portanto, este tema foi escolhido com a possibilidade de aproveitamento da bauxita a nível da indústria nacional como matéria-prima para produzir cloreto de alumínio, que eventualmente pode ser usado no tratamento de água.

### **1.3. Metodologia**

Para a elaboração do presente trabalho seguiu-se a seguinte metodologia:

#### **i. Pesquisa Bibliográfica**

A pesquisa bibliográfica consistiu na sistematização de informações obtidas em livros, artigos científicos, dissertações de mestrado e entre outros.

#### **ii. Realização de Ensaio laboratoriais**

Os ensaios laboratoriais consistiram em duas partes principais: a síntese do cloreto de alumínio e teste de eficiência do mesmo no tratamento de água. Estes ensaios foram realizados no DEQUI, em que inicialmente fez-se a caracterização granulométrica das amostras e caracterização mineralógica através de microscopia. Após esta caracterização, foi realizada a síntese do cloreto de alumínio, e por fim o teste de eficiência no tratamento de água. O teste de fluorescência de raios-X foi efectuado no Departamento de Química, Faculdade de Ciências.

#### **iii. Elaboração do Relatório**

Consistiu na sistematização de informações adquiridas na pesquisa bibliográfica e emprego destas, como base de análise e discussão dos resultados obtidos na parte experimental.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Bauxite

A rocha bauxita (ou bauxito) é a principal matéria-prima utilizada na indústria do alumínio, sendo cerca de 95% da produção mundial dessa rocha são aplicados à produção de alumina (Arenare,2008). A bauxita foi descoberta em 1821 pelo francês M. Berthier, na localidade de Les Baux, no sul da França. Segundo Sampaio *et al* 2005, a bauxite trata-se de uma rocha de coloração avermelhada, rica em alumínio, com mais de 40% de alumina ( $Al_2O_3$ ), como mostra a figura 1.



Figura 1 Rocha bauxite

Fonte: <https://pt.dreamstime.com>)

A rocha bauxita compõe-se de uma mistura impura de minerais de alumínio e os mais importantes são gibbsita  $Al(OH)_3$ , diásporo  $\alpha - AlO(OH)$  e boehmita  $\gamma - AlO(OH)$ . Esses minerais são conhecidos como oxi-hidróxidos de alumínio e, suas proporções na rocha, variam muito entre os depósitos, bem como o tipo e a quantidade das impurezas do minério, tais como: óxidos de ferro, argila, sílica, dióxido de titânio, entre outras. De acordo com Sampaio *et al* 2005, a maioria das bauxitas, economicamente aproveitáveis, possuem um conteúdo de alumina ( $Al_2O_3$ ) entre 50 e 55% e o teor mínimo para que ela seja aproveitável é da ordem de 30%.

As quantidades de impurezas presentes na bauxite variam com a região de origem, causando alterações no aspecto físico do minério que pode variar de um sólido castanho avermelhado escuro ferruginoso até um sólido de cor creme, duro e cristalino. A cor e a composição do sólido podem variar em um mesmo depósito de bauxite. A



proporção dos óxidos de ferro determina a cor da bauxita; a bauxita branca possui 2 a 4% de minerais de ferro, ao passo que avermelhada pode conter até 25% (Sampaio *et al* 2008).

A aplicação industrial do mineral é em função da composição da bauxite, principalmente devido ao teor da alumina e a tabela 1 mostra a aplicação em função da composição dos principais minerais.

**Tabela 1:** Aplicação da bauxite em função de sua composição

Composição (%)	Metalúrgica	Refractária	Cimentos	Ind. Química	Abrasivos
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	45 a 55	Min 85	45 a 55	40 a 60	80 a 88
SiO <sub>2</sub>	0 a 15	Máx.11	Máx 6	5 a 18	Máx 5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5 a 30	Máx. 2,5	20 a 30	Máx 4	2 a 5
TiO <sub>2</sub>	0 a 6	Máx. 3,5	2 a 4	0 a 6	2 a 5

(Fonte: Arenare,2008)

Os produtos mais importantes obtidos com base na bauxita de grau químico são: sulfatos, cloretos e fluoretos de alumínio, aluminato de sódio e acetato de alumínio (Sampaio, 2005).

Em termos de aplicação industrial deste mineral classifica-se em dois tipos, a seguir:

- ✓ Bauxita metalúrgica; que é usada na produção do alumínio metálico e contém elevadas proporções de gibbsita.
- ✓ Bauxita não metalúrgica é empregada em diversas áreas da indústria, como refractários, abrasivos, cimentos, indústria química e outros. Apresenta maior proporção de diásporo.

De acordo com informações do *International Aluminium Institute* (IAI), citada por Arenare(2008), a maior parte das reservas do mundo encontra-se localizada em regiões tropicais e subtropicais, principalmente em três tipos de climas, que são Tropical (57%), o Mediterrâneo (33%) e o Subtropical (10%). As principais reservas mundiais de bauxite, que perfazem aproximadamente 75 bilhões de toneladas, são encontradas na América do Sul (33%), África (27%), Ásia (17%) e Oceânia (13%),

sendo que as três maiores se localizam na Guiné, no Brasil e na Austrália. Estima-se que a reserva total deve ser suficiente para atender a demanda de alumínio nos mercados globais pelos próximos 250 a 300 anos.

Cerca de 85 a 95% da produção mundial da bauxita é usada na obtenção da alumina ( $Al_2O_3$ ) que é destinada à indústria do alumínio metálico. Os 10 a 15% restantes têm ampla aplicação industrial para a manufatura de materiais refractários, abrasivos, produtos químicos, cimento com alto teor de alumina e outros (Constantino et al 2002).

As principais características dos minerais majoritários presentes na bauxite são apresentadas na tabela 2; onde é possível observar que a maior parte destes pertencem à classe dos óxidos e hidróxidos, sendo a estrutura em camadas uma característica desses minerais.

**Tabela 2** : Propriedades dos minerais majoritários encontrados em bauxitas

Elementos	Mineral	Composição química	Densidade	Dureza	Sistema cristalino
Alumínio	Gibbsita	$Al(OH)_3$	2,3-2.4	2.5-3.5	Monoclínico
	Boehmita	$\gamma-AlOOH$	2.9-3.0	3.5-4.0	Ortorrômbico
	Diasporo	$\alpha-AlOOH$	3.35-3.45	6.5-7	Ortorrômbico
Silício	Caulinita/Halloysita	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$	2,6-2,65	2-2,5	Monoclínico
	Quartzo	$SiO_2$	2,65	7	Trigonal
Ferro	Hematita	$Fe_2O$	5,26	5,5-6,5	Trigonal
	Goethita	$FeOOH$	4,37	5-5,	Ortorrômbico
	Goethita Aluminosa	(Fe, $Al)_2O_3.H_2O$	-	-	-
Titânio	Rutilo	$TiO_2$	4,18-4,25	6-6,5	Tetragonal
	Anatásio	$TiO_2$	3,9	5,5-	Tetragonal

(Fonte: Arenare,2008)

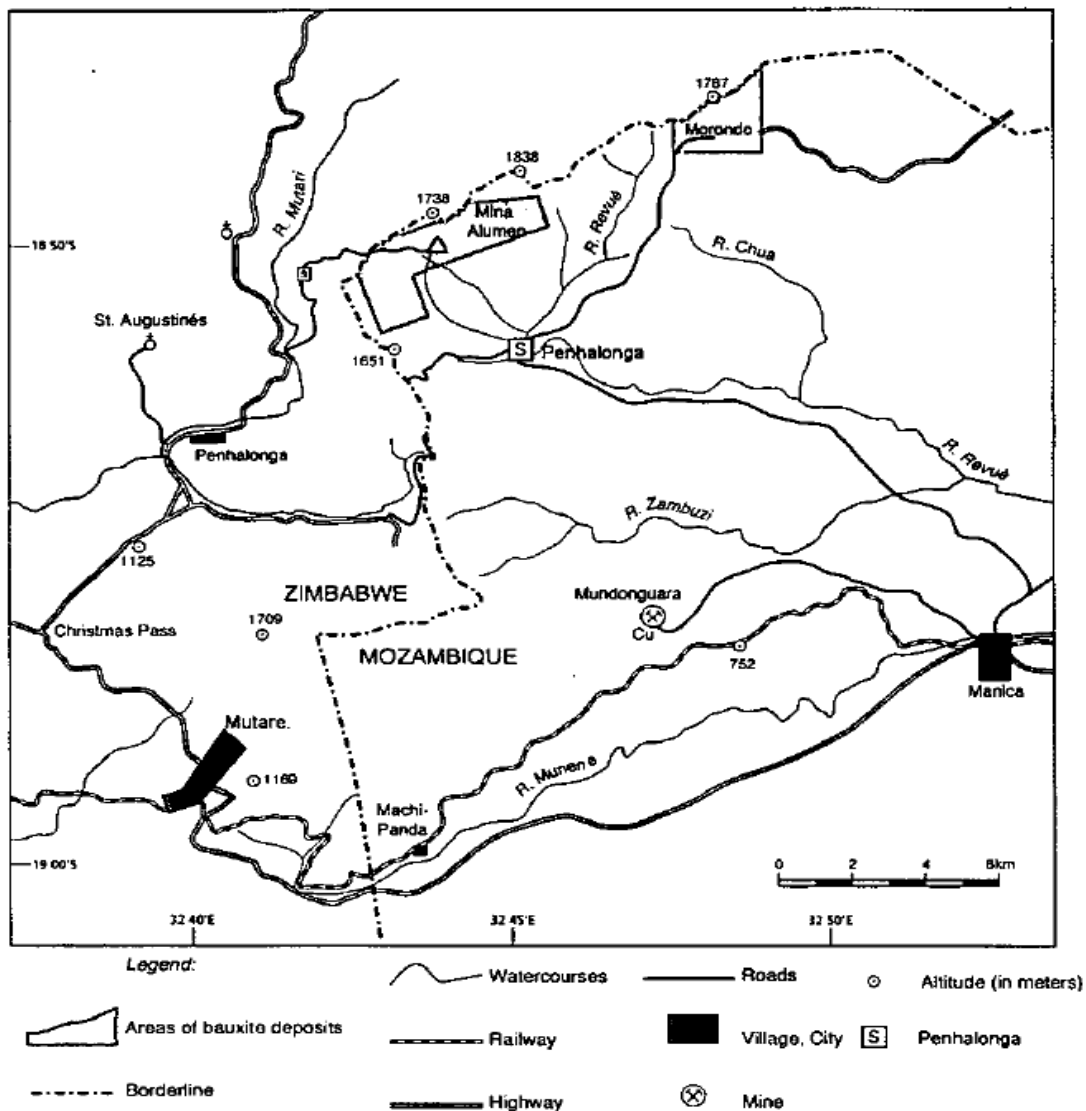
## 2.1.1. Bauxite em Moçambique

### 2.1.1.1 Ocorrência da bauxite em Moçambique

A bauxite tem maior ocorrência nas zonas centro e norte do país, com maior incidência na Província de Manica, na Serra Penhalonga e Província da Zambézia no distrito de Milange. Segundo Ebicha (2018), Penhalonga é a área que contém bauxites

economicamente exploráveis no território moçambicano, e são comercialmente exploradas para a indústria química e para a produção de sulfato de alumínio.

Geograficamente, a mina, localiza-se na Serra Penhalonga, Posto Administrativo de Machipanda, Distrito de Manica, Província de Manica e encontra-se a uma altitude que varia de 800 m a 1200 m. O jazigo encontra-se ao longo da zona fronteiriça entre Moçambique e Zimbabwe na margem norte do Grupo de Manica (Ebicha,2018).

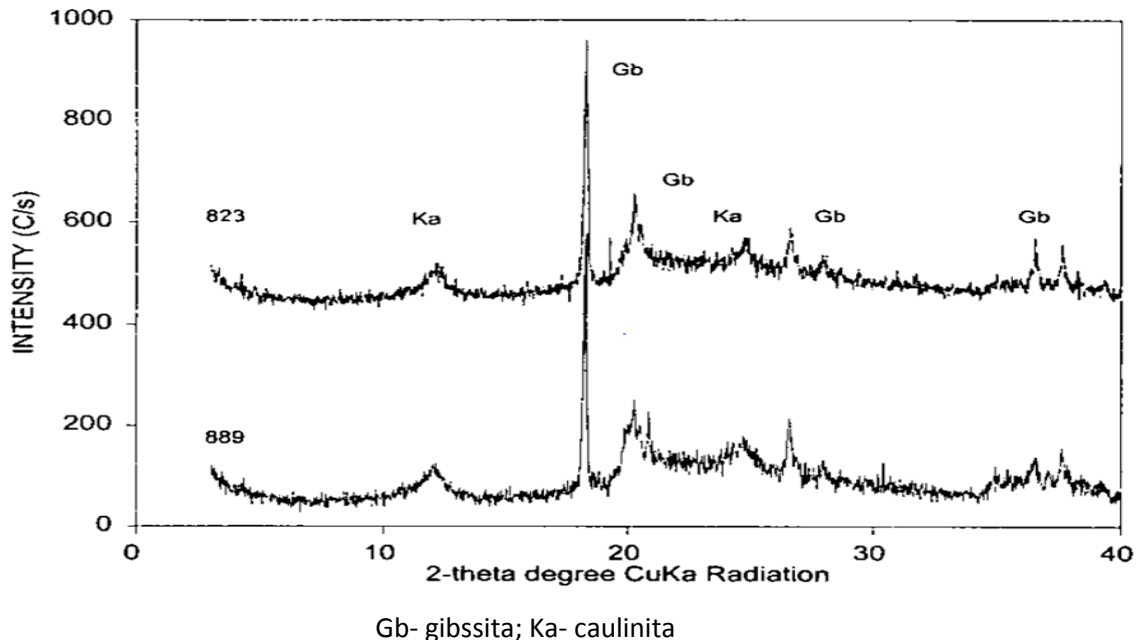


**Figura 2** Localização no mapa dos depósitos de bauxite no distrito de Penhalonga

Fonte: (Muchangos, 2000)

### 2.1.1.2. Características da bauxite de Manica

A bauxite de Manica apresenta como componentes maioritários a gibbsita e a caulinita (Muchangos, 2000). As principais fases cristalinas da bauxite de Penhalonga são a gibbsita-  $Al(OH)_3$  e caulinita- $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ , esta constatação foi efectuada através de ensaios de difracção de raio-x, como mostra a figura 3.



**Figura 3** Fases cristalinas da bauxite de Penhalonga

Fonte: (Muchangos, 2000).

As propriedades físicas e a composição química da bauxite da mina de Penhalonga apresentam variações em função do local de colecta da amostra, de acordo com a tabela 3, sendo que, tipo A e D apresentam coloração branca e tipo B e C apresentam coloração castanha. A partir da tabela 3 é possível observar de forma clara as diferenças em termos de composição da bauxite branca e castanha, sendo que, a bauxite branca apresenta elevado teor de alumina e baixo teor de óxido de ferro e a bauxite castanha, em contrapartida, apresenta baixo teor de alumina e alto teor de ferro, relativamente. As designações A, B, C e D identificam diferentes pontos de colecta de amostras.

**Tabela 3** Composição química da bauxite de Penhalonga

<b>Óxido (%)</b>	<b>Tipo A</b>	<b>Tipo B</b>	<b>Tipo C</b>	<b>Tipo D</b>	<b>Argila caolinítica</b>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	58.43	49.65	44.02	57.16	39.60
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.55	13.81	17.78	0.64	0.91
TiO <sub>2</sub>	0.27	0.84	3.07	0.00	0.01
SiO <sub>2</sub>	9.00	9.19	9.92	16.92	43.90
L.O.I.	28.62	23.96	24.12	24.05	15.00
Na <sub>2</sub> O	0.04	0.04	0.07	0.11	0.09
K <sub>2</sub> O	1.65	1.20	0.10	0.58	0.19
CaO	0.02	0.08	0.00	0.03	0.00
MgO	0.27	0.09	0.00	0.00	0.00
P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.01	0.04	0.21	0.02	0.00
MnO	0.06	0.03	0.07	0.06	0.02
<b>Total</b>	<b>99.92</b>	<b>98.93</b>	<b>99.36</b>	<b>99.57</b>	<b>99.72</b>

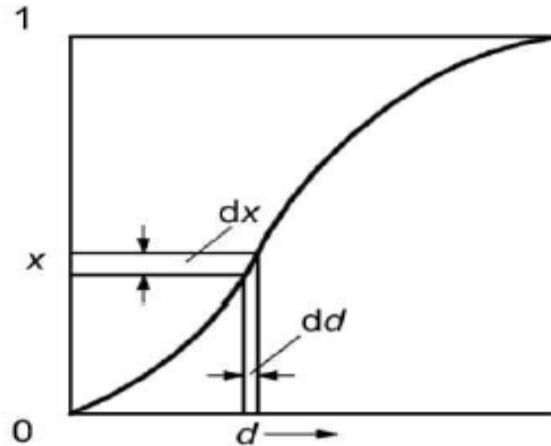
(Fonte: Ebicha,2018)

## 2.2. Caracterização granulométrica

A análise granulométrica é uma sequência de procedimentos de ensaios normatizados que visam a separação de um material em duas ou mais classes, estando estas limitadas uma superior e outra inferiormente com o objectivo de determinar a distribuição granulométrica de uma determinada amostra (Alves, 2021).

A determinação das faixas de tamanho das partículas é feita por meio de uma série de aberturas de peneiros que mantêm entre si uma relação constante. Organizam-se os peneiros em ordem decrescentes de abertura e faz-se passar a amostra por estes em malha quadrangular ou circular, cujas unidades podem ser em *mm* ou *μm*, em seguida, mede-se a massa retida em cada crivo com o objectivo de construir a curva de diâmetro das partículas.

A distribuição de tamanho das partículas (DTP), pode ser representada pela curva cumulativa, em que, a proporção da partícula de tamanho (*X*), menores que partículas de tamanho (*d*), são representadas em função de tamanho (*d*).



**Figura 4** Curva característica de distribuição de partículas

Fonte: (Coulson e Richardson's, 2002)

A distribuição de tamanho das partículas, pode também ser interpretada pelo traçado da curva de frequência ou diferencial, em que, traça-se pequenos declives da curva acumulativa  $\left(\frac{dx}{dd}\right)$  e traça-se o gráfico em função de tamanho das partículas.

### 2.3. Etapas de produção do cloreto de alumínio a partir de bauxite

A produção do cloreto de alumínio envolve duas principais etapas que são:

1. Obtenção do hidróxido de alumínio;
2. Obtenção do cloreto de alumínio.

#### 2.3.1. Obtenção do hidróxido de alumínio

O hidróxido de alumínio é um composto inorgânico com a fórmula química  $Al(OH)_3$ . Ao contrário de outros hidróxidos metálicos, é um anfotérico, capaz de reagir ou se comportar como um ácido ou uma base, dependendo do meio.

O hidróxido de alumínio é um composto químico estável nas condições ambientais padrão com as seguintes propriedades:

**Tabela 4** Propriedades físicas e químicas do hidróxido de alumínio

Propriedade	Característica
Estado	Sólido
Cor	Branco
Odor	Inodoro
Densidade	2.35 g/cm <sup>3</sup> a 20 °C
Solubilidade em água	-0.0015 g/l

(Fonte: Perry & Green)

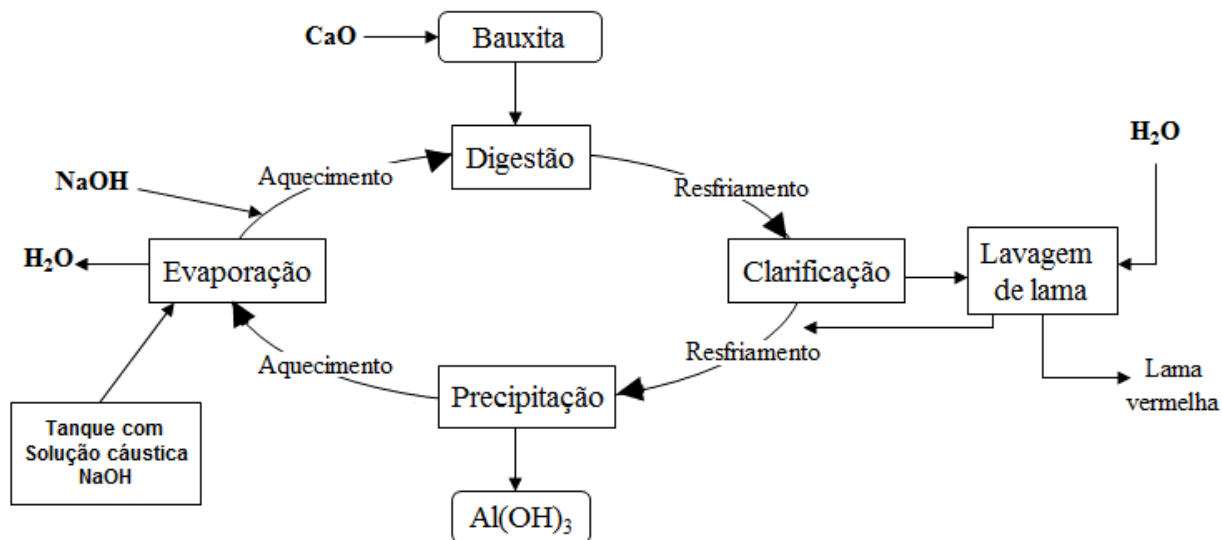
A ampla maioria dos hidróxidos de alumínio é derivada do minério de bauxita. Mais de 90% do hidróxido de alumínio produzido no mundo usando o processo Bayer é convertido em alumina e usado na indústria do alumínio metálico, mas o  $Al(OH)_3$  também tem aplicação directa nas indústrias de papel, tintas, vidros, cerâmicas, produtos farmacêuticos e cremes dentais. Grande parte é destinada à manufactura de produtos químicos, particularmente de zeolitas, cloreto de alumínio, sulfato de alumínio, fluoreto de alumínio, nitrato de alumínio, poli (cloreto de alumínio), aluminato de sódio, catalisadores e pigmentos a base de titânio.

A rota comercial mais importante para a purificação da bauxita é o processo Bayer, que é utilizado para a manufactura de hidróxido (Constantino et al 2002).

### **Processo Bayer**

A primeira etapa na produção do cloreto de alumínio é a extracção das impurezas do minério de bauxita usando o processo Bayer, que é um processo químico desenvolvido e patenteado em 1888 pelo químico austríaco Karl Joseph Bayer, tendo por base a elevada solubilidade dos minerais portadores de alumínio em solução de soda cáustica.

O processo Bayer é cíclico e envolve diversos processos e operações unitários. As principais etapas são: digestão, separação da lama vermelha, cristalização do hidróxido de alumínio e calcinação. A figura 5 mostra o processo Bayer até a obtenção do hidróxido de alumínio.



**Figura 5** Processo Bayer para a produção do hidróxido de alumínio

Fonte: (Alves,2017)

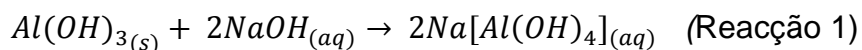
Segundo Constantino *et al* 2002, no processo Bayer é explorada uma importante propriedade química comum à gibbsita, à boehmita e ao diaspóro: esses compostos dissolvem-se em solução de soda cáustica, NaOH, sob condições moderadas de pressão e temperatura, diferentemente da maioria dos demais constituintes da bauxita. Nestas condições, a bauxita dissolve-se formando uma solução de aluminato de sódio  $Na[Al(OH)_4]$ , enquanto as impurezas permanecem na fase sólida e são conhecidas como “lama vermelha”.

Os principais objectivos da digestão são:

- ✓ Solubilizar o máximo possível a alumina tri-hidratada contida na bauxita, formando o aluminato de sódio;
- ✓ Remover a sílica reactiva da pasta de bauxita, formando o DSP, que é um composto insolúvel;
- ✓ Remover o fosfato através da reacção com leite de cal ou carbonato de cálcio.

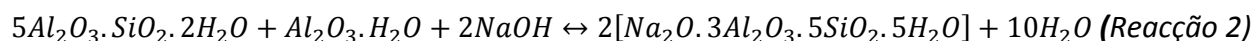
As reacções básicas que ocorrem no processo de digestão são:

Para a gibbsita





Para os argilominerais (caulinita):



A caulinita é prontamente atacada pela soda cáustica formando silicato de sódio que, por sua vez, reage com a solução de aluminato de sódio, para formar um composto insolúvel denominada sodalita ( $2Na_2O \cdot 3Al_2O_3 \cdot 5SiO_2 \cdot 5H_2O$ ), o qual é descartado no processo com a lama vermelha, resultando na perda de soda cáustica e de alumina. Os minerais de ferro, hematita e goethita, são ambos inertes nas condições do processo. Os minerais portadores de titânio (anatásio e rutilo) são inertes no processo a baixas temperaturas. Se o processo for a altas temperaturas, o anatásio é atacado na digestão e reage com a bohemita, impedindo sua completa extracção. O rutilo permanece inerte (Arenare, 2008).

As condições experimentais da etapa de digestão podem variar muito e um dos aspectos a ser considerado é a natureza do composto que contém alumínio, pois, a gibbsita, apresenta maior solubilidade em solução de soda cáustica do que as outras duas formas polimórficas. A tabela 5 mostra as condições de digestão da bauxita em plantas comerciais.

**Tabela 5:** Condições de digestão da bauxita em plantas comerciais

Composição da bauxita	Temperatura [K]	NaOH (g/l)
Gibbsita	380	260
	415	105-145
Boehmita	470	150-250
	510	105-145
Diaspóro	535	50-250

(Fonte: Constantino et al, 2002)

Segundo Constantino et al 2002, a adição de CaO, na etapa de digestão, tem como principal objetivo promover a diminuição, por precipitação, de iões carbonato e fosfato dissolvidos no meio.

A etapa seguinte, denominada *clarificação*, consiste na separação do resíduo sólido rico em óxido de ferro e sílica (lama vermelha) da solução de aluminato de sódio,  $\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$ . Após esta separação faz-se o resfriamento da solução com a finalidade de precipitar o hidróxido de alumínio; este processo é acelerado pela adição de sementes de cristalização constituídas por hidróxido de alumínio.

Segundo Constantino et al, 2002, a precipitação pode também ser efectuada pela neutralização da solução alcalina de aluminato de sódio, obtendo-se o precipitado de hidróxido de alumínio no pH que varia de 7 a 8, aproveitando-se das propriedades anfotéricas do hidróxido de alumínio.

A reacção durante a precipitação do hidróxido de alumínio por neutralização com ácido clorídrico é a seguinte:



### 2.3.2. Cloreto de alumínio

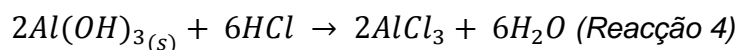
O cloreto de alumínio é um composto inorgânico encontrado na forma anidra ou hidratada. É uma substância higroscópica, possuindo alta afinidade pela água, que penetra na estrutura do cloreto de alumínio gerando a forma hexahidratada  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Garret, 2012).

As soluções aquosas de  $\text{AlCl}_3$  são iónicas e, portanto, conduzem bem a corrente eléctrica. Além disso, são ácidas, devido a formação de HCl. Ao reagir o  $\text{AlCl}_3$  com hidróxido de sódio, é formado um precipitado de cor branca (hidróxido de alumínio).

O cloreto de alumínio pode actuar como um ácido de Lewis, cedendo electrões. O ião cloreto é polarizado pelo ião alumínio que possui uma certa percentagem de carácter covalente e iónico.

O cloreto de alumínio é produzido industrialmente, efectuando a passagem de cloreto de hidrogénio ou cloro sobre alumínio quente, ou fazendo passar cloro sobre óxido de alumínio aquecido e carbono.

O cloreto de alumínio também pode ser obtido pela reacção de neutralização entre o hidróxido de alumínio e o ácido clorídrico mediante a reacção química abaixo:



### 2.3.2.1 Propriedades físicas do cloreto de alumínio

O cloreto de alumínio é um sólido de cor branco, mas geralmente é encontrado na cor amarela devido a contaminação com cloreto de ferro (III). O sal anidro cristaliza no sistema hexagonal, apresenta uma densidade relativa de 2,44, um ponto de fusão de 190 °C e sublima a 178 °C; enquanto que o sal hidratado, o cloreto de alumínio hexahidratado ( $AlCl_3 \cdot 6 H_2O$ ), cristaliza no sistema rômico, apresenta uma densidade relativa de 2,398 e perde água aos 100°C.

O cloreto de alumínio hexahidratado é um pó cristalino branco ou ligeiramente amarelado, é altamente solúvel em água, facilmente solúvel em etanol a 96% e solúvel em glicerol. Exerce uma acção adstringente forte, antisséptica e antiperspirante.



Figura 6 Cloreto de alumínio

Fonte: <https://stringfixer.com>

### 2.3.2.2. Aplicação de cloreto de alumínio no tratamento de água

O cloreto de alumínio é o coagulante de escolha para muitas aplicações de tratamento de águas residuais industriais e sanitárias, devido à sua alta eficiência, eficácia na

clarificação e utilidade como agente de desidratação de lodo. O uso do cloreto de alumínio no processo de tratamento de água, propicia os seguintes benefícios:

- ✓ Eliminação ou redução do uso de sulfato de alumínio,
- ✓ Produção de água para uso potável,
- ✓ Proporciona uma maior velocidade de decantação ou flotação,
- ✓ Tem grande efectividade na redução de turbidez,
- ✓ Eficiente no tratamento de poluentes orgânicos,
- ✓ O produto químico não deixa cor residual
- ✓ Confere a possibilidade de realizar o tratamento de água com único produto, causando pouca ou nenhuma alteração no pH final da água tratada.

Para além de ser usado no tratamento de água o cloreto de alumínio é usado como um catalisador de ácido de lewis na reacção de Friedel-Crafts (em ambas as acilações e alquilações). O cloreto de alumínio pode ser usado como antitranspirante, na fabricação de lubrificantes, borracha, tintas, preservativos de madeira, em produtos farmacêuticos, pesticidas, na fusão de alumínio.

O cloreto de alumínio é um dos sais de alumínio que acentual está ganhando novo posicionamento na indústria e no mercado devido a sua larga aplicação em vários sectores e como também à possibilidade de substituir o sulfato de alumínio no tratamento de água uma vez que reduz quantidades consideráveis de turbidez e cor na água.

### **2.3.3. Eficiência do cloreto de alumínio no tratamento de água**

A eficiência do cloreto de alumínio poder ser medida recorrendo a determinação de diversos parâmetros tais como: a turbidez, a concentração de sólidos dissolvidos e o pH entre outros, antes e depois da adição do coagulante.

A turvação ou turbidez pode ser definida como uma medida de dificuldade de um feixe de luz ao atravessar uma certa quantidade de água, conferindo uma aparência turva a mesma. Essa medida é feita com o turbidímetro ou nefelómetro que compara o

espalhamento de um feixe de luz ao passar pela amostra, com um feixe de igual intensidade, ao passar por uma suspensão padrão. Quanto maior o espalhamento maior será a turbidez; os valores são expressos em Unidades Nefelométricas de Turbidez traduzido do inglês, "*Nephelometric turbidity unit*" (NTU).

O pH representa a concentração de íons de hidrogênio ( $H^+$ ), indicativa da acidez ( $pH < 7.0$ ), neutralidade ( $pH = 7.0$ ) ou alcalinidade ( $pH > 7.0$ ) da água. Este parâmetro depende muito do percurso da água, ou seja, depende muito das características geológicas dos solos que a água captada atravessa.

A concentração de sólidos totais dissolvidos (STD) do inglês "*Total dissolved solids*" (TDS) mede a quantidade de substâncias dissolvidas na água em miligramas por litro (*mg/L*), sem necessariamente especificar quais são essas substâncias. Quanto mais reduzido o nível de TDS, mais pura é a água.

O cloreto de alumínio é um floco catiónico de baixo peso molecular recomendado para todas aplicações onde é necessária uma forte formação de flocos e eficiente separação de sólido-líquido, nos mais diversos processos industriais. O cloreto de alumínio é eficaz em ampla faixa de pH funcionando adequadamente entre pH 4.0 a 10.0, não deixa cor residual e oferece remoção de turbidez muito boa (Aratrop, 2015)

O sulfato de alumínio pode ser efectivo em águas com valores de pH entre 5,5 e 8,5, entretanto, o intervalo óptimo de pH está entre 6,8 e 7,5. Abaixo de um pH de 5,5 a alcalinidade da água é insuficiente para potenciar o sulfato de alumínio como agente coagulante, pois os íons alumínio tornam-se solúveis e não precipitam. Quando o pH está acima de 8,5 após a adição do sulfato de alumínio, os íons de alumínio tornam-se também solúveis e a eficiência da coagulação baixa (Schimidt, 2014). Ainda segundo o mesmo autor, os flocos resultantes da coagulação com sulfato de alumínio são essencialmente de natureza inorgânica, portanto, o lodo não é biodegradável, dificultando sua disposição final.

O cloreto férrico é amplamente utilizado no tratamento de efluentes e possui efeitos corrosivos; apresenta maior efectividade no processo de remoção de impurezas

quando o pH se encontra entre 4,5 e 5,5 por proporcionar flocos maiores e mais pesados.

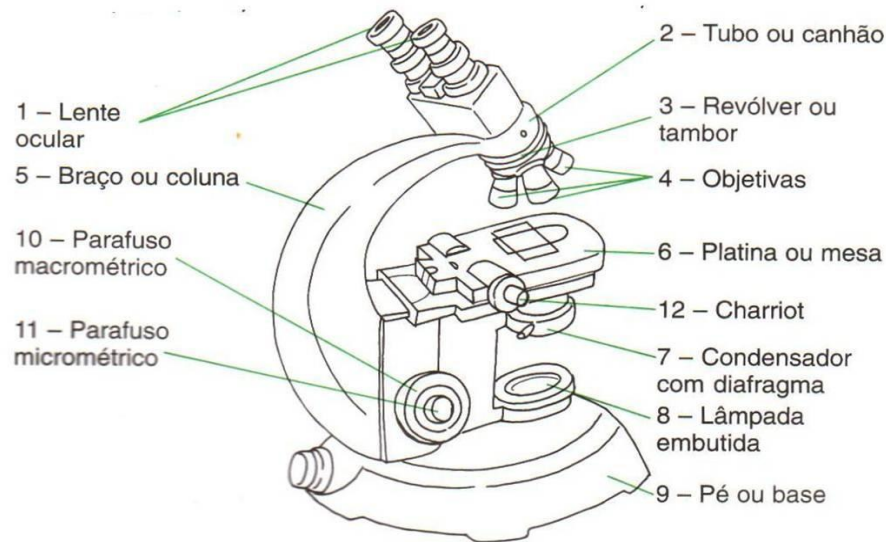
## 2.4. Microscopia óptica

Na caracterização de minerais, a microscopia óptica consiste na observação completa e total de minérios por meio de microscópios ópticos ou lupa binocular.

O microscópio é um instrumento utilizado para ampliar e observar estruturas pequenas dificilmente visíveis ou invisíveis a olho nu. O microscópio óptico utiliza luz visível e um sistema de lentes de vidro que ampliam a imagem das amostras (Moreira, 2013).

Os microscópios ópticos são constituídos por uma componente mecânica de suporte e de controlo da componente óptica que amplia as imagens. Os microscópios que usam luz transmitida partilham as mesmas componentes básicos (figura 7).

A ampliação dos objectos é produzida pela combinação de duas lentes: a objectiva e a ocular. A função da lente objectiva, colocada na parte inferior do tubo microscópico, é produzir uma imagem ampliada do objecto observado que seja nítida e clara. A ocular somente amplia mais essa imagem de forma que seja visível ao olho nu.



**Figura 7** Microscópio óptico

Fonte: (<https://dnaeoutrascoisas.wordpress.com/descrição-básica-de-um-microscopio/>)

A intensidade da luz pode ser regulada directamente através do reóstato que atua na própria fonte luminosa ou indirectamente através do condensador e do diafragma: a

intensidade aumenta se se subir o condensador e abrir o diafragma e diminui se se descer o condensador e fechar o diafragma.

A ampliação – número de vezes que a imagem é aumentada em relação ao objecto real – é função conjunta do poder de ampliação da objetiva e ocular utilizadas. A ampliação total é o produto da ampliação da objetiva pela ampliação da ocular (exemplo, ampliação da ocular 10x, ampliação da objetiva 20x, ampliação total é  $10 \times 20 = 200x$  (Moreira, 2013).

## **2.5. Espectrometria de fluorescência de raios-X(FRX)**

A realização da espectrometria por fluorescência de raios x é empregada para análise qualitativa de amostras que permitem a contabilização de quais elementos podem ser encontrados na mesma.

A análise por fluorescência de raios-X pode ter fins qualitativos ou quantitativos e se baseia na medição das intensidades dos raios-X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra, quando excitada por partículas como electrões, prótons ou iões produzidos em aceleradores de partículas ou ondas electromagnéticas, além do processo mais utilizado que é através de tubos de raios-X (Melo Júnior, 2007 apud Santos et al 2013).

A FRX baseia-se na produção e detecção de raios-X, radiações electromagnéticas de alta frequência com comprimento de onda na faixa de 0,003 a 3nm, característicos, produzidos pelo fenómeno fotoeléctrico, emitidos pelos elementos constituintes da amostra quando irradiada com electrões, prótons, raios-X ou gama com energias apropriadas. A radiação electromagnética incidente interage com a amostra, podendo ocorrer absorção, emissão e espalhamento de radiação electromagnética (SKOOG et al 2009).

Quando os electrões da camada mais interna do átomo (por exemplo, K e L) interagem com fotões com energia na região dos raios-X, pode ocorrer a foto ejeção desses electrões, criando-se uma vacância. Para promover a estabilidade, ocorre imediatamente o preenchimento das vagas electrónicas por electrões das camadas mais próximas. Como resultado, há um excesso de energia no processo, que é

manifestado na forma de emissão de raios-X característicos de cada átomo presente na amostra.

No processo de medição, as amostras sólidas ou líquidas, convenientemente preparadas, são expostas a um feixe de radiação para a excitação e detecção da radiação fluorescente resultante da interação da radiação com o material da amostra, deslocando um electrão das camadas mais internas do átomo. Um outro electrão, de uma das camadas mais externas, substitui o electrão perdido, fazendo liberar energia na forma de raios-X fluorescentes, emitidos em comprimentos de onda que são característicos de cada elemento, de intensidade proporcional à concentração.

Os raios-X incidentes excitam os átomos constituintes da amostra, que por sua vez emitem linhas espectrais com energias características do elemento e cujas intensidades estão relacionadas com a concentração. Assim, de modo resumido, a análise por fluorescência de raios-X consiste de três fases: excitação dos elementos que constituem a amostra, dispersão dos raios-X característicos emitidos pela amostra e detecção desses raios-X.

Segundo Skoog *et al* 2009, a FRX mostra-se como uma técnica muito versátil, podendo ser aplicada em diversas amostras, incluindo as do estado sólido e líquido, sem necessitar de tratamento exaustivo para a preparação destas matrizes, e também oferecendo a grande vantagem de ser uma técnica analítica não destrutiva. Os elementos com número atómico baixo apresentam baixa sensibilidade analítica e baixo valor de energia de emissão, portanto são mais difíceis de serem determinados por FRX.

## **2.6. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)**

A espectroscopia de infravermelho (IV) tem sido amplamente utilizada para análise de vários compostos, sejam eles orgânicos ou inorgânicos, fornecendo importantes informações sobre os grupos funcionais da amostra, de acordo com sua natureza.

O espectro de infravermelho obtém-se geralmente pela passagem da radiação de IV através da amostra e pela determinação da radiação incidente absorvida a uma determinada energia. A energia de cada pico num espectro de absorção corresponde à



frequência de vibração de parte da molécula da amostra. Para que uma molécula apresente absorção infravermelho deve possuir características específicas: a molécula precisa que o momento dipolar sofra uma variação durante a vibração (Leite, 2008).

A espectroscopia FTIR, *Fourier Transform InfraRed* (Infravermelho por Transformada de Fourier), é o método de espectroscopia infravermelho mais utilizado. A elevada sensibilidade e resolução, como a rapidez de registo apresentam-se como as grandes vantagens do FTIR, sendo as desvantagens lideradas pela complexidade dos instrumentos e seu elevado custo.

A FTIR consiste, basicamente, na geração de um interferograma, utilizando-se de um interferômetro tipo Michelson ou configuração derivada, que é formado por um espelho fixo, um espelho móvel e um divisor de feixe. A radiação que atravessa o divisor é separada, parte é direcionada ao espelho fixo e parte ao espelho móvel, onde é refletida e passa novamente pelo divisor de feixe e é recombinada, no qual um filme semireflector bissecta o plano de dois espelhos (*beam splitter*). Os espectros são obtidos pelo cálculo da transformada de Fourier do referido interferograma, reproduzidos na forma de um gráfico de tempo contra a intensidade do sinal denominado interferograma (Cunha et al 2007)

As análises por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) têm sido usadas em vários estudos para identificar grupos funcionais, como os de ácidos carboxílicos, aminas, amidas, estruturas alifáticas e aromáticas e grupos hidroxilas

### 3. PARTE EXPERIMENTAL

#### 3.1. Obtenção das amostras de bauxite

A bauxite em estudo foi obtida no Departamento de Geologia vinda da barragem de contenção de rejeitos da Mina Alumina Lda. A Mina Alumina Lda é uma empresa mineira que se encontra a explorar bauxite na Serra de Penhalonga. Na Mina Alumina limitada são realizadas operações de lavra (*strip mining*), concentração gravítica e secagem nas etapas de beneficiamento da bauxite. Segundo Ebicha (2018), os rejeitos da mina são despojados em barragens, recentemente uma delas foi abandonada, em 2018, porque já estava cheia.



**Figura 8** Bacia de retenção dos rejeitos

Fonte:Ebicha, 2018

Devido a elevada quantidade deste resíduo de bauxite, o projecto visa a recuperação e aproveitamento dos aluminatos presentes no resíduo com vista a aumentar a vida útil da barragem e agregação de valor aos resíduos gerados.

#### 3.2. Planeamento dos ensaios

Segundo Alves (2017), o planeamento experimental, também denominado delineamento experimental, representa um conjunto de ensaios estabelecidos com critérios científicos e estatísticos e tem como objetivo determinar a influência de diversas variáveis nos resultados de um dado sistema ou processo. No planeamento de experimentos verifica-se quais são os factores mais importantes que devem ser controlados e o que acontece com a característica em estudo em cada nível de valor estudado, possibilitando assim otimizar a característica em questão.

Estão disponíveis vários tipos de planeamento, no entanto para esse experimento foi escolhido o modelo de planeamento fatorial  $2^k$ , ou seja, este planeamento factorial é indicado quando se deseja estudar os efeitos de duas ou mais variáveis de influência. Em cada tentativa ou réplica, todas as combinações possíveis dos níveis de cada variável são investigadas. Para o experimento em estudo foram estabelecidas as variáveis de controle (Tabela 6) e as demais condições, considerando-se os níveis usuais e possíveis:

**Tabela 6** Variáveis de controle e seus níveis

Ensaio	Variáveis Reais		
	[NaOH] (mol/l)	Temperatura da dig. (°C)	[HCl] (%)
1	2	60	10
2	4	60	10
3	2	100	10
4	4	100	10
5	2	60	20
6	4	60	20
7	2	100	20
8	4	100	20

### 3.3. Caracterização das amostras

As amostras foram submetidas à análise granulométrica, para posterior traçado das curvas de distribuição granulométrica diferencial e cumulativa. As faixas de tamanho das partículas são feitas através de uma série de peneiras que possuem uma relação constante entre a série de aberturas. A escala granulométrica adotada para esta série de peneiras foi o método standard que a razão de escala é  $\sqrt{2}$  (Alves,2021).

Para alcançar-se o objectivo pretendido seguiu-se o seguinte procedimento:

- ✓ Inicialmente fez-se passar a amostra em um crivo de 1 mm com objetivo de retirar a parte grossa da amostra;

- ✓ Organizou-se a série de peneiras de abertura de  $125\mu\text{m}$  até  $38\mu\text{m}$ ;
- ✓ Introduziu-se 300 g de bauxite no peneiro em cada ensaio de crivagem;
- ✓ Fez-se a crivagem durante 20 min;
- ✓ Pesou-se a massa retida em cada crivo.

Após caracterização granulométrica as amostras foram efectuadas a microscopia óptica, com o objectivo de identificar a fracção com maior concentração de gibbsita e o FRX para conhecer a sua composição. Preparou-se uma amostra de bauxite de 200 g passante no peneiro de 0.045 mm.

E para atingir o objectivo pretendido fez-se o preparo das seguintes soluções:

- ✓ Preparação de soluções de NaOH e HCl de acordo com as concentrações desejadas para a síntese;
- ✓ Preparação das soluções de  $AlCl_3$ ,  $Al_2SO_4$ , e  $FeCl_3$  para o teste de eficiência.

Para o preparo de soluções foram adoptadas as metodologias de preparo para solutos sólidos e solutos líquidos, usando a lei de volumetria.

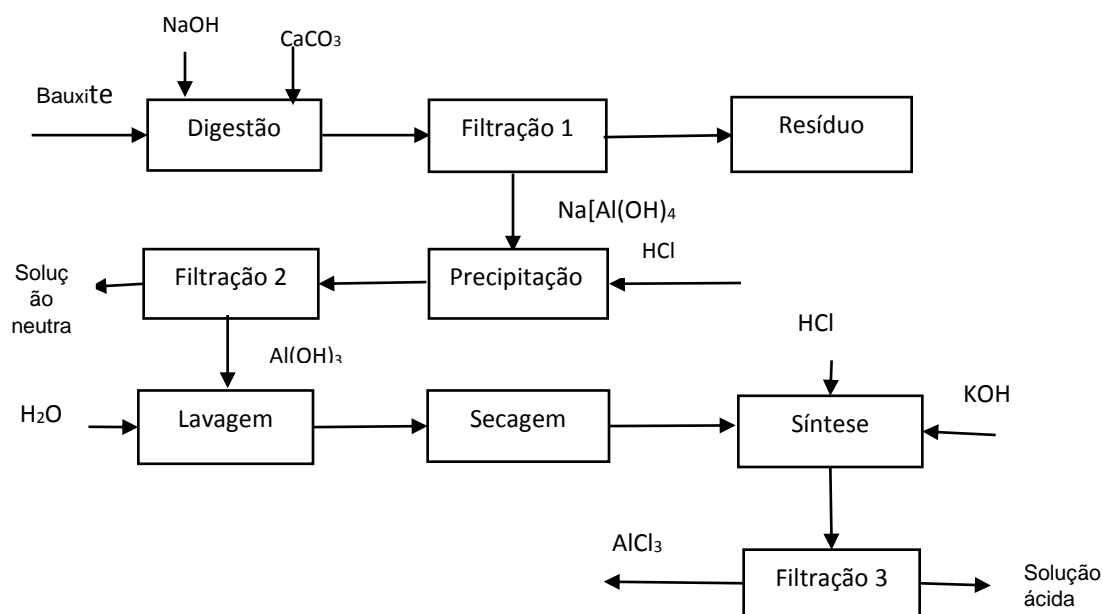
### 3.4. Síntese do cloreto de alumínio

A síntese do produto desejado foi realizada no Departamento de Engenharia Química, Faculdade de Engenharia, UEM. Os reagentes, equipamentos e materiais necessários para a síntese do cloreto de alumínio estão apresentados na tabela 7.

**Tabela 7** Lista de materiais, reagentes e equipamentos

Material de Laboratório	Reagentes	Aparelhos e Equipamentos
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Crivos</li> <li>✓ Funil de Buchner</li> <li>✓ Balões volumétricos</li> <li>✓ Bureta</li> <li>✓ Copos de precipitação</li> <li>✓ Papel de filtro</li> <li>✓ Balão de Kitasato</li> <li>✓ Provetas</li> <li>✓ Erlenmeyers</li> <li>✓ Suporte metálico</li> <li>✓ Condensador</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Bauxita</li> <li>✓ Hidróxido de Sódio</li> <li>✓ Carbonato de cálcio</li> <li>✓ Ácido clorídrico</li> <li>✓ Água destilada</li> <li>✓ Hidróxido de potássio</li> <li>✓ Sulfato de Alumínio</li> <li>✓ Cloreto de ferro</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Balança analítica</li> <li>✓ Placa de aquecimento</li> <li>✓ Agitador magnético</li> <li>✓ Microscópio óptico</li> <li>✓ Bomba de Sucção</li> <li>✓ Secador de estufa</li> <li>✓ pH metro</li> <li>✓ Teste de Jarros</li> <li>✓ Turbidímetro</li> </ul>

O diagrama de fluxo mostrado na figura 9, apresenta todas operações e processos unitários envolvidos na síntese do cloreto de alumínio.



**Figura 9:**Diagrama de fluxo de síntese do cloreto de alumínio (Adaptado)

### 3.5. Principais etapas da síntese do cloreto de alumínio

A preparação do cloreto de alumínio envolve, primeiramente, a obtenção do hidróxido de alumínio. A alternativa proposta baseia-se essencialmente nos princípios do método Bayer, que consiste em extrair os óxidos de alumínio da bauxita empregando a soda cáustica (digestão alcalina). Uma vez obtido o hidróxido de alumínio, pode-se sintetizar o cloreto de alumínio, neutralizando-o com o ácido clorídrico.

#### 3.5.1. Digestão

A digestão da bauxite (figura 10) foi realizada utilizando os seguintes reagentes:

- ✓ Solução de NaOH;
- ✓ CaCO<sub>3</sub>.

A adição de solução NaOH na digestão tem como principal objectivo extrair o hidróxido de alumínio da bauxite, pois, no meio alcalino o hidróxido de alumínio tem a capacidade de se dissolver sob condições moderadas de pressão e temperatura, diferentemente dos demais constituintes da bauxite (Constantino et al, 2002). Nesta etapa faz-se a adição de  $\text{CaCO}_3$ , com o objectivo de promover a diminuição, por precipitação, de iões carbonato e fosfato dissolvidos no meio reacional, para tal, utilizou-se cerca de 3 g de  $\text{CaCO}_3$  em cada ensaio.

A concentração de NaOH e a temperatura usada na digestão está de acordo com o plano estatístico apresentado na tabela 6. O tempo de digestão da bauxite foi de 90 min em cada ensaio.

Esta etapa é muito crucial para garantir uma boa qualidade do produto final, pois é necessário controlar todos parâmetros cuidadosamente por forma a remover maior percentagem de impurezas presentes na bauxite.

Durante a digestão foi acoplado um condensador que opera em contracorrente com o vapor formado e tem como objectivo limitar a evaporação, de tal forma que, a concentração de NaOH não seja afectada pela evaporação.

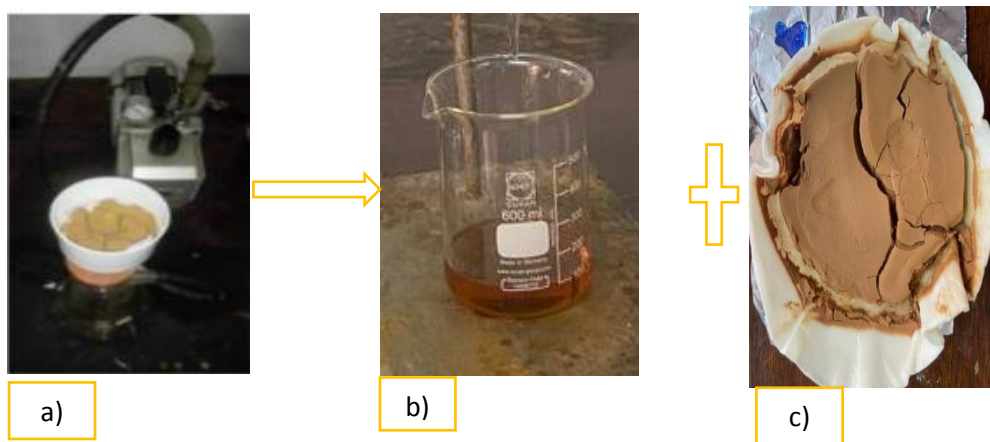


**Figura 10** Digestão alcalina da bauxite

### 3.5.2. Separação da lama vermelha

A separação da lama vermelha (figura 11) foi realizada utilizando filtração a vácuo com a bomba de sucção do modelo Comecta, potência de 120 W e frequência de 50 Hz. O funil utilizado foi de Buchner e balão de Kitasato com volume útil de 250 ml.

Nesta etapa foi efectuada a filtração da mistura, obtendo-se assim, o filtrado marrom que contém o aluminato de sódio (figura 11-b) e a lama vermelha (figura 11-c) constituída maioritariamente por impurezas foi seca e efectuada FRX, com objectivo de identificar os principais constituintes do resíduo.

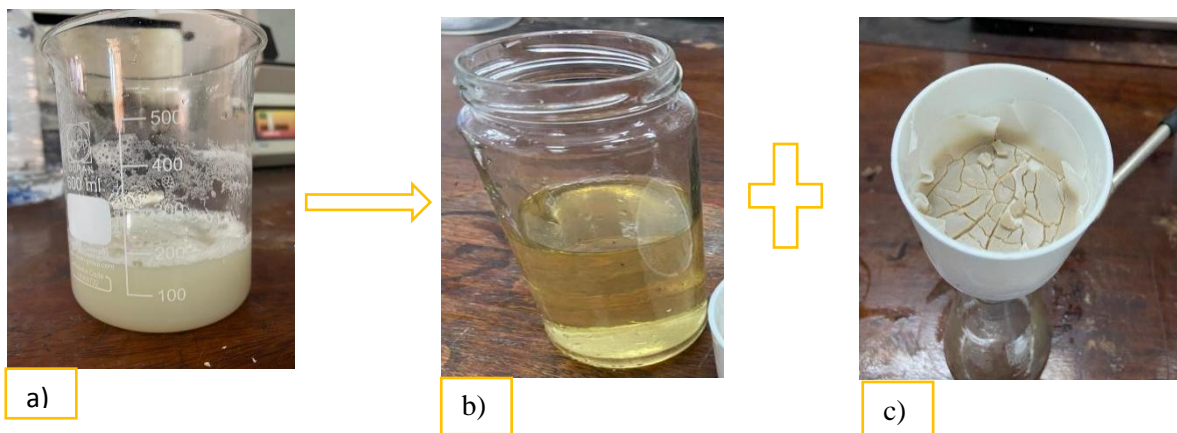


**Figura 11** a) Separação da lama vermelha b) filtrado obtido c) resíduo obtido

### 3.5.3. Precipitação, separação e lavagem do hidróxido de alumínio

O filtrado marrom obtido em 3.4.2. foi utilizado para precipitar o hidróxido de alumínio contido na mistura através da neutralização do mesmo com uma solução de ácido clorídrico a 10%, onde obteve-se sólidos brancos constituídos principalmente por gibbsita e uma solução praticamente neutra.

Para reduzir o teor de impurezas, os sólidos foram lavados com cerca de 80 ml de água destilada a cerca de 60 °C ainda no funil de Büchner, obtendo-se assim sólidos menos avermelhados (figura 12). Estes, após a lavagem foram secos na estufa a 100 °C durante 10 h.



**Figura 12** a) Precipitação do hidróxido de alumínio. b) filtrado obtido c) Hidróxido de alumínio

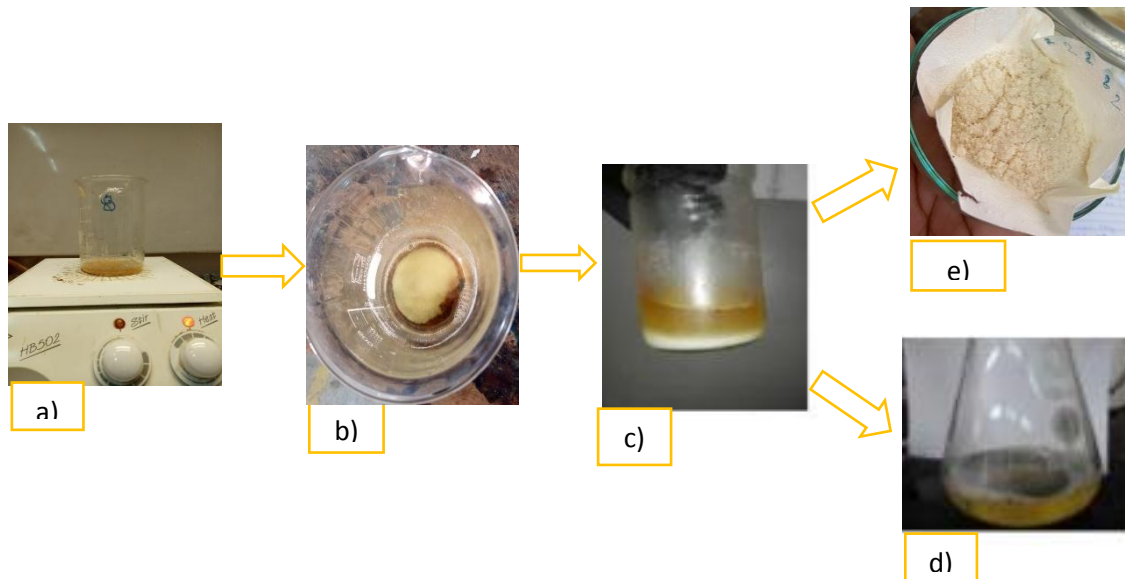
#### **3.5.4. Obtenção do cloreto de alumínio**

A obtenção de cloreto de alumínio foi realizada com os sólidos de hidróxido de alumínio obtidos na etapa anterior, estes foram dissolvidos em ácido clorídrico em que se verificou a dissolução parcial dos sólidos antes mesmo do aquecimento.

Para promover a cristalização do cloreto deixou-se a solução ebulir a uma temperatura abaixo de 100 °C. Por forma a promover a precipitação e cristalização de cloreto de alumínio foram adicionados cerca de 2g de KOH, que actuaram como sementes de cristalização do cloreto.

Para a separação da solução ácida dos cristais de cloreto de alumínio foi efectuada a filtração em meio vácuo, obtendo-se os cristais como bolo de filtração (figura 13e) e a solução ácida como filtrado (figura 13d).





**Figura 13** a) Dissolução da gibbsita; b) banho de gelo da solução; c) cristais e solução ácida obtidos; d) filtrado obtido após a separação por filtração; e) cristais de cloreto de alumínio obtidos após a separação por filtração.

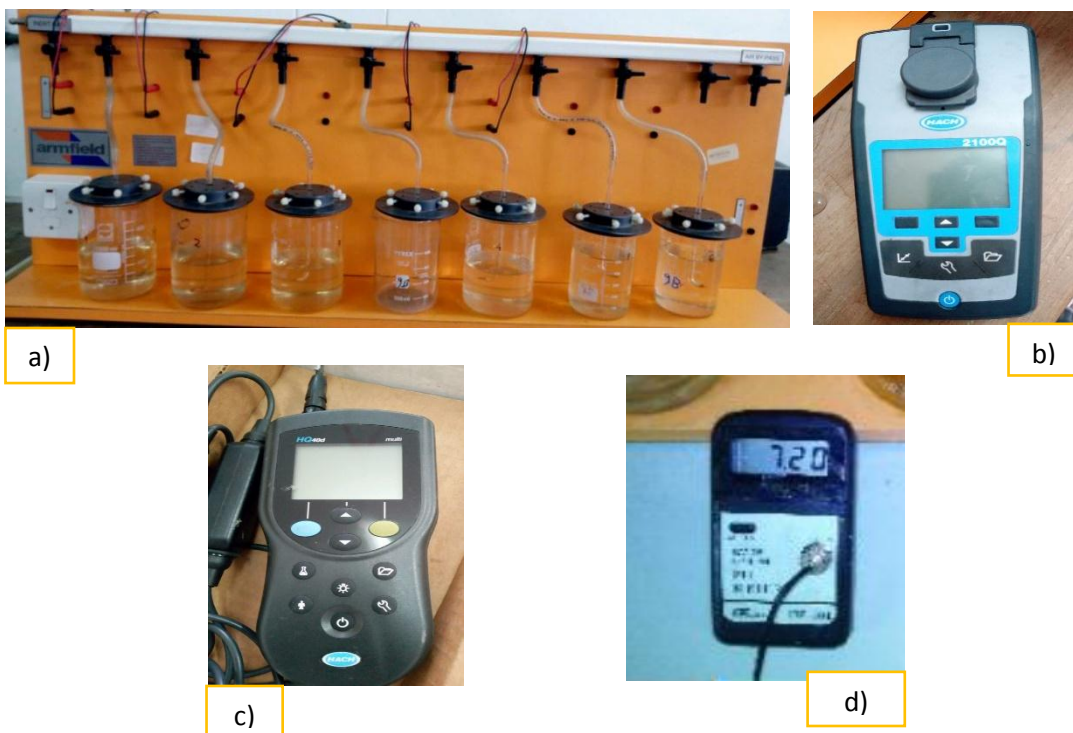
### 3.6. Aplicação do cloreto de alumínio produzido no tratamento de água

A coagulação consiste no conjunto de ações físicas e químicas entre o agente coagulante e as impurezas presentes na água a ser tratada. Apresenta três fases; (i) formação de espécies hidrolisadas do sal disperso na água; (ii) desestabilização das partículas coloidais presentes no efluente; (iii) agregação dessas partículas, formando os flocos (Santos, 2011 *apud* Liu *et al* 2017).

Para o teste da eficiência de cloreto de alumínio foi efectuado o seguinte procedimento:

- a) Coletou-se e amostras de água do rio Infulene mediu-se o pH, a turbidez e concentração de sólidos dissolvidos, utilizando os equipamentos apresentados na figura 14;
- b) Preparou-se solução de 2 g/l de cloreto de alumínio;
- c) Encheu-se 6 (seis) copos com amostra de água do rio Infulene (600 ml cada copo);
- d) Adicionou-se aos copos 2 ml, 5ml, 8ml, 10ml, 15 ml e 20 ml de solução de  $AlCl_3$ ;
- e) Agitou-se o sistema com insuflação de ar a uma velocidade 100 rpm durante 15 minutos;

- f) Fechou-se a válvula de ar e esperou-se 30 min para que ocorra a depuração (sedimentação).
- g) Findo este tempo, retirou-se uma alíquota de cada jarro, para realizar as medidas de turbidez, pH e concentração de sólidos.
- h) Realizou-se o mesmo procedimento para o cloreto férrico e sulfato de alumínio nas mesmas condições (concentração da solução, tempo e velocidade de agitação). Os volumes da solução de 2 g/L de cloreto férrico e sulfato de alumínio a serem adicionados serão de 2ml, 5 ml, 8ml, 10ml, 15 ml e 20ml.



**Figura 14** Equipamentos usados no teste de eficiência do cloreto de alumínio a) copo de precipitação para o teste de jarros; b) medição da turbidez; c) medição da concentração de STD; d) medição do pH.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

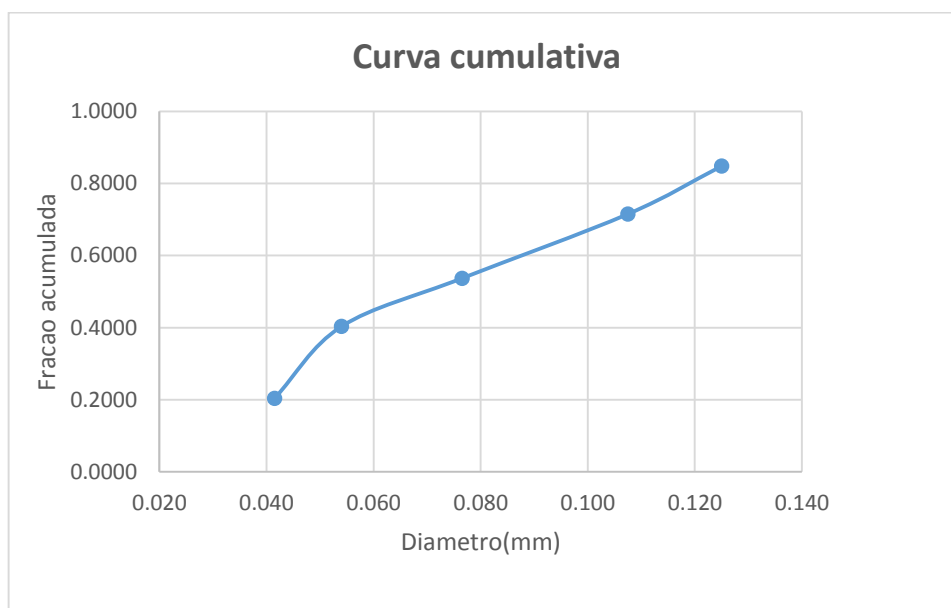
### 4.1. Caracterização granulométrica da bauxite

A partir dos dados da caracterização granulométrica foi possível traçar a curva cumulativa e a curva diferencial.

**Tabela 8** Dados da granulometria

Diâmetro (-) mm	Diâmetro (+) mm	Diâmetro médio(mm)	Massa retida	Fracção retida	C acumulado	C diferencial
	0.125	0.125	38.176	0.1520	0.8480	-
0.125	0.09	0.108	33.406	0.1330	0.7151	7.8176
0.09	0.063	0.077	44.788	0.1783	0.5368	5.7516
0.063	0.045	0.054	33.574	0.1336	0.4032	5.8087
0.045	0.038	0.042	50.073	0.1993	0.2038	16.6167
0.038	Base	0.038	51.208	0.2038	0.0000	0.0000
		Total	251.225	1.000		

A curva cumulativa abaixo mostra o resultado acumulado em relação a um dado diâmetro; em que cerca de **60%** das partículas da amostra da bauxite usada no estudo tem granulometria menor que 0.080mm.

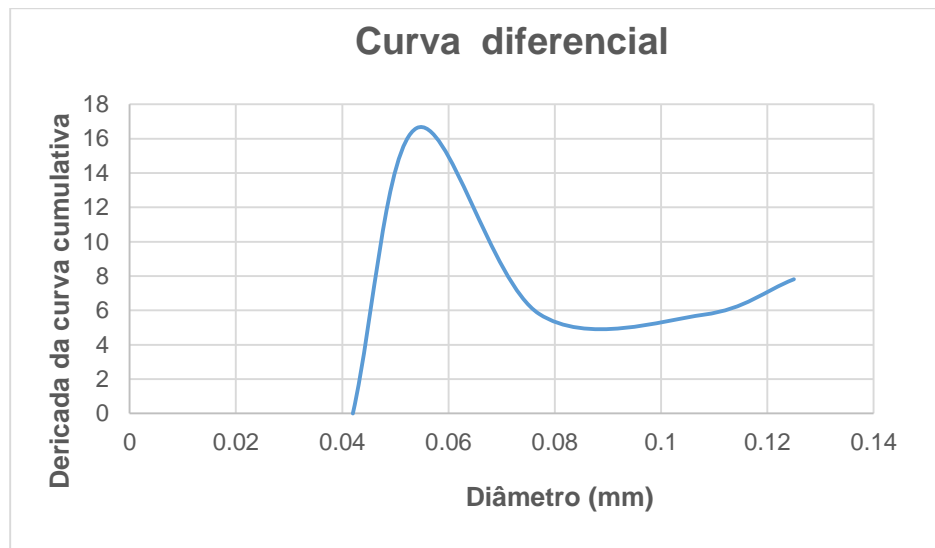


**Gráfico 1** Curva de distribuição cumulativa do material passante

A curva diferencial, gráfico 2 foi obtida pela derivação e extrapolação da curva cumulativa, nesta curva, observa-se um ponto máximo (pico da curva) na região de tamanho em torno de 0.05 mm, significando que, as partículas apresentam distribuição

monomodal, pois, a curva apresenta apenas um pico na faixa de tamanhos em que se fez a análise granulométrica.

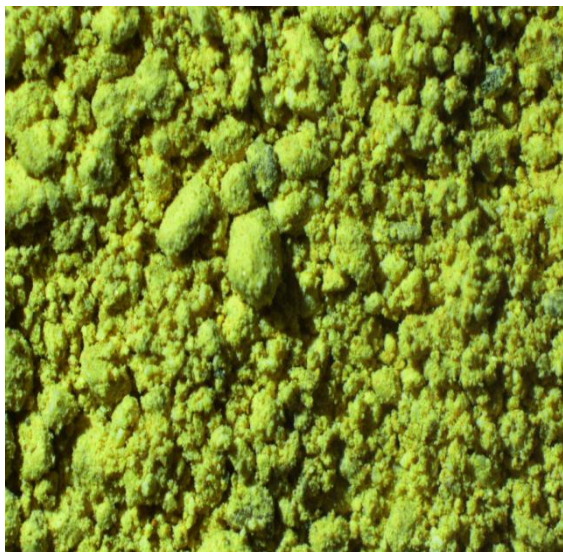
As curvas de distribuição granulométrica diferencial que apresentam mais de um pico são designadas por polimodal.



**Gráfico 2** Curva de distribuição diferencial

#### 4.2. Microscopia Óptica

As amostras após a caracterização granulométrica foram fotografadas utilizando uma lupa binocular que proporcionou um aumento de 8 vezes que corresponde ao aumento máximo da lupa utilizada. Foram realizados ensaios nas fracções retida em cada crivo na análise granulométrica. A figura 15 mostra os resultados obtidos.



a) 125µm



b) 38 µm

**Figura 15** Imagens obtidas a partir do microscópio

Pela figura 15 observa-se que a bauxite é constituída por minerais de ferro (castanho carregado), partículas de quartzo (grãos transparentes) e grãos de gibbsita, assim como, outras contaminações que não foi possível verificar com a lupa binocular. Da mesma figura é possível denotar que a fracção mais grossas contém maiores concentrados de minerais de ferro que as fracções mais finas. A fracção mais fina contém mais gibbsita e quartzo e outros minerais que não foram possíveis identificar pela lupa binocular. Em resumo, as fracções mais finas são mais desejáveis para a síntese pois para além apresentarem maior área se superfície de contacto contém menores concentrados de minerais de ferro.

#### **4.3. Espectrometria de fluorescência de raios-X**

A composição química dos rejeitos de bauxite da Mina Alumina e da lama vermelha obtida pelo processo de Bayer é apresentada na tabela 9. Esses resultados mostram como constituintes majoritários da bauxita e da lama vermelha: alumina ( $Al_2O_3$ ), óxido de ferro ( $Fe_2O_3$ ), sílica ( $SiO_2$ ) e óxido de titânio ( $TiO_2$ ) e observa-se a presença de óxido de cálcio no resíduo.

**Tabela 9** Composição química da bauxite de Penhalonga e seu resíduo obtido pelo processo Bayer

	<b>Bauxite (%) (38 <math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Lama vermelha (%)</b>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	57.966	45.677
SiO <sub>2</sub>	32.507	32.55
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6.671	7.997
K <sub>2</sub> O	2.329	3.16
TiO <sub>2</sub>	0.217	0.246
CaO	0.078	10.075
MnO	0.039	0.043
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.025	0.026
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.018	0.015
ZrO <sub>2</sub>	0.008	0.008
SO <sub>3</sub>	0.007	0.003
ZnO	0,003	0.002
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.003	0.003

A partir dos dados da tabela 9 é possível observar que mais da metade da composição da bauxite é composta por óxidos de alumínio. Segundo Sampaio *et al* 2005, a maioria das bauxitas, economicamente aproveitáveis, possuem um conteúdo de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) entre 50 e 55% e o teor mínimo para que ela seja aproveitável é da ordem de 30%.

Ainda pelos dados da tabela 8 observa-se que quase a metade da composição química da lama vermelha é constituída por sílica. Este material poderia ser estudado para ser aplacado na construção civil e em outras indústrias.

O aumento do teor de CaO no resíduo é devido a adição do carbonato de cálcio para diminuir a precipitação dos iões carbonatos e fosfatos, uma vez que o carbonato de cálcio se decompõe a 100 °C, nas condições normais de temperaturas.

#### **4.4. Síntese do cloreto de alumínio**

Após a elaboração do planeamento experimental e realização dos ensaios, os resultados da massa de cloreto de alumínio obtida são apresentados na tabela 10.

As variáveis de comando (ou seja, as variáveis cujos valores podem ser alterados segundo as exigências do processo) são a concentração de hidróxido de sódio na digestão([NaOH]), a temperatura de digestão (T) e a concentração do HCl usado na

dissolução de gibbsita ( $[HCl]_{\text{dissolução}}$ ). As demais variáveis de entrada durante a síntese foram mantidas constantes em cada experiência e podem ser verificadas no anexo 2.

Os limites: superior para hidróxido de sódio, superior para temperatura de digestão foram escolhidos tendo em conta o artigo de Constantino et al, 2000 em que faz o uso e referência para  $[NaOH]=4 \text{ mol/L}$ ,  $T=100 \text{ }^\circ\text{C}$  para a síntese de sulfato de alumínio. Estes parâmetros podem ser adotados para a síntese do cloreto de alumínio. Os limites: inferior para hidróxido de sódio, inferior para temperatura de digestão foram escolhidos querendo-se investigar a possibilidade de redução da quantidade de reagente que normalmente é utilizada para a síntese de sulfato de alumínio. Para o efeito, escolheu-se aleatoriamente quantidades inferiores a aquelas que são colocadas como padrão, por forma a estudar o efeito das variáveis nessa faixa. Os limites: inferior para hidróxido de sódio, inferior para temperatura de digestão são:  $[NaOH]=2 \text{ mol/L}$ ,  $T=60 \text{ }^\circ\text{C}$  respectivamente. Os limites inferior e superior da concentração do ácido clorídrico foram escolhidos aleatoriamente para estudar o efeito da concentração do HCL durante a dissolução da gibbsita.

**Tabela 10** Plano de ensaios

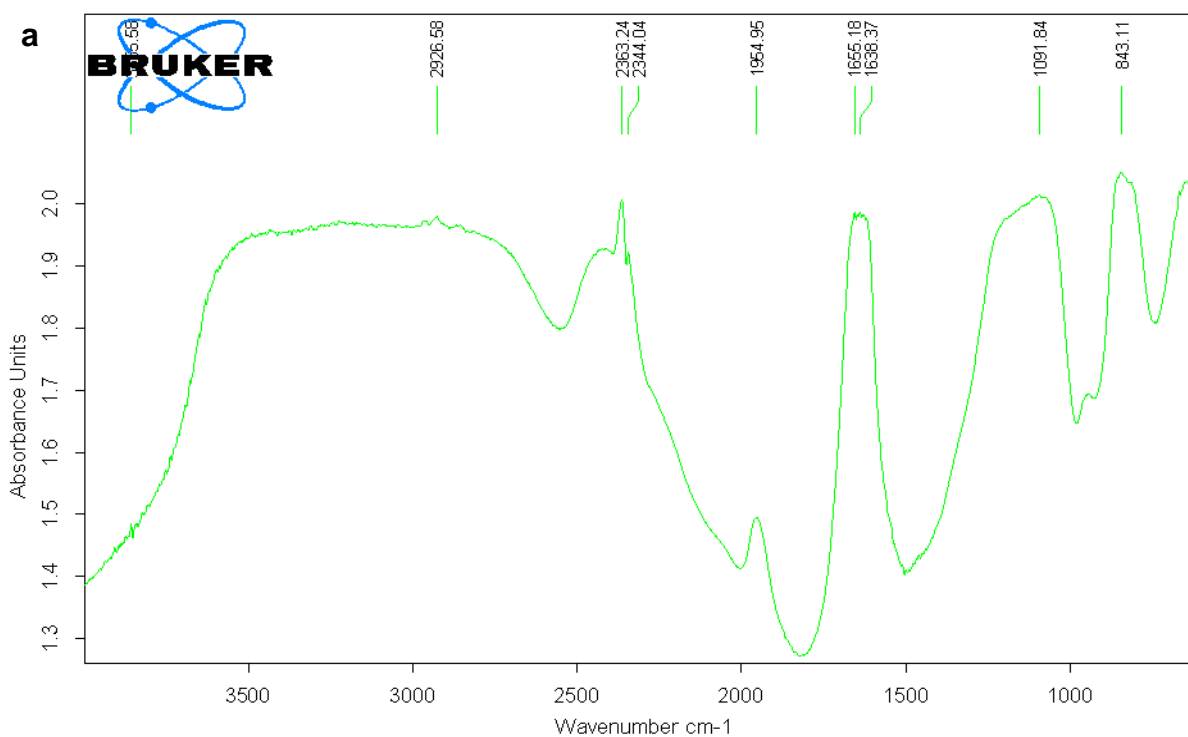
Ensaio	Variáveis Reais			Massa $AlCl_3 \cdot nH_2O$ (g)
	[NaOH] (mol/l)	Temperatura da dig. ( $^\circ\text{C}$ )	[HCl] (%)	
1	2	60	10	$5.434 \pm 0.884$
2	4	60	10	$1.552 \pm 0.120$
3	2	100	10	$2.926 \pm 0.063$
4	4	100	10	$3.182 \pm 0.005$
5	2	60	20	$2.112 \pm 0.018$
6	4	60	20	$3.753 \pm 0.076$
7	2	100	20	$7.326 \pm 0.462$
8	4	100	20	$5.202 \pm 0.619$

#### 4.4.1. Qualidade do cloreto alumínio produzido

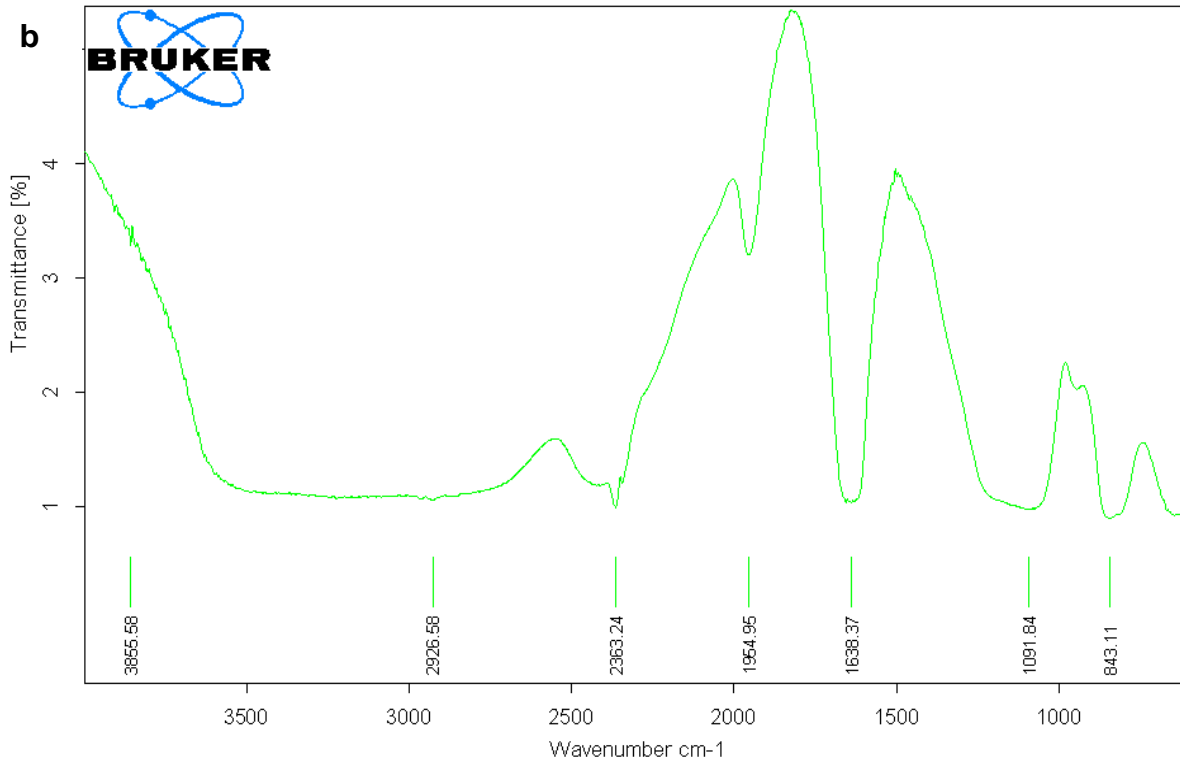
Para a verificação de qualidade de cloreto de alumínio produzido, foi realizado o FTIR com o objectivo de confirmar a presença de cloreto de alumínio na amostra produzida. Os resultados de FTIR estão apresentados nas figuras 16a e 16b, que contém

espectros na região do infravermelho (4000  $\text{cm}^{-1}$  a 500  $\text{cm}^{-1}$ ) para a amostra do cloreto de alumínio produzido.

Nestes espectros se observa claramente a banda em 1638.37  $\text{cm}^{-1}$  que é correspondente ao cloreto de alumínio. As bandas compreendidas entre 3850 a 3000  $\text{cm}^{-1}$  descrevem a presença de grupos -OH isolados e as bandas próximas a 2900  $\text{cm}^{-1}$  são atribuídas, atribuídas a vibrações de deformação axial de C-H alifático de matéria orgânica. As bandas intensas na região de 1160 a 1060  $\text{cm}^{-1}$  são atribuídas à vibrações Si-O, características de argilominerais. WILSON, 1994 atribui bandas em 1168 e 1085  $\text{cm}^{-1}$  para o  $\text{SiO}_2$ .







**Figura 16** Espectros no infravermelho de uma amostra do cloreto de alumínio produzido preparada em pastilha de KBr.

Com esta informação obtida do espectro no infravermelho confirma que foi possível produzir o cloreto de alumínio.

#### 4.5. Teste de eficiência do cloreto de alumínio produzido

Para testar a eficiência do cloreto de alumínio no tratamento de água, preparou-se uma solução de 2 g/L do sulfato de alumínio obtido no ponto de maior rendimento durante os ensaios de síntese de cloreto de alumínio (corrida 7). Durante a realização dos ensaios foram monitorados os parâmetros de pH, turbidez e concentração de sólidos dissolvidos, antes e depois da adição do coagulante. Para além disso foram utilizados outros coagulantes comerciais, sulfato de alumínio e cloreto férrico, para efectuar uma comparação.

A água a ser tratada foi colhida no rio Infulene, próximo a descarga da fabrica CDM, imediatamente antes, e apresentou as seguintes propriedades antes da adição dos coagulantes:

**Tabela 11** Propriedades da água antes da adição dos coagulantes.

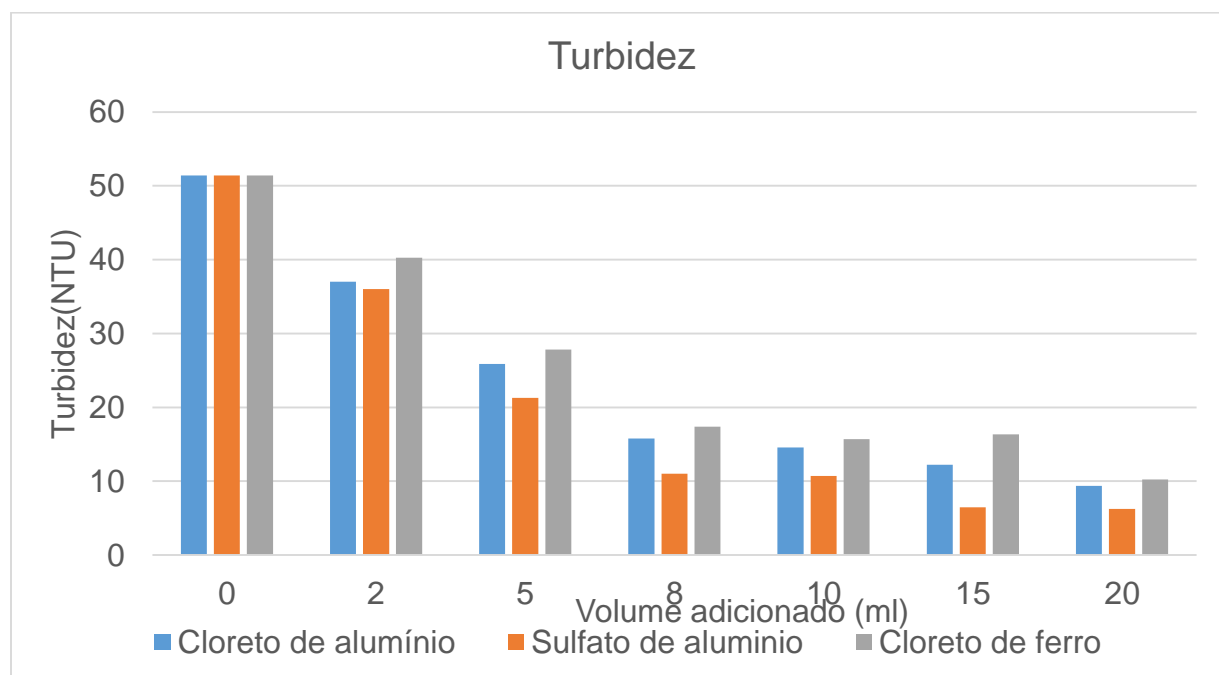
Propriedade	Unidades	Quantidade
Turbidez	NTU	13.1
SDT	mg/l	652.7
pH	Adimensional	7.75

#### 4.5.1. Turbidez

Durante a realização dos ensaios observou-se que a turbidez reduz com o aumento do volume de água, como é representado no gráfico 3.

A turbidez inicial da água a ser tratada é de 13.1 NTU e a adição de cloreto de alumínio, seguida de decantação e filtração proporcionou a redução da turbidez até 1.99 NTU com a adição de 20 ml da solução de cloreto de alumínio o que ocasionou uma redução em 85 % da turbidez. O sulfato de alumínio proporcionou uma redução até 1.12 NTU, correspondente a 91% enquanto que cloreto de ferro proporcionou uma redução até 3.6 NTU a uma percentagem de 72.5%.

Os resultados de variação da turbidez com a adição sucessiva de coagulantes são mostrados no gráfico 3:



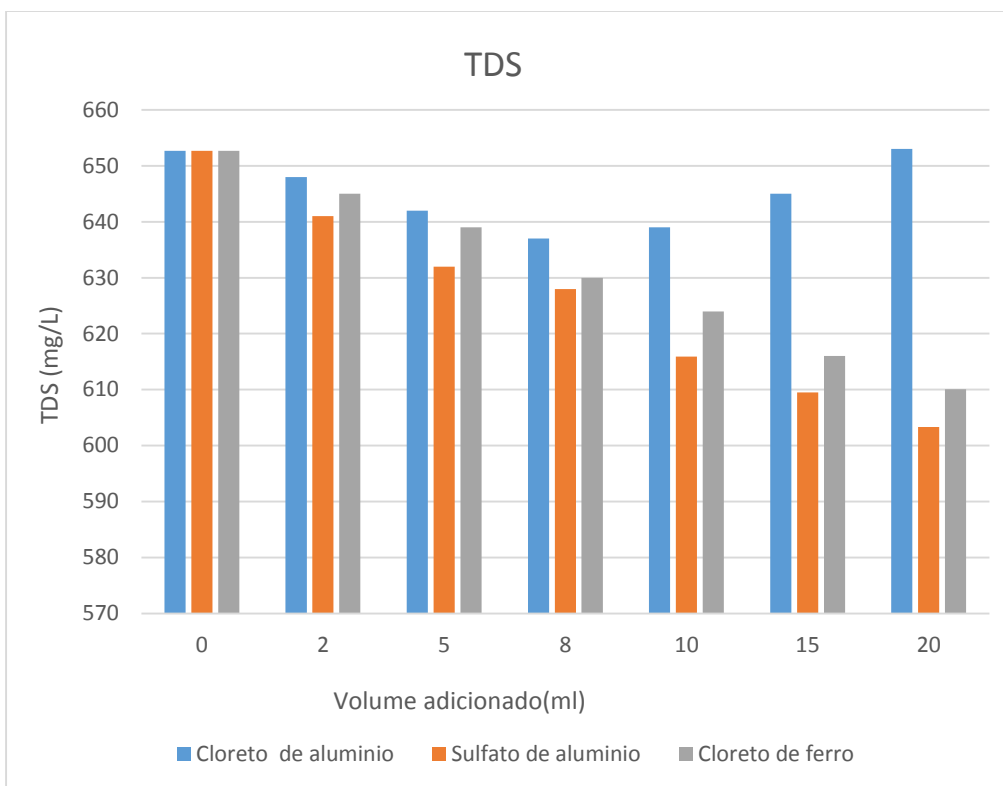
**Gráfico 3** Variação da turbidez em função do volume de soluções dos coagulantes aplicados

A turbidez indica a presença de sólidos suspensos na água, que actuam diminuindo a sua transparência, bem como reduzindo a qualidade da mesma. Com a adição sucessiva de volumes obtêm-se maior redução da turbidez na água a ser tratada; empregando a filtração foi possível remover grande parte do material suspenso e conseqüentemente eliminar uma maior quantidade de partículas que influenciam este parâmetro.

#### **4.5.2. Concentração de sólidos dissolvidos**

A concentração total de sólidos dissolvidos na água reduziu com o aumento do volume da solução do sulfato de alumínio e cloreto de ferro esta constatação teve-se após o ensaio de jarros e os resultados são apresentados no gráfico 4. Entretanto, para o cloreto de alumínio constatou-se uma pequena redução com adição de cerca de 10 ml da solução do coagulante como também um ligeiro aumento deste parâmetro na água em estudo.

A STD inicial da água a ser tratada é de 652.7 mg/L: a adição de sulfato de alumínio reduziu a concentração de STD até 603.3 mg/L com a adição de 20 ml da solução de sulfato de alumínio o que ocasionou uma redução de 7.57% da concentração de STD. A adição de cloreto férrico ocasionou a redução de STD até 610.1mg/L que corresponde a 6.53% da concentração da STD inicial. A adição do cloreto de alumínio proporciona a redução da STD de 652.7 até 637 mg/L com a adição de 8 ml da solução que correspondente a 2.1% da concentração da STD inicial.



**Gráfico 4** Variação da concentração dos sólidos dissolvidos em função do volume de soluções dos coagulantes aplicados

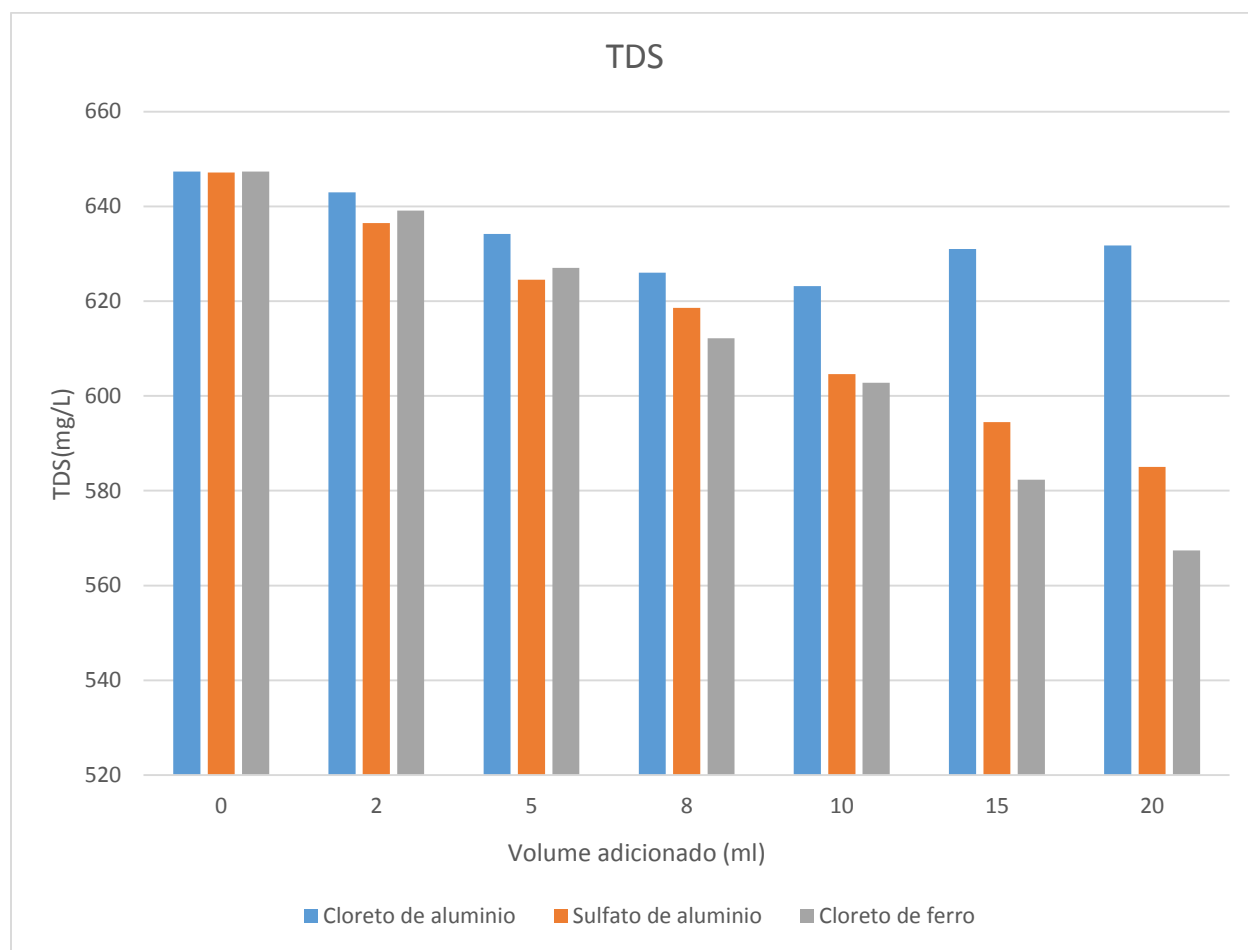
A redução da concentração de STD deve-se ao processo de floculação, que resulta na sedimentação das partículas, de tal forma que, toda a região superior do recipiente apresenta reduzida concentração de sólidos em relação ao fundo e com o emprego da filtração que reduz a quantidade dos sólidos dissolvidos no meio.

Portanto, para uma melhor interpretação dessa variação da curva do cloreto de alumínio foi efectuado um ensaio em branco (com água de destilada).

**Tabela 12** Resultados de TDS obtidos no ensaio em branco

Ensaio	Volume ad(ml)	STD		
		AlCl <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	FeCl <sub>3</sub>
0	0	5.38	5.58	5.38
1	2	5.01	4.49	5.86
2	5	7.79	7.44	11.98
3	8	10.96	9.41	17.86
4	10	15.84	11.26	21.24
5	15	19.96	15.03	33.7
6	20	25.27	18.29	42.67

De seguida fez-se a diferença entre os dados de STD da água em estudo e os obtidos no ensaio em branco, cujos resultados são mostrados no gráfico 5.



**Gráfico 5** Gráfico obtido a partir da diferença entre os dados de STD e os do ensaio em branco

Por meio deste, foi possível ver claramente que o cloreto de alumínio proporciona uma maior redução do teor de sólidos com adição de 10 ml da solução do mesmo.

#### 4.5.3. pH

Observou-se que, para os três coagulantes utilizados para a água preparada para o estudo ocorreram variações mínimas em relação ao valor inicial do pH para ambos os coagulantes empregados- os resultados estão apresentados na tabela abaixo. A baixa variabilidade nos valores de pH, tanto para a água de estudo como após o emprego do coagulante, nas etapas do tratamento físico-químico para produção de água potável, também foi encontrada na pesquisa desenvolvida por SANTOS (2011).

Entretanto, diversos trabalhos que utilizaram o sulfato de alumínio, cloreto de ferro para realizar o tratamento de água apontam o decaimento do pH em relação ao valor inicial do mesmo (Pavaneli, 2001). Portanto, durante os ensaios de coagulação/floculação esta queda não foi verificada, apenas observou-se uma elevação deste parâmetro. Por este motivo optou-se por não realizar a análise estatística para o parâmetro pH.

**Tabela 13** Resultados do pH obtidos após a adição dos coagulantes

PH				
Ensaio	V <sub>adicionado</sub> (ml)	AlCl <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	FeCl <sub>3</sub>
0	0	7.75	7.75	7.75
1	2	8.07	7.75	8.21
2	5	7.99	7.75	8.02
3	8	7.99	7.75	7.93
4	10	7.95	7.75	7.98
5	15	7.96	7.75	7.95
6	20	7.94	7.75	7.925

## 5. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

### 5.1. Conclusões

Após a elaboração do relatório pode-se concluir que objectivo principal foi alcançado, fez-se a produção do cloreto de alumínio a partir dos rejeitos de bauxite da Mina Alumina, em que se constatou o seguinte:

- ✓ Os rejeitos de bauxite de Penhalonga apresentam uma granulometria menor que 0.075 mm e uma distribuição monomodal.
- ✓ Os resultados obtidos através do FRX mostraram que o resíduo de bauxite em estudo apresenta elevada quantidade de  $Al_2O_3$  o que a torna aproveitável pelo processo Bayer.
- ✓ O hidróxido de alumínio precipitado em neste experimento apresenta coloração creme devido à adsorção das impurezas orgânicas. Segundo Constanttino, et al 2002; a presença dessas impurezas não interfere significativamente na qualidade dos produtos desejados de alumínio, de modo que a remoção destas impurezas não é necessária.
- ✓ O cloreto de alumínio mostrou-se mais eficiente na remoção de turbidez da água a ser tratada que o cloreto férrico o que indica que este coagulante pode ser um bom aliado no tratamento de água com turbidez muito elevada e como também para reduzir a quantidade de sulfato de alumínio usado para o tratamento.

## 5.2. Recomendações

- ✓ Estudar a cinética de dissolução de soda cáustica durante a digestão de cloreto de alumínio.
- ✓ Reduzir a quantidade de ferro nos rejeitos de bauxite através do beneficiamento químico.
- ✓ Estudar o potencial da lama vermelha em outros sectores de indústria, uma vez que após o processo de Bayer ainda contém produtos, elevada quantidade de alumina, sílica, ferro, que podem ser agregados valor.
- ✓ Efectuar a análise térmica do cloreto de alumínio para estudar o comportamento térmico do mesmo com vista a obter informações à respeito da sua estabilidade térmica, pontos de fusão e de ebulição, água livre, entre outros, por forma a determinar o grau de pureza.
- ✓ Estudar a influência da concentração dos sólidos dissolvidos totais e pH na água a ser tratada usando diferentes dosagens da solução do cloreto de alumínio.
- ✓ Efectuar um estudo mais amplo sobre como ocorre o incremento dos sólidos totais dissolvidos na água com o uso do cloreto de alumínio uma vez que este proporcionou elevação do parâmetro da água em estudo.



## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Alves, Á. A. (2017). *Extração de alumina - uma avaliação dos parâmetros influentes*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Belém.
2. Alves, B. d. (2019). *Análise das variáveis do processo de coagulação-floculação*. Dissertação de Mestrado, UFRJ, COPPE, Rio de Janeiro.
3. Alves, L. F. (2021). *Análise Granulométrica Fechada Por Sistemas Numéricos*. Universidade Federal de Mato Grosso, Faculdade de Engenharia , Cuiabá.
4. Antunes, M. L., Conceição, F. T., Toledo, S. P., & Kiyohara, P. K. (2012). Bauxite e o seu resíduo, caracterização por e estudo por microscopia eletrônica. 56º Congresso Brasileiro de Cerâmica (pp. 2066-2074). Curitiba: UNESP.
5. Aquino, T. F. (2007). *Beneficiamento Químico da Bauxita de Santa Cararina*. Florianópolis : Universidade Federal de Santa Catarina.
6. Aratrop. (n.d.). *Cloreto de alumínio industrial*. Retrieved from Aratrop Industrial: <http://www.aratrop.com.br/conteúdo/cloreto-de-aluminio.html>
7. Arenare, D. d. (2008). Caracterização de amostras de bauxita visando a aplicação de métodos de concentração gravítica. Em *Dissertação de mestrado*. Belo Hozizonte: Universidade Federal de Minas Gerais.
8. Avanex. (2015). *Ficha de Informaçõess de Segurança para Produtos Químicos- Hidróxido de Alumínio*. Palmeira: Avanex Indústria e Comércio LTD.
9. Cagliari, L. (2018). *Padronização do Uso de Policloreto de Alumínio e Poliacrilamida em uma ETA 2 de Porto Alegre*. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Depatamento de Engenharia Quimica, Porto Alegre.
10. Carrisso, R. C., & Correira, J. C. (2004). Classificação e peineramento. In *Tratamento de Minérios* (pp. 197-238). Rio de Janeiro: Centro de tecnologia Mineral.

11. Constantino, V. L., Akaki, K., Silva, D. O., & Oliveira, W. (2002). Preparação de compostos de alumínio a partir da bauxite: considerações sobre alguns aspectos envolvidos em um experimento didático. Sao Paulo: Universidade de Sao Paulo.
12. Coulson , & Richardson. (n.d.). *Chemical Engineering Design* (Forth ed., Vol. 6). El Silver .
13. Cunha, D. A., Cabral, M. R., Soares, E. R., Antonio, D. S., & Cabeza, N. A. (n.d.). Aplicações de Espectroscopia no infravermelho por Transformada de Fourier para a caracterização de complexos. *Encontro de Ensino, Pesquisa e Extensão*.
14. Ebicha, Q. I. (2018). *Relatório de Estágio realizado na Mina Alumina Limitada em Julho de 2018*. Maputo: UEM.
15. (n.d.). *Fichas de Informação Técnica do Cloreto de Alumínio Hexa-hidratado*. Acofarma Distribución.
16. Fonseca, A. C. (n.d.). *Recursos Minerais de Minas Gerais*. Retrieved from Codemge: <http://recursosmineralmg.codemge.com.br/substancias-minerais/aluminio/>
17. Frota, L. E. (2012). *Avaliação do Uso de Diferentes Fontes de Bauxita no Processo de Produção de Óxido de Alumínio*. Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, Campina Grande – Paraíba
18. Garrett, R. (n.d.). *Cloreto de alumínio*. Retrieved from Química Noca Interactiva.
19. Kamiwada, W. Y., Andrade, P. V., & Reis, A. G. (2020). Emprego do cloreto de polialumínio em estudos de tratabilidade de água de abastecimento via coagulação, floculação e sedimentação. 25, pp. 667-676. Retrieved from <http://>
20. Labsynth. (2010). *Ficha de Informações de Segurança para Produtos Químicos- Cloreto de Alumínio*. Diadema- SP.

21. Leite, J. G. (2088). *Aplicação das Técnicas de Espectroscopia FTIR e de Micro Espectroscopia Confocal Raman à Preservação do Património*. Porto : Universidade do Porto.
22. Liu, A. S., Oliveira, G., Portela, C., & Cho, L. (2017, Maio). Avaliação de desempenho de resíduo de aluminato de sódio como coagulante. *Revista Univap*. doi:ISSN 2237-1753
23. Macuácuá, A. M. (2020). *Optimização do Processo de Obtenção de Sulfato de Alumínio a partir dos Rejeitos de Bauxite da Mina Alumina LDA*. Maouto.
24. Marcos, J. (2017). Mozal atinge melhor nível de produção de alumínio. *O País*. Retrieved from <https://www.opais.co.mz/mozal-atinge-melhor-nivel-de-produção-de-alumínio/>
25. Mazoio, T. M. (2020). Avaliação de eficiência de diferentes tipos de coagulantes no pré-tratamento de água residual para filtração por membranas ceramicas. In *Trabalho de Licenciatura*. Maputo: FENG- UEM
26. Moreira, C. (2013). *Microscópio óptico* (Vol. 1). (Feijó, Ed.) Universidade de Lisboa.
27. Muchangos, A. C. (2000). *Mineralogy and geochemistry of bauxite and bentonite deposits from Mozambique*.
28. Pavanelli, G. (2001). *Eficiência de diferentes tipos de coagulantes na coagulação, floculação e sedimentação de água com cor ou turbidez elevada*. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos.
29. Pereira, J. Á. (2088). *Estudo da Cinética de Dissolução da Gibbsita e da Caulinita Presentes em Bauxitas*. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Engenharia Química, Rio de Janeiro.
30. Rosalino, M. R. (2011). *Potenciais Efeitos da Presença de Alumínio na Água de Consumo Humano*. Universidade Nova de Lisboa, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Lisboa.

31. Russell, J. D., & Fraser, A. R. (1994). Infrared Methods. In M. J. Wilson, *Clay Mineralogy: Spectroscopic and Chemical Determinative Methods* (pp. 11-67). Aberdeen, UK: Macaulay Land Use Research Institute. doi:10.1007/978-94-011-0727-3
32. Sampaio, J. A., Andrade, M., & Dutra, A. J. (2008). Bauxita. In *Rochas & Minerais Industriais* (2 ed., pp. 311-336). Rio de Janeiro, Brasil: CETEM/MCT.
33. Sampaio, J. A., Andrade, M. C., & Dutra, A. J. (2005). Bauxita. In *Rochas e Minerais Industriais* (2 ed., pp. 279-303). Rio de Janeiro: CETEM.
34. Santos, E., Gama, E., Franca, R., Souza, A., & Matos, R. (2013). *Espectometria de Fluorescência de Raios-X na determinação de espécies químicas*. Goiania: Enciclopédia Biosfera, Centro Científico Conhecer.
35. Santos, G. R. (2011). *Estudo de Clarificação de Água de Abastecimento Público e Otimização da Estação de Tratamento de Água*. Universidade Federal do Rio de Janeiro – Rio de Janeiro: Escola de Química.
36. Schmiidt, A. R. (2014). Análise da utilização de policloreto de alumínio(PAC) e sulfato de alumínio na eliminação de turbidez de água de abastecimento. In *Monografia de Especialização*. Medianeira: Universidade Tecnologia Federal do Paraná.
37. Skoog, D. A., Holler, F. J., & Nieman, T. A. (2009). *Princípios de Análise Instrumental* (5 ed.). Porto Alegre: Bookman.
38. Vaz, J. C. (2019). *Caracterização de diferentes bauxitas e suas escórias do processo de produção de sulfato de alumínio*. Rio Grande - Brazil: FURG.
39. Wefers, K., & Misra, C. (1987). *Oxides and Hydroxides of Aluminum*. America: Alcoa Laboratories.

# **ANEXOS**

## Anexo 1-Characterização granulométrica

Tabela A1-1. Caracterização granulométrica da amostra de bauxite da Mina Alumina LDA.

Diâmetro (-) mm	Diâmetro (+) mm	Diâmetro médio(mm)	Massa retida	Fracção retida	C acumulado	C diferencial
	0.125	0.125	38.176	0.1520	0.8480	-
0.125	0.09	0.108	33.406	0.1330	0.7151	7.8176
0.09	0.063	0.077	44.788	0.1783	0.5368	5.7516
0.063	0.045	0.054	33.574	0.1336	0.4032	5.8087
0.045	0.038	0.042	50.073	0.1993	0.2038	16.6167
0.038	Base	0.038	51.208	0.2038	0.0000	0.0000
		Total	251.225	1.000		

## Anexo 2- Matriz geral do ensaio de síntese de cloreto de alumínio.

Tabela A2-1. Matriz geral do ensaio de síntese de cloreto de alumínio.

Parâmetro	Unidades	1	2	3	4	5	6	7	8
massa de bauxite adicionada	g	10	10	10	10	10	10	10	10
Temperatura da digestão	°C	60	60	100	100	60	60	100	100
[NaOH]	mol/l	2	4	2	4	2	4	2	4
volume de NaOH	ml	150	150	150	150	150	150	150	150
massa de papel de filtro	g	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23	1.23
[HCL]	%	10	10	10	10	20	20	20	20
Volume de HCl precipitação	ml	78	130	68	136	48	110	78	107
volume de filtrado 1	ml	100	106	112	115	72	115	125	110
Massa de lama húmida c/ papel	g	42.1827	59.93	36.4	40.787	46.072	40.63	41.102	50.752
Massa de lama seca c/papel	g	13.554	14.018	12.562	18.828	14.802	16.041	14.403	18.083
Massa de lama seca	g	12.324	12.788	11.332	17.598	13.572	14.811	13.173	16.853
Massa de AL(OH) <sub>3</sub> hum c/papel	g	10.718	10.006	10.548	11.666	9.7061	12.193	9.7375	13.016
Massa de AL(OH) <sub>3</sub> seco c/papel	g	1.906	2.45	2.1632	2.5512	1.946	2.0417	2.0044	2.5186
Massa de Al(OH) <sub>3</sub> seco	g	0.676	1.222	0.9332	1.3212	0.716	0.8117	0.7744	1.2886
Volume da solução neutra	mll	176	230	168	236	100	250	190	208
volume de HCl de neutralização	ml	15	15	15	15	15	15	15	15
Massa de AlCl <sub>3</sub> Hum c/ papel	g	8.0357	6.5817	5.1405	5.6845	3.897	6.3824	10.474	7.2408
Massa de AlCl <sub>3</sub> seco c/ papel	g	6.664	2.7817	4.1556	4.4119	3.3418	4.9825	8.5557	6.4315
Massa AlCl <sub>3</sub> seco	g	5.434	1.5517	2.9256	3.1819	2.1118	3.7525	7.3257	5.2015

### Anexo 3. Espectroscopia de Infravermelho

#### A3.1. Tabela de valores de absorção no infravermelho

##### A3.1.1 Compostos orgânicos

#### 3.600 - 2.700 $\text{cm}^{-1}$

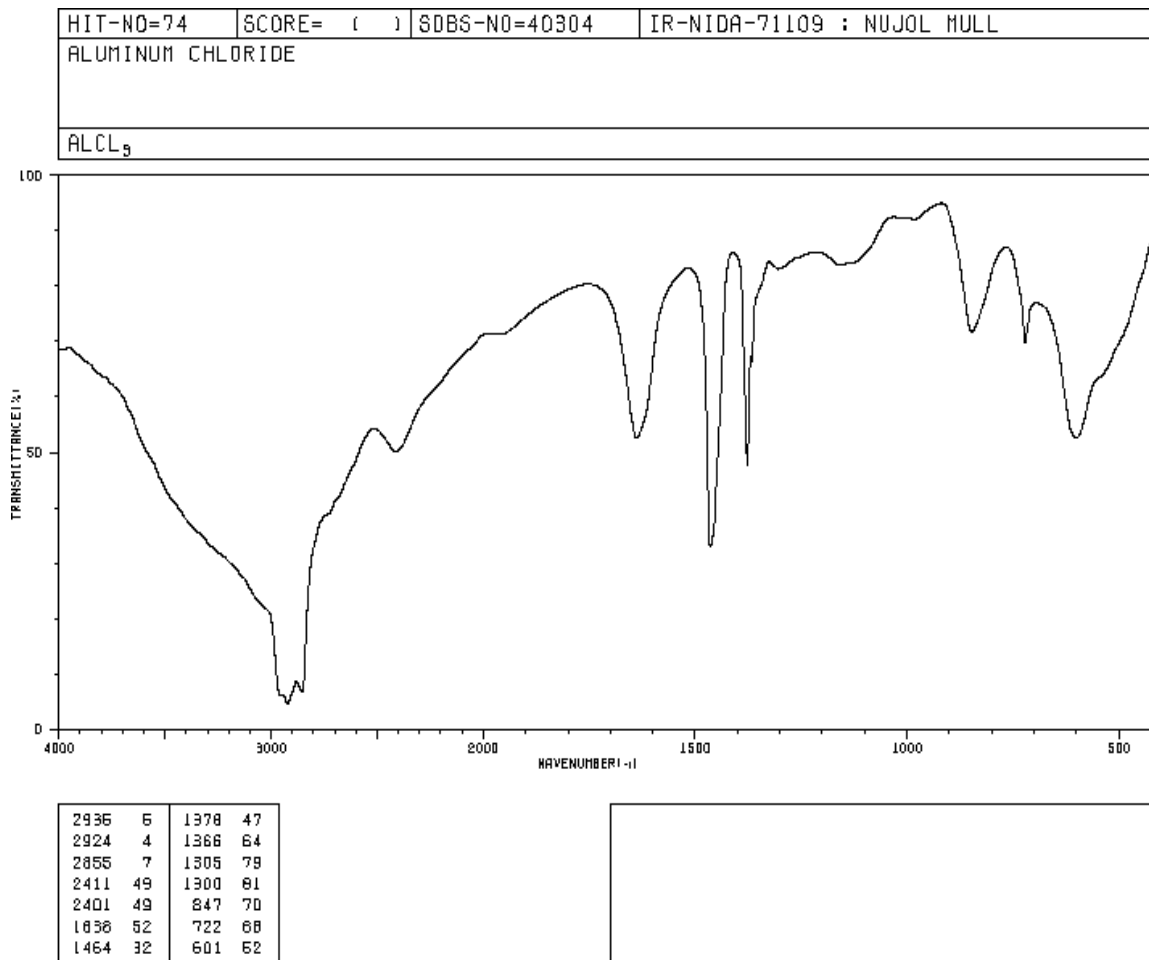
Absorção nesta região é associada às vibrações de deformação axial nos átomos de hidrogênio ligados a carbono, oxigênio e nitrogênio (C-H, O-H e N-H). Cuidados devem ser tomados quanto à interpretação de bandas de fraca intensidade, uma vez que estas podem ser harmônicas (2 vezes a frequência de bandas fortes na região de 1.900 - 1550  $\text{cm}^{-1}$ ).

Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Grupo funcional	Comentários
3.640 - 3.610	O-H (livre)	Banda fina, mais forte quando medida em solução diluída.
3.600 - 3.200	O-H (associado)	3.600 - 3.500: Banda fina resultante de ligações diméricas. 3.400 - 3.200: Banda forte, larga, resultante da associação polimérica. A intensidade da banda depende da concentração.
3.200 - 2.500	O-H (quelato)	Ligação de hidrogênio intramolecular com C=O, NO <sub>2</sub> : Banda larga, de intensidade normalmente fraca e a frequência é inversamente proporcional à força da ligação.
3.500 - 3.070	N-H	
~ 3.300	C-H de alcinos	Confirmado pela presença de uma banda de 2.260 - 2.100 (C=C).
3.080 - 3.020	C-H de alcenos	
~ 3.030	C-H de aromáticos	
2.960 - 2.850	C-H alifáticos	CH <sub>3</sub> , CH <sub>2</sub> (carbonos prim. e sec.): 2.960 - 2.850 CH (carbono terc.): 2.890 - 2.880
2.820 e 2.720	C-H de aldeídos	

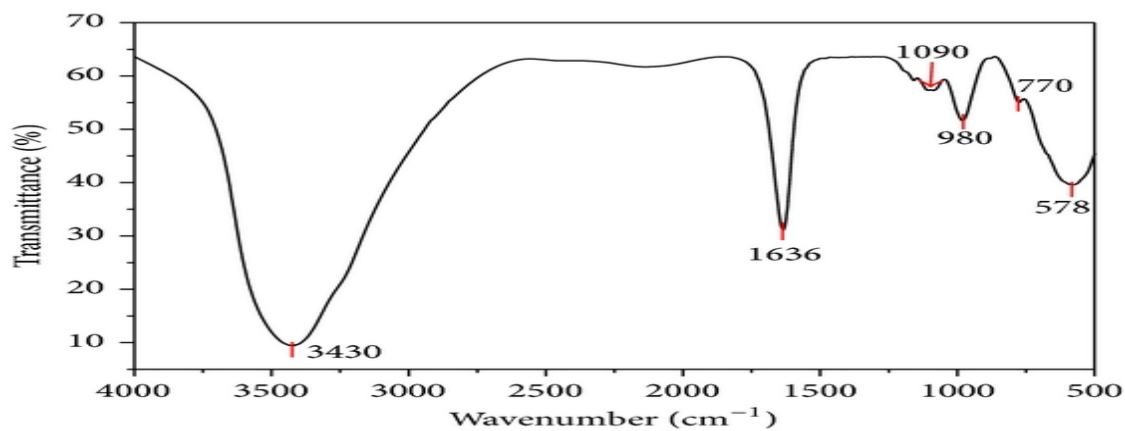


## A3.2. Espectros IV de substâncias identificados na amostra produzida e de alguns minerais selecionados

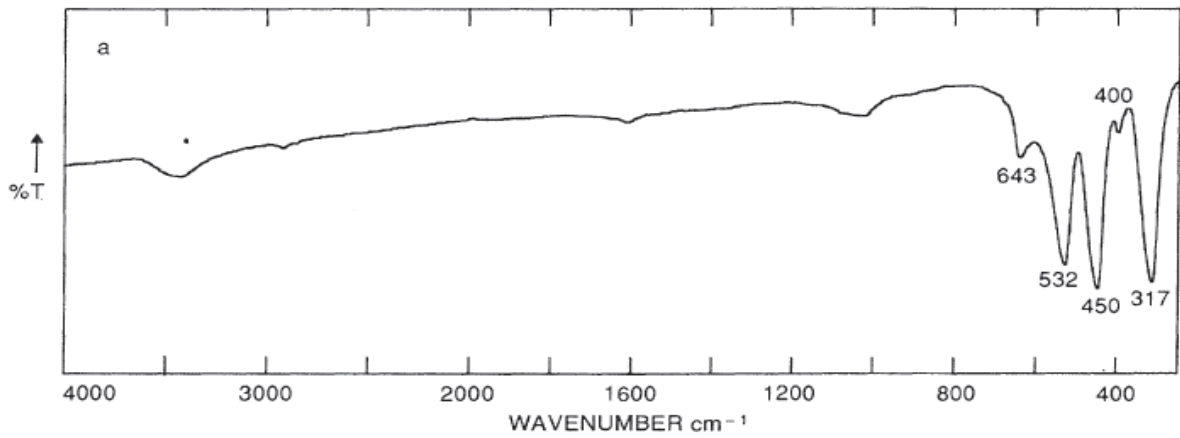
### a. Cloreto de alumínio



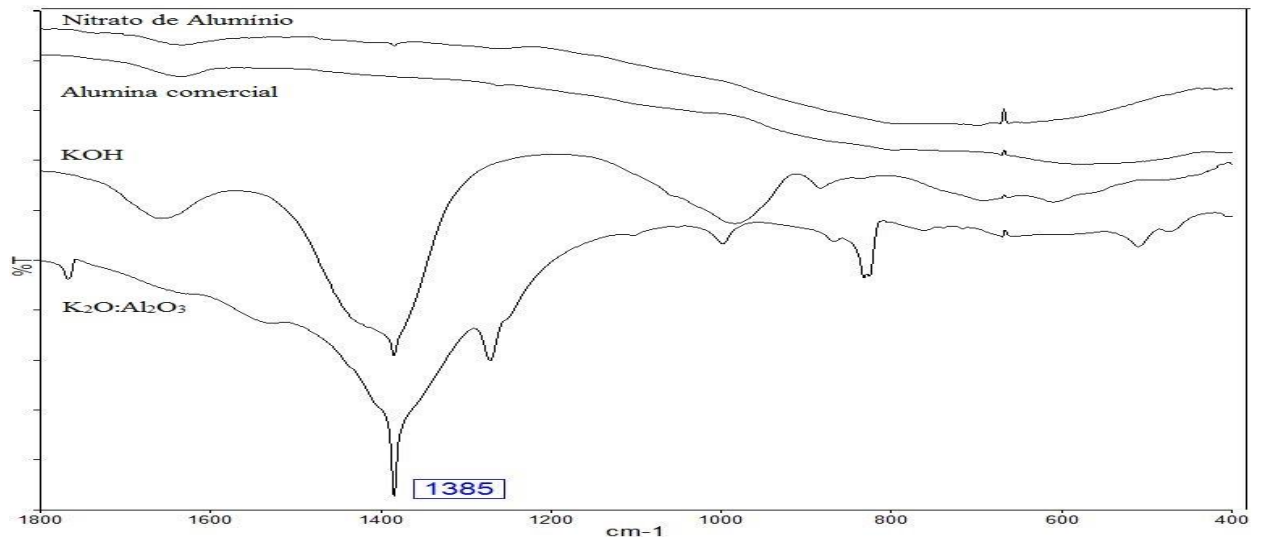
### b. Policloreto de alumínio



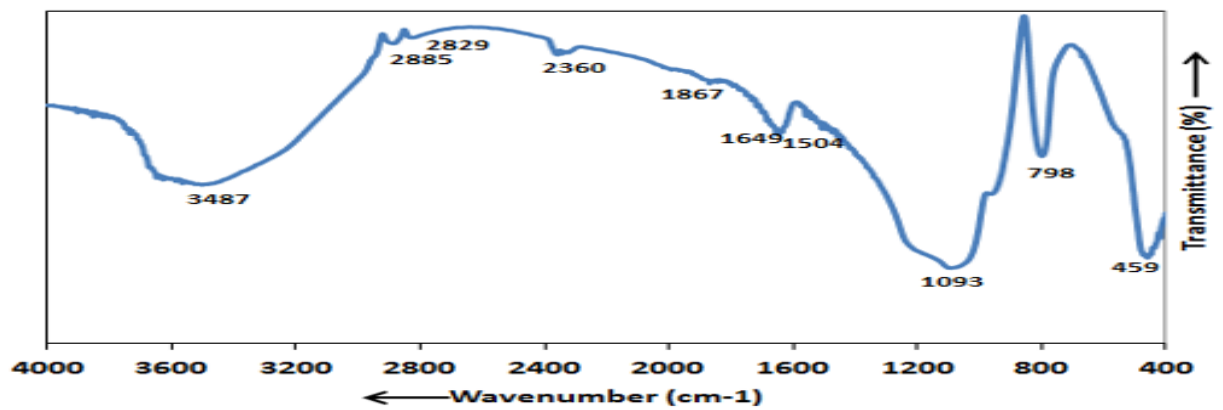
c. Óxido de ferro



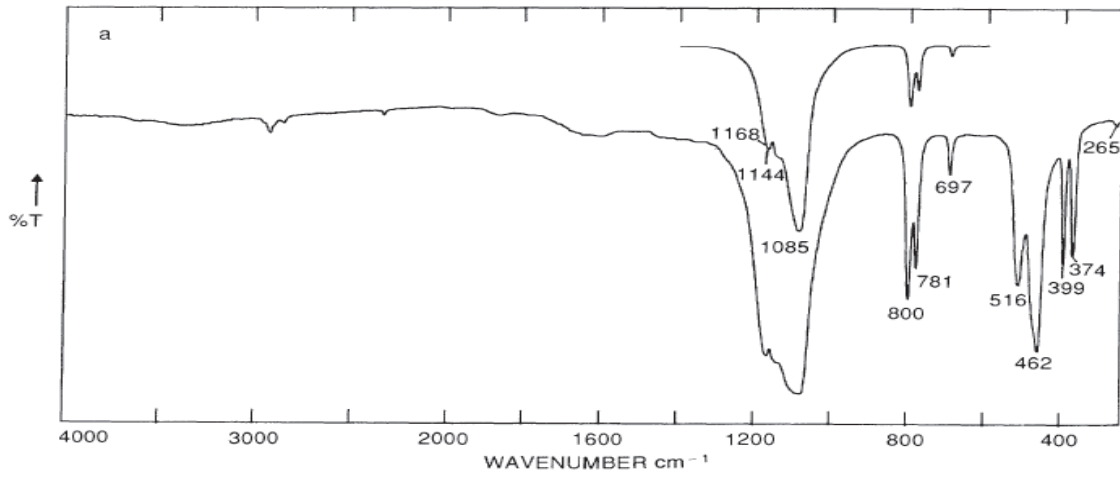
d. Óxido de alumínio



e. Dióxido de silício



f. Quartzo



#### A4. Eficiência do cloreto de alumínio no tratamento de água

**Tabela A4-1.** Variação da turbidez, da concentração de STD e do pH com a variação do volume da solução de Cloreto de Alumínio (0.01mol/l)

Jarro	Volume da solução de AlCl <sub>3</sub> (ml)	Turbidez	pH	STD
	0	51.4	7.72	981
1	2	37.03	8.1	976
3	5	25.9	8.07	978
2	8	15.8	8.04	968
4	10	14.58	8.01	976
5	15	12.25	8.09	980
6	20	9.39	8.07	998

**Tabela A4-2.** Variação da turbidez, da concentração de STD e do pH com a variação do volume da solução de Sulfato de Alumínio (0.01 mol/l)

Ensaio	Volume de solução de Al <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (ml)	Turbidez	pH	STD
0	0	51.4	7.72	981
1	2	36.0	7.91	974
2	5	21.3	7.98	969
3	8	11.0	7.77	957
4	10	10.7	7.75	953
5	15	6.45	7.88	938
6	20	6.23	7.65	937

**Tabela A4-3.** Variação da turbidez, da concentração de STD e do pH com a variação do volume da solução de Cloreto de ferro (0.01mol/l)

Ensaio	Volume da solução do FeCl <sub>3</sub> (ml)	Turbidez	pH	STD
0	0	51.40	7.72	981
1	2	40.28	7.96	976
2	5	27.83	8.08	965
3	8	17.40	7.91	957
4	10	15.70	7.85	955
5	15	16.35	8.06	948
6	20	10.22	7.78	947

**Tabela A4.4** Concentração dos sólidos totais dissolvidos dos coagulantes

Coagulante	STD (mg/L)
AlCl <sub>3</sub>	628.5
Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	200.5
FeCl <sub>3</sub>	822.0

**Tabela A4.5** Resultados de STD obtidos no ensaio em branco

Ensaio	Volume ad(ml)	STD		
		AlCl <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	FeCl <sub>3</sub>
0	0	5.38	5.58	5.38
1	2	5.01	4.49	5.86
2	5	7.79	7.44	11.98
3	8	10.96	9.41	17.86
4	10	15.84	11.26	21.24
5	15	19.96	15.03	33.7
6	20	25.27	18.29	42.67

**Tabela A4.6** Diferença entre a STD da água em estudo e o ensaio em branco

Ensaio	Volume ad(ml)	STD		
		AlCl <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	FeCl <sub>3</sub>
0	0	647.32	647.12	647.32
1	2	642.99	636.51	639.14
2	5	634.21	624.56	627.02
3	8	626.04	618.59	612.14
4	10	623.16	604.64	602.76
5	15	631.04	594.47	582.3
6	20	631.73	585.01	567.43