

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

**ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,
METALÚRGICA E DE MATERIAIS (PPGE3M)**

**CARACTERIZAÇÃO PARA O BENEFICIAMENTO DA ESCÓRIA ORIUNDA DO
PROCESSO DE RECICLAGEM DE ALUMÍNIO**

Taís Regina Cordeiro De Oliveira

Dissertação para a obtenção do título de Mestre em Engenharia

Porto Alegre
2018

ESCOLA DE ENGENHARIA

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,
METALÚRGICA E DE MATERIAIS (PPGE3M)**

**CARACTERIZAÇÃO PARA O BENEFICIAMENTO DA ESCÓRIA ORIUNDA DO
PROCESSO DE RECICLAGEM DE ALUMÍNIO**

Taís Regina Cordeiro De Oliveira

Dissertação submetida ao Programa de Pós- graduação em Engenharia de Minas Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia, modalidade Acadêmica.

Área de Concentração: Tecnologia Mineral, Ambiental e Metalurgia Extrativa.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Hoffmann Sampaio.

Porto Alegre

2018

A dissertação **CARACTERIZAÇÃO PARA O BENEFICIAMENTO DA ESCÓRIA ORIUNDA DO PROCESSO DE RECICLAGEM DE ALUMÍNIO** foi analisada e julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia – Área de Concentração Tecnologia Mineral Ambiental e Metalurgia Extrativa e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora designada pelo Programa de Pós- Graduação em Engenharias de Minas, Metalúrgica e de Materiais.

Prof. Dr. Carlos Hoffmann Sampaio (Orientador)

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann (Coordenador do PPGE3M/UFRGS)

Aprovada em:

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Gabriel Meneghetti Faé Gomes
(Sulina de Metais)

Prof. Dra. Meise Pricila de Paiva
(UNIPAMPA – Universidade Federal do Pampa)

Prof. Dr. Weslei Monteiro Ambrós

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Reitor: Rui Vicente Oppemann
Vice- Reitor: Jane Fraga Tutikian

ESCOLA DE ENGENHARIA

Diretor: Luiz Carlos Pinto da Silva Filho
Vice-Diretora: Carla Schwengber ten Caten

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS, METALÚRGICA E DE MATERIAIS (PPGE3M)

Coordenador: Carlos Pérez Bergmann

FICHA CATALOGRÁFICA

CIP - Catalogação na Publicação

Oliveira, Tais Regina Cordeiro de
CARACTERIZAÇÃO PARA O BENEFICIAMENTO DA ESCÓRIA
ORIUNDA DO PROCESSO DE RECICLAGEM DE ALUMÍNIO / Tais
Regina Cordeiro de Oliveira. -- 2018.
66 f.
Orientador: Carlos Hoffmann Sampaio.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do
Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de
Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de
Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2018.

1. Reciclagem. 2. Escória de alumínio. 3.
Caracterização. 4. Britagem. 5. Teor. I. Sampaio,
Carlos Hoffmann, orient. II. Título.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, a minha mãe e irmã por todo amor, compreensão e por ser a inspiração e alicerce para almejar sempre mais e o que de melhor a vida possa oferecer; pessoas a quem dedico este estudo.

Ao Dr. Carlos Hoffmann Sampaio pela orientação, incentivo e liberdade oferecidos, fatores imprescindíveis para a realização deste trabalho. Grata também aos colegas do Laboratório de Processamento Mineral (LAPROM) pelos ensinamentos, conselhos e ajuda em diferentes momentos desta jornada.

Em especial a Jaqueline L. Mohr (Jáaaque) pela companhia e apoio em todas as horas e sem medir esforços e a professora Dr. Gelsa Edith pela fundamental ajuda na realização das análises de EDS e químicas.

As bolsistas de iniciação científica Aline Krum e Amanda Wociechoski pelas análises de densidade e resenhas.

Ao Laboratório de Difractometria de Raios-X do Instituto de Geociências da UFRGS, em especial aos queridos Dr. Lucas Bonan Gomes e Me. Edgar Bercht pela atenção e qualidade dos trabalhos realizados.

Ao colega Gerson Miltzarek pela solicitude e presteza quanto à operação dos equipamentos; a colega Ariane Kuerten pelas “chacrinhas”.

A empresa Sulina de Metais S/A e ao engenheiro Gabriel pelo fornecimento do tema deste trabalho e por facilitar os trâmites das análises feitas para este estudo.

RESUMO

Atualmente nota-se um aumento significativo do uso da reciclagem no que diz respeito à otimização e sustentabilidade de processos industriais. Ao buscar estas melhorias, neste estudo foram utilizadas etapas como a de amostragem, britagem, análises de densidade, umidade, peneiramento, espectrometria de energia dispersiva (EDS), difratometria de raios-x (DRX), ensaios de afunda-flutua e análises químicas por espectrometria de absorção atômica com objetivo de caracterizar a escória obtida do processo de reciclagem de alumínio. A caracterização forneceu dados relativos aos elementos constituintes, às propriedades químicas e físicas da escória de metalurgia de maneira a possibilitar a obtenção de teores de alumínio entre 5 a 7 % do total da massa retirada do forno metalúrgico. Para tanto, foram realizadas duas etapas de britagem, uma em equipamento de mandíbula e outra em equipamento de rolo, que preparou a escória de reciclagem para as análises químicas. Assim foi possível estabelecer o alumínio (Al), oxigênio (O), cloro (Cl), sódio (Na), potássio (K), zinco (Zn) e ferro (Fe) como elementos predominantes. Estes elementos foram confirmados ao se encontrarem distribuídos nas sete fases cristalográficas: cloreto de potássio (KCl), óxido de zinco (ZnO), hematita (Fe_2O_3), halita/cloreto de sódio (NaCl), ganita (ZnAl_2O_4), óxido cloreto de alumínio e potássio (KAlCl_2O) e a alumina/corundum (Al_2O_3), adquiridas por análise de difratometria de raios-x (DRX). De acordo com as análises químicas por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS), os maiores teores de alumínio encontram-se nas frações mais grossas de material (+150#), em especial na amostra bruta (~11,5 %). e com o ensaio de afunda-flutua as partículas mais finas, aproximadamente 63 %, possuem densidade maior que 2,7 g/cm³, sendo que esta fração densimétrica também apresenta menor teor de alumínio o que permite propor que os maiores teores de Al encontram-se nas frações menos densas e de maior granulometria. A partir deste estudo pode-se concluir que é viável a obtenção de teores de alumínio total na ordem de 11 % ao utilizar duas etapas de britagem em equipamentos de mandíbulas e de rolo, excluindo a necessidade de utilização de água para lavagem da escória para acesso ao metal de interesse.

Palavras-chave: **Reciclagem. Escória de alumínio. Caracterização. Britagem. Teor.**

ABSTRACT

Nowadays, a significant increase in the use of recycling is related to optimization and sustainability industrial processes. In this study, steps such as sampling, crushing, analysis of density, umidity, sieving, dispersive energy spectrometry (EDS), x-rays diffraction (XRD), sink and float and chemical tests by flame atomic absorption spectrometry (FAAS) were used for characterizing the slag obtained from the recycling process. The characterization will provide data of the elements, and about the chemical and physical properties of the metallurgy slag allowing to obtain aluminum grades between 5 and 7 % of the total mass removed from the metallurgical furnace. It was necessary two crushing stages, in jaw and roller equipments which prepared the recycling slag for the chemical analyes. Through this chemical test, fase aluminium (Al), oxygen (O), chlorine (Cl), sodium (Na), potassium (K), zinc (Zn) and iron (Fe) were the predominant elements; these elements were confirmed in seven of the crystallographic phases acquired by x-ray diffraction (XRD) analysis: potassium chloride, zinc oxide, hematite, sodium chloride, gahnite, aluminum chloride and potassium oxide and alumina. According to *Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS)* chemical analyzes, the highest concentrations of aluminum are found in the coarse fractions of material, especially in the coarse sample (~ 11,5 %). Also, by means of sink and float tests, it was possible to verify that the fines particles (approximately 63% showed density greater than 2,7 g/cm³. This densimetric fraction also presented a lower aluminum content, which allows to propose that the higher Al grades were found in the less densimetric fractions and larger particle sizes. It is possible to conclude that it is feasible to obtain total aluminum grade in the order of 11 % by using two crushing stages (in jaw and roller equipment), excluding the need to use water to wash the slag for access to the metal of interest.

Keywords: **Recycling. Aluminum slag. Characterization. Crushing. Grade.**

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	12
1. OBJETIVOS	13
1.1. Geral	13
1.2. Específico.....	13
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1. RECICLAGEM DE ALUMÍNIO	14
2.2. A ESCÓRIA PRODUZIDA A PARTIR DA RECICLAGEM DE ALUMÍNIO ...	19
2.2.1. Formação.....	19
2.2.2. Composição	20
2.2.3. Amostragem.....	21
2.3. CARACTERIZAÇÃO	22
2.3.1. Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	24
2.3.2. Difratomia de Raios-X (DRX).....	25
2.3.3. Picnometria.....	26
2.3.4. Espectrometria de absorção atômica	27
2.4. CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO A PARTIR DA ESCÓRIA DE RECICLAGEM.....	30
2.4.1. Concentração gravimétrica – Ensaio Afunda-Flutua.....	33
3. MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1. AQUISIÇÃO E PREPARAÇÃO DO MATERIAL	35
3.1.1. Amostragem	35
3.1.2. Cominuição, homogeneização e quarteamento	36
3.2. CARACTERIZAÇÃO DA ESCÓRIA	38
3.2.1. Espectroscopia de energia dispersiva (EDS)	38
3.2.2. Densidade	38
3.2.3. Umidade	39
3.2.4. Difração de Raios-X (DRX).....	39
3.3. ENSAIOS DE CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO (Al)	41
3.3.1. Afunda-Flutua	41
3.3.2. Espectrometria de Absorção Atômica (AAS)	42
4. RESULTADOS	43
4.1. Espectrometria de energia dispersiva (EDS).....	43

4.2. Densidade e Umidade	46
4.3. Difractometria de Raios-X (DRX)	46
4.4. Ensaio de afunda-flutua (A-F).....	49
4.5. Análises químicas da alimentação/bruta e dos produtos da concentração gravimétrica.....	50
5. CONCLUSÕES	54
REFERÊNCIAS.....	56
ANEXO 1.....	61

ÍNDICE DE FIGURAS E TABELAS

Figura 1 - Comparação do percentual de reciclagem de embalagens consumidas. .	15
Figura 2 - Produção de reciclados e a produção total de alumínio.....	15
Figura 3 - Fluxograma das etapas de produção do alumínio secundário.	16
Figura 4 - Fluxo tradicional de reciclagem.....	17
Figura 5 - Material a ser reciclado em alto forno; (a) embalagens de desodorante aerosol e (b) bandejas de alumínio prensadas.....	17
Figura 6 - Retirada da escória do forno rotativo.	19
Figura 7 - Fluxograma de amostragem em tratamento de minérios.....	22
Figura 8 - Esquema de funcionamento da técnica de Espectrometria por energia dispersiva.	24
Figura 9 - Difração de raios-x e a Lei de Bragg.....	25
Figura 10 - Transição eletrônica em átomo gasoso: excitação x emissão.	27
Figura 11 - Esquema de funcionamento do espectrômetro de absorção atômica.....	28
Figura 12 - Esquema do equipamento de ultrassom.....	30
Figura 13 - Fluxograma de concentração de alumínio em escórias.....	31
Figura 14 - Princípio da separação em meio denso.	33
Figura 15 - Sequência de realização dos ensaios densimétricos.....	34
Figura 16 - Bloco amostrado para realização dos testes.	36
Figura 17 - Homogeneização por pilha alongada.....	36
Figura 18 - Esquema de quarteamento para composição de alíquotas.	37
Figura 19 - Fluxograma da preparação da amostra.	37
Figura 20 - Fluxograma de preparação e caracterização da escória originada da reciclagem de alumínio.	40
Figura 21 – (a) Imagem das partículas da amostra bruta pulverizada; aumento 1500x; (b) elementos constituintes e (c) identificação dos elementos.....	44
Figura 22 – (a) Imagem das partículas da amostra -150# (- 0,1mm) lavada com aumento de 1500; (b) elementos constituintes e (c) identificação dos elementos.....	45
Figura 23 - Difratoograma da amostra bruta.	47
Figura 24 - Difratoograma da amostra lavada +150# (+0,1mm).....	48
Figura 25 - Difratoograma da amostra lavada -150# (-0,1mm).	49
Figura 26 - Curva densimétrica obtida a partir dos testes de afunda-flutua.	50

Tabela 1 - Classificação das sucatas de alumínio.....	18
Tabela 2 - Composição química dos tipos de escória oriundos do processo de concentração de alumínio secundário.....	20
Tabela 3 - Etapas de concentração da escória.....	32
Tabela 4 - Relação de material de alimentação do forno.....	35
Tabela 5 - Resultado das análises de densidade e umidade.....	46
Tabela 6 - Fases identificadas e aproximação semiquantitativa da amostra bruta. ..	47
Tabela 7 - Fases identificadas e aproximação semiquantitativa da amostra lavada +150# (+0,1mm).....	48
Tabela 8 - Fases identificadas e aproximação semiquantitativa da amostra lavada - 150# (-0,1mm).....	49
Tabela 9 - Fração densimétrica x Massa.....	50
Tabela 10 - Teor de alumínio (Al) obtido por FAAS.....	51
Tabela 11 - Teor de zinco (Zn) obtido por FAAS.....	51
Tabela 12 - Teor de potássio (K) obtido por FAAS.....	52
Tabela 13 - Teor de sódio (Na) obtidos por FAAS.....	52
Tabela 14 - Teor de ferro (Fe) obtido por FAAS.....	53
Tabela 15 - Teor de cobre (Cu) obtido por FAAS.....	53

INTRODUÇÃO

Percebe-se nos dias atuais a busca intensa pela otimização dos processos industriais e por torná-los cada vez mais sustentáveis, baseando-se principalmente no processo de reciclagem. No que se refere à indústria de reciclagem de alumínio, o aumento do uso desta técnica pode ser justificada pela economicidade da mesma, se comparada ao processo de obtenção primária do metal, esta economicidade é devida às características do material, que permite ser submetido a vários ciclos de reciclagens. Ainda, a reciclagem permite minimizar a emissão de poluentes causada pela fusão de metais, assim como expressa o significativo aumento na conscientização da população sobre a importância da reciclagem nas últimas décadas (ABAL, 2018).

Pensando nisso e na possibilidade de diversificar a oferta de produtos, a empresa Sulina de Metais S.A. em parceria com o Laboratório de Processamento Mineral – LAPROM, do Centro de Tecnologia da Escola de Engenharia da UFRGS buscam viabilizar, em termos técnicos, a utilização do rejeito (escória) proveniente da reciclagem de materiais aluminíferos em alto forno e adaptá-lo ao mercado consumidor de interesse.

Assim sendo, este trabalho teve como foco conhecer as propriedades inerentes a esta escória oriunda dos fornos metalúrgicos, e buscar através de métodos gravimétricos, concentrar o alumínio presente na escória oriunda do processo de reciclagem. Para tanto, foram inicialmente executadas as etapas de amostragem e preparação do material. Na sequência, foram realizadas análises de difração de raios-x (DRX), espectroscopia de energia dispersiva (EDS), densidade e umidade, aliadas às análises de espectroscopia de absorção atômica para quantificação dos constituintes desta escória para assim adequá-la à etapa posterior. Esta fase consistiu em utilizar técnicas de beneficiamento para obtenção do alumínio, culminando em uma rota de processo que minimize os impactos ambientais causados pela deposição deste rejeito e principalmente, aumente a produção de alumínio secundário, incrementando a rentabilidade do empreendimento.

1. OBJETIVOS

1.1. Geral

Com foco na proposição de uma rota de beneficiamento do rejeito contendo alumínio, o presente estudo visa caracterizar as propriedades físicas e químicas da escória de metalurgia oriunda do processo de reciclagem.

1.2. Específico

Realizar a caracterização desta escória da reciclagem de alumínio a partir:

- da amostragem para coleta de material;
- da preparação do material utilizando 2 etapas de britagem;
- dos ensaios de umidade;
- da análise de densidade;
- das análises de EDS para qualificação dos elementos constituintes;
- da análise de DRX e
- das análises químicas para quantificação dos elementos que constituem a escória de reciclagem através da espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

Assim, estas etapas primárias proporcionarão ferramentas que possibilitem a busca pela concentração de teores na faixa de 5 a 7 % de alumínio total na massa que é retirada do alto forno de metalurgia.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

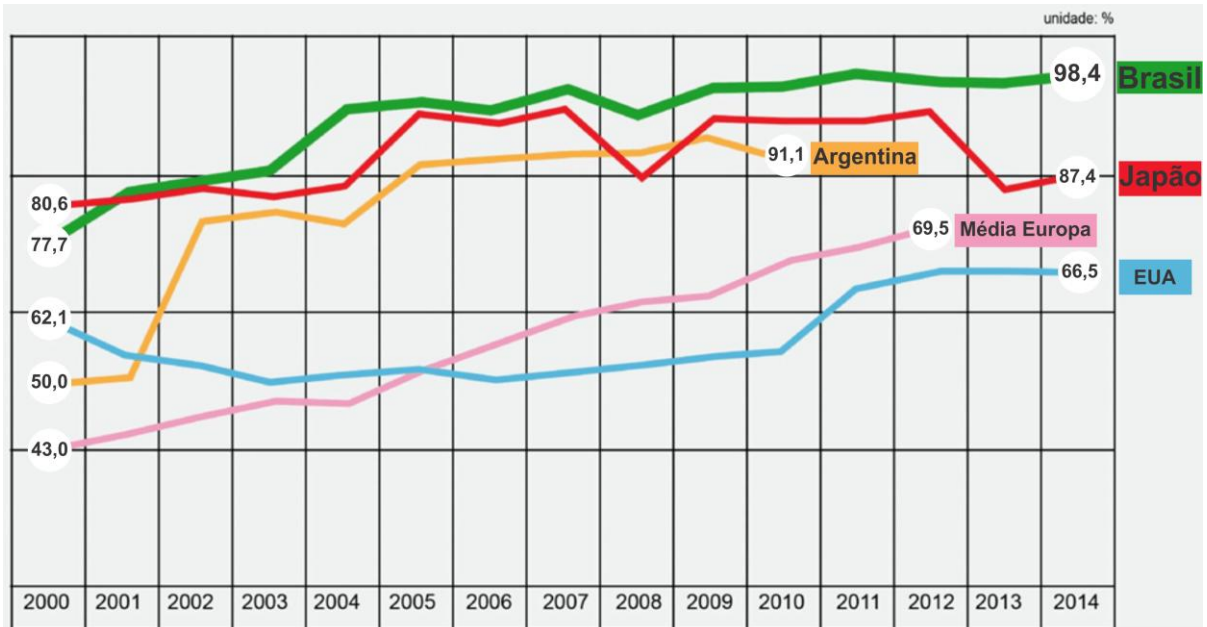
2.1. RECICLAGEM DE ALUMÍNIO

Pelo fato de sua indústria estar predisposta à sustentabilidade no que tange aos fatores econômicos, sociais e ambientais, a reciclagem é o principal atributo quando se fala do alumínio. Este processo de reaproveitamento do metal deve-se majoritariamente pela possibilidade de reciclagem inúmeras vezes sem perda das características do material, ao contrário de outros produtos e também pelo baixo consumo de energia, em torno de 5 % da energia utilizada para produção de alumínio primário. A reciclagem de alumínio no Brasil coincide com a implantação da indústria deste metal nos idos de 1920, tal correspondência é devida ao uso da sucata importada de vários países como matéria prima (ABAL, 2018).

A indústria de reciclagem de alumínio, também conhecida como indústria secundária de produção de alumínio, a partir do ano de 1980 aumentou significativamente a produção de metal reciclado no Brasil, segundo a Associação Brasileira do Alumínio (ABAL), atualmente o país apresenta altos índices de eficácia por reciclar praticamente toda sucata disponível, superando a média mundial. Para se ter um comparativo, das 292,5 mil toneladas de sucata de latas de alumínio para embalagem de bebidas recicladas no ano de 2015, 97,9 % representam o total de embalagens consumidas recicladas no mesmo ano. O gráfico apresentado na Figura 1 demonstra a total efetividade do processo de reciclagem de embalagens no Brasil, principalmente, e em outros países, sendo a posição de liderança ocupada pelo Brasil desde o ano de 2001.

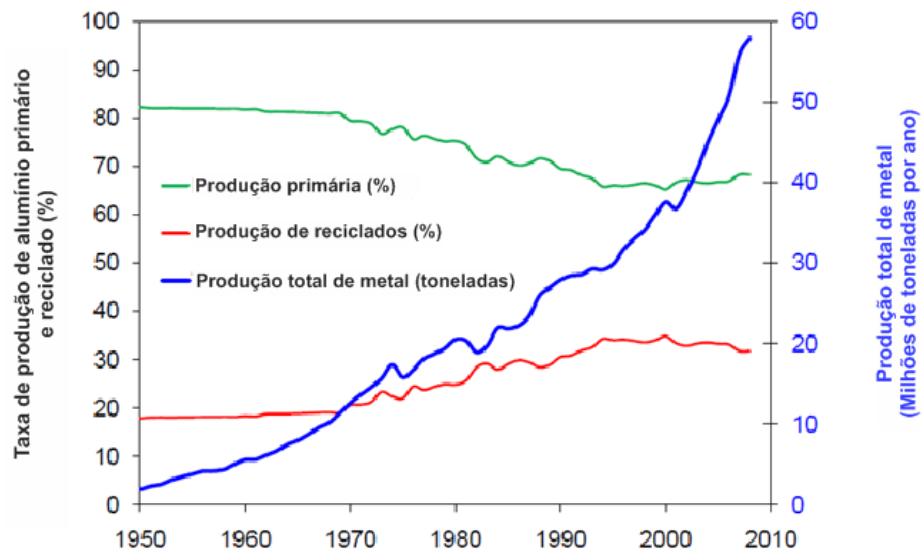
Quanto à reciclagem de alumínio em diferentes partes do mundo, a Figura 2 demonstra o aumento da produção de reciclados de alumínio segundo o *International Aluminium Institute - IAI* (2009) como agente impulsionador do aumento do total de metal produzido. Já no que diz respeito aos mercados recicladores, o norte-americano e europeu apresentaram maior desenvolvimento nos últimos 70 anos, operando com tecnologia avançada e economicamente robusta. No mercado oriental, o Japão retomou a produção de alumínio nos anos 80 a partir da reciclagem, enquanto países como China, Rússia e Índia promovem pequenos incrementos das atividades de reciclagem (Hydro, 2018).

Figura 1 - Comparação do percentual de reciclagem de embalagens consumidas.



Fonte: ABAL and The Japan Can Recycling Association (2016)

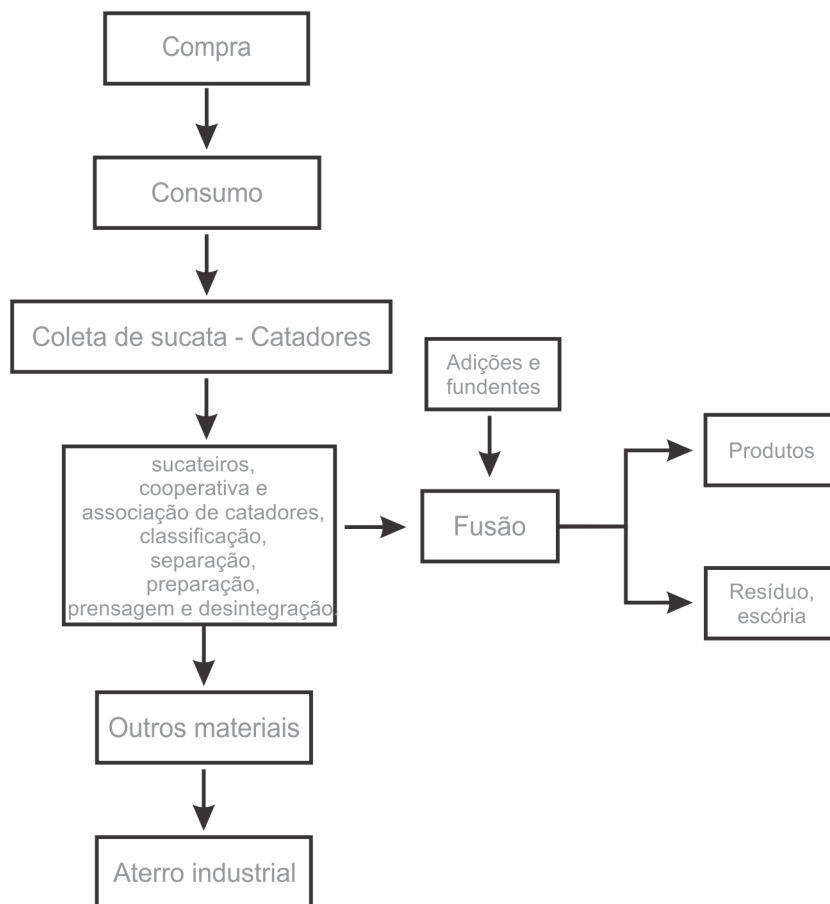
Figura 2 - Produção de reciclados e a produção total de alumínio.



Fonte: International Aluminium Institute-IAI (2009)

Em 2011, Lino propôs um fluxograma para demonstrar as etapas de compra, consumo, fusão, produtos, dentre outras, constituídas no processo de produção de alumínio secundário, como pode ser visto na Figura 3.

Figura 3 - Fluxograma das etapas de produção do alumínio secundário.



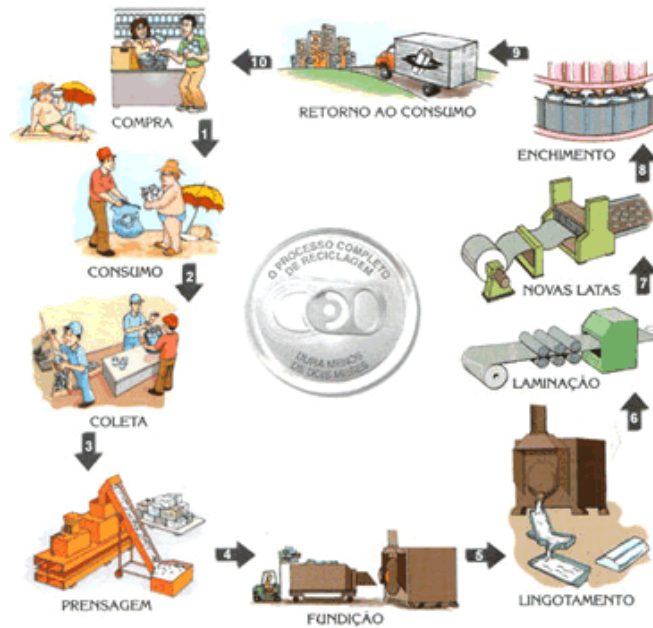
Fonte: Modificado LINO (2011)

A este fluxograma, a ABAL acrescenta cinco outras etapas que complementam o processo de reciclagem, estes processos são:

- i. o lingotamento: moldagem do alumínio fundido após passagem por alto forno;
- ii. a laminação: redução de espessura do bloco/lingote para a forma de lâminas;
- iii. novas latas: confecção de novas embalagens;
- iv. enchimento e
- v. retorno ao consumo.

É válido enfatizar que o fluxograma de reciclagem explicitado na Figura 4 diz respeito ao processo executado para produção de latas, porém é objeto de modelo para a produção dos demais itens que utilizam o alumínio reciclado.

Figura 4 - Fluxo tradicional de reciclagem.



Fonte: Associação Brasileira do Alumínio - ABAL (2018)

Para obtenção de alumínio secundário, uma grande variedade de tipos de sucata compõe a alimentação dos fornos metalúrgicos. Esta pode conter desde produtos do alto forno como as borras preta ou branca, que serão abordadas posteriormente, até painéis, radiadores, bandejas, embalagens de desodorantes aerossóis e chaparia (Figura 5).

Figura 5 - Material a ser reciclado em alto forno; (a) embalagens de desodorante aerossol e (b) bandejas de alumínio prensadas.



Fonte: Autoria própria.

Ainda, os constituintes desta sucata podem apresentar especificações distintas, como mostra a Tabela 1.

Tabela 1 - Classificação das sucatas de alumínio.

Tipo	Descrição
Bloco (Tense/Trump)	Blocos de alumínio isentos de contaminantes (ferro e outros), com teor máximo de 2% de óleos e/ou lubrificantes.
Borra (<i>Thirl</i>)	Borra de alumínio com teores variáveis e percentual de recuperação a ser estabelecido entre vendedor e comprador.
Cabos com alma de aço (<i>Taste</i>)	Retalhos de cabos de alumínio não ligados, usados, com alma de aço
Cabos sem alma de aço (<i>Taste</i>)	Retalhos de cabos de alumínio não ligados, usados, sem alma de aço.
Chaparia (Taint/Tabor)	Retalhos de chapas e folhas, pintadas ou não, com teor máximo de 3% de impurezas (graxa, óleo, parafusos, rebites etc.); chapas usadas de ônibus e baús, pintadas ou não; tubos aerossol (sem cabeça); antenas limpas de TV; cadeiras de praia limpas.
Estamparia branca (<i>Taboo</i>)	Retalhos de chapas e folhas, sem pintura e outros contaminantes (graxa, óleo, parafusos, rebites etc).
Latas prensadas (<i>Taldack</i>)	Latas de alumínio usadas decoradas, prensadas com densidade entre 400 kg/m ³ e 530 kg/m ³ , com fardos paletizados ou amarrados em lotes de 1.500 kg, em média, com espaço para movimentação por empilhadeira, teor máximo de 2,5% de impurezas, contaminantes e umidade.
Panela (<i>Taint/Tabor</i>)	Panelas e demais utensílios domésticos, isentos de cabos – baquelite, madeira, etc. – e de ferro – parafusos, rebites etc.
Pistões (Tarry)	Pistões automotivos isentos de pinos, anéis e bielas de ferro, com teor máximo de 2% de óleos e/ou lubrificantes.
Perfil misto (sem identificação específica)	Retalhos de perfis pintados, soltos ou prensados, com teor máximo de 2% de contaminantes (ferro, óleo, graxa e rebites).
Radiador alumínio- alumínio (<i>Taint/Tabor</i>)	Radiadores de veículos automotores desmontados, isentos de cobre, “cabeceiras” e outros contaminantes (plástico e ferro).
Radiador alumínio-cobre (<i>Talk</i>)	Radiadores de veículos automotores desmontados, isentos de “cabeceiras” e outros contaminantes (plásticos e ferro).

Fonte: Modificado de ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO - ABAL (2018)

2.2. A ESCÓRIA PRODUZIDA A PARTIR DA RECICLAGEM DE ALUMÍNIO

2.2.1. Formação

A escória oriunda do processo de obtenção do alumínio secundário é formada quando materiais de origem industrial, compostos por retalhos de reprocessos gerados em fábricas, e que já estão no fim de sua vida útil são fundidos em forno basculante rotativo. Este tipo de forno possibilita o controle adequado da carga sólida com os gases quentes e com o calor da parede do forno devido à temperatura entre 700 e 750 °C ocorre então o aquecimento rápido das paredes do forno e troca eficiente de calor com a carga. Após fundição do metal, ocorre a retirada para confecção dos lingotes sendo que essa retirada necessita de uma ferramenta aparadora que impede a passagem da escória (Mextra Metal, 2018), posteriormente despejada em caçambas (Figura 6) para resfriamento e disposição.

Figura 6 - Retirada da escória do forno rotativo.



Para diminuir a tendência à oxidação, este forno possui uma porta que permite a entrada mínima de ar e ainda, a adição de sais como cloreto de sódio

(NaCl) e cloreto de potássio (KCl) é comumente realizada para também evitar a oxidação do metal.

2.2.2. Composição

De acordo com Petravatzí (2007), as escórias são classificadas de acordo com a quantidade de metal que possuem. Atualmente são conhecidos três tipos de escórias, originadas do processo de concentração de alumínio secundário:

- i. a borra branca ou *white dross* gerada durante a fusão do alumínio;
- ii. a borra preta ou *black dross* gerada em fornos de reverbero com pequena adição de sais para promover a camada protetora do metal e
- iii. a borra salina também conhecida como *salt cake*, gerada em fornos rotativos utilizando sais para promover proteção à superfície do metal (Mextra Metal, 2018).

A Tabela 2 discrimina os tipos de borra e quantifica os principais constituintes.

Tabela 2 - Composição química dos tipos de escória oriundos do processo de concentração de alumínio secundário.

Tipo de borra	% de Al	% de Óxidos	% de Sais
Borra Branca (<i>White dross</i>)	25-80	20-85	0-1
Borra Preta (<i>Black dross</i>)	7-50	30-50	30-50
Borra Salina (<i>Salt cake</i>)	3-10	20-60	20-80

Fonte: GUIDELINES AND DEFINITIONS, BY-PRODUCTS OF ALUMINIUM MELTING PROCESS.

Também quanto à composição da escória, Tsakiridis (2012) ao revisar a caracterização e utilização de borras salinas ainda afirmou que estas também podem conter impurezas como carbonetos, nitratos, sulfatos e fosfatos conferindo toxicidade e periculosidade às borras da reciclagem.

2.2.3. Amostragem

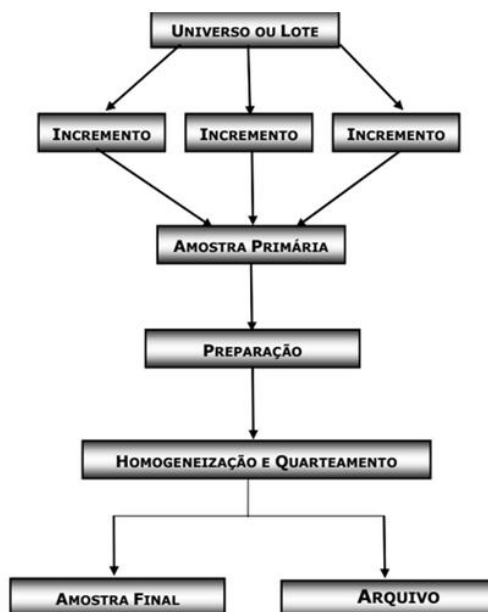
Góes *et al.* (2004) ao escrever sobre amostragem, afirma que este é um processo de retirada de incrementos em quantidades concordantes com objetivo de compor uma amostra global representativa do material que se deseja amostrar. Tal processo seleciona e infere sobre o todo, a partir do conhecimento de uma parte e é principalmente utilizado para avaliar depósitos minerais e realizar controle de processos. A amostragem também é aplicada na comercialização de produtos, de acordo com Allen (1981), pelo fato de amostragem mostrar-se importante para o sucesso de um projeto industrial. A princípio, a representatividade da amostra é válida para avaliação de importantes parâmetros de interesse, como:

- i. densidade;
- ii. teor;
- iii. umidade;
- iv. distribuição granulométrica; e
- v. constituintes minerais.

Conforme dito por Góes *et al.* (2004), o plano de amostragem deve conter o método de retirada da amostra primária, sendo este método importante para que a composição da amostra dependa principalmente do tipo do material; um exemplo é o tipo de amostragem denominada aleatória. Geralmente utilizada quando há pouca informação sobre o material a ser amostrado, a amostragem aleatória permite a escolha fortuita de incrementos proporcionando a todas as partes, a mesma probabilidade de serem escolhidas.

Em complemento a esta etapa, Góes *et al.* (2004) sugere que a amostra primária seja submetida a uma série de etapas de preparação que envolvem operações de redução de tamanho, homogeneização e quarteamento, para obtenção da amostra final, e granulometria adequadas à realização de ensaios e/ou análises, como pode ser confirmado na Figura 7 proposta por Oliveira *et al.* (2007).

Figura 7 - Fluxograma de amostragem em tratamento de minérios.



Fonte: OLIVEIRA *et al.* (2007)

Este fluxograma, proposto por na realização de amostragem para o tratamento de minérios, é dividido em seis etapas. Nele um universo/lote é separado em incrementos, porção retirada do lote que comporão a amostra primária. Esta amostra, fração manipulável resultante de todo processo de amostragem, é submetida a dois processos fundamentais de preparação para garantia de uniformidade em cada alíquota obtida posteriormente. Estes processos são denominados homogeneização e quarteamento. Em seguida, a redução em termos de massa relativa à amostra primária forma a amostra final, ideal para realização de análises e testes do processo de tratamento do minério.

2.3. CARACTERIZAÇÃO

A etapa de caracterização de minérios é imprescindível para definição correta da rota de um processo, pois ela permite identificar e quantificar os minerais de interesse e de ganga e define as propriedades físicas e químicas. Assim, possibilita apontar com precisão as ineficiências e perdas em processos existentes para que se busque maior rendimento global em uma planta de beneficiamento (Neumann *et al.* 2004).

Neumann ainda afirma que a caracterização pode ser dividida em quatro subetapas, citadas a seguir:

i. **fracionamento da amostra**: facilita a identificação/individualização dos minerais e fornece informações quanto às propriedades físicas dos minerais através de determinação de densidade, por exemplo;

ii. **a identificação de fases**: permite de forma clara, fácil e segura o reconhecimento dos minerais constituintes ao utilizar técnicas como a difração de raios-x (DRX);

iii. **a quantificação dos minerais**;

iv. **liberação do mineral de interesse**: busca verificar a liberação do mineral de interesse em relação a ganga. Atualmente, métodos que utilizam análise de imagens têm sido largamente utilizados para provimento de resultados mais precisos e completos.

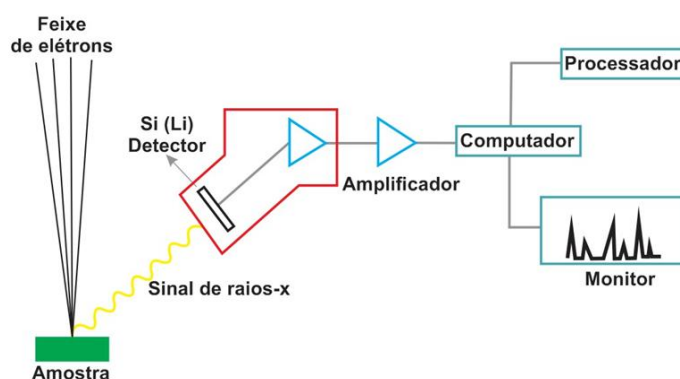
Barros (2005) ao desenvolver a caracterização tecnológica de um minério fosfático de Minas Gerais afirma que a investigação tecnológica é uma etapa prévia aos estudos de concentração/processos que busca analisar os recursos minerais para as indústrias de transformação. Esta investigação é orientada pelas exigências do processo e adequa-se às especificidades de cada situação, promovendo a avaliação das possibilidades e condições de tratamento do minério em questão.

Devido à importância da caracterização, Pimentel *et al.* (2017) aplicaram tal procedimento em escória de alto forno para buscando viabilizar o uso em obras de construção civil. Para tanto, ensaios de massa específica e índice de vazios foram realizados, estes ensaios também foram acrescidos de caracterização química e mineralógica o que permitiu concluir que a escória foco do estudo de Pimental pode ser utilizada como material suplementar ao agregado para produção de concretos e argamassas.

2.3.1. Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A técnica de EDS é comumente utilizada para análises rápidas, pois não possui limitações relativas às partes mecânicas, além de ser capaz de detectar todos os elementos da tabela periódica. Este método fornece a imagem das partículas e a distribuição espacial elementar dos constituintes de uma amostra através de sinais de raios-x que são usados para manipular o tubo de raios catódicos que produzem as imagens (UNESP, 2018), como pode ser observado na Figura 8.

Figura 8 - Esquema de funcionamento da técnica de Espectrometria por energia dispersiva.



Fonte: Adaptado de KESTENBACH (1994)

De acordo com o Centro de Microscopia e Microanálise da Universidade da Califórnia (2018), a técnica de Espectroscopia de energia dispersiva deve identificar a energia particular dos picos de raios-x característicos de cada elemento. Para tanto utiliza os raios-x emitidos por uma amostra sólida quando sob ação de um feixe de elétrons para obtenção de análises químicas. Em consequência, obtém-se a distribuição espacial elementar da amostra a partir do escaneamento realizado pelo feixe de elétrons e posterior ionização no detector ocasionada pelos fótons de raios-x, produzindo carga elétrica. Esta carga é amplificada, processada e projetada em monitor para identificação de cada elemento constituinte do material em análise.

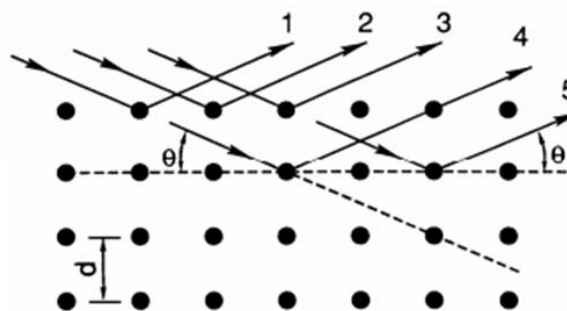
No que diz respeito ao objetivo da análise qualitativa utilizando o método de EDS, este consiste em identificar quais elementos estão presentes em uma amostra desconhecida detectando as linhas no espectro de raios-x, usando tabelas de energia ou comprimentos de onda.

Para exemplificar o uso da espectroscopia de energia dispersiva, Rosliza (2010) utilizou a técnica de EDS para identificar a composição das ligas de alumínio antes e após imersão em água do mar a 25 °C. Esta identificação é parte do estudo que busca melhorar a resistência nestas ligas utilizando produtos naturais. Tal técnica possibilitou, dentre outras, determinar a presença de sal (NaCl) e outros íons na superfície da liga, este cloreto é muito forte e pode facilmente penetrar a proteção superficial da liga, causar a dissolução do substrato de alumínio e como consequência provocar corrosão. Após esta determinação, concluiu-se que a goma de tapioca é a melhor proteção contra corrosão pela água do mar para as ligas de alumínio-magnésio-silício.

2.3.2. Difratometria de Raios-X (DRX)

De acordo com Khan (2009), a difração de raios-x é o fenômeno de espalhamento, sem perda de energia, da radiação eletromagnética ocasionando a interação entre o feixe de raios-x incidente e os elétrons dos átomos constituintes de um material. É válido ressaltar que a intensidade difratada depende do número de elétrons e os vários planos da estrutura cristalina possuem diferentes densidades de átomos ou elétrons, tal diferença ocasiona intensidades difratadas distintas para os diversos planos cristalinos. Esta técnica é regida pela Lei de Bragg (Equação 1) que relaciona dois ou mais planos de uma estrutura cristalina com o caminho percorrido pelos raios-x e o comprimento de onda da radiação incidente; como pode ser observado na Figura 9.

Figura 9 - Difração de raios-x e a Lei de Bragg.



Fonte: KHAN (2009)

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

Onde:

- n -> número inteiro que indica a ordem da difração;
- λ -> comprimento de onda da radiação incidente;
- d -> distância interplanar referente ao conjunto de planos da estrutura cristalina;
- θ -> ângulo de incidência dos raios-x (entre o feixe incidente e os planos cristalinos).

Como exemplo da utilização da difratometria de raios-x, Nava *et al.* (2002) utilizou-a em conjunto com a espectroscopia de energia dispersiva (EDS) na caracterização de minerais de interesse, especificamente, argilas naturais para tratamento de águas residuais. Enquanto o uso da difratometria possibilitou a identificação dos componentes dos minerais argilosos, a espectroscopia promoveu a discriminação elementar destes minerais.

2.3.3. Picnometria

Fontes (2013), ao caracterizar um minério de Fe especularítico atesta que a picnometria é uma técnica importante e largamente utilizada para se conhecer um material no que diz respeito a uma de suas propriedades físicas, a massa específica. Esta propriedade, ainda segundo Fontes (2013), está relacionada à qualidade de produtos industriais.

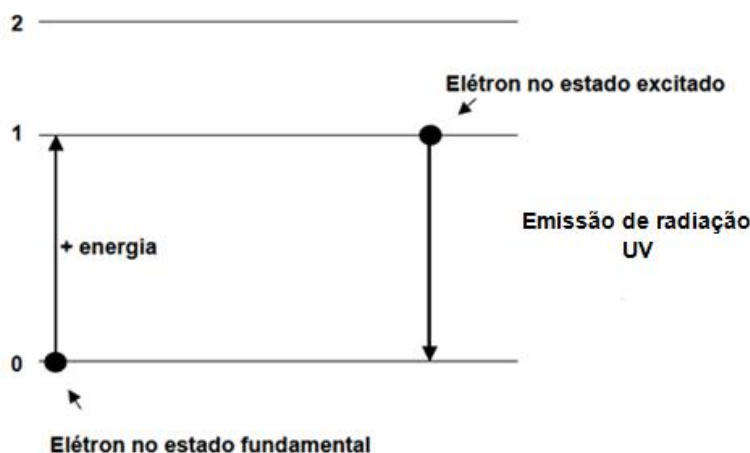
Na picnometria, comumente emprega-se a picnometria líquida. Esta prática, permite estimar a densidade relativa de um sólido através da relação entre massa e volume dos envolvidos na análise. Este método utiliza um balão de vidro chato, equipado com uma rolha de vidro através da qual passa um canal capilar (SAMPAIO & SILVA, 2007) (Figura 10).

É válido enfatizar que para se obter boa reprodutibilidade dos testes deve-se, por exemplo, verificar se não há bolhas de ar aderidas às partículas ou à superfície interna do picnômetro.

2.3.4. Espectrometria de absorção atômica

Concebida por Max Planck em 1900, a lei quântica de absorção e emissão de radiação afirma que um átomo apenas pode absorver radiação em determinado comprimento de onda. Esta lei promoveu o desenvolvimento da técnica de medição denominada espectrometria de absorção atômica, que consiste na medida da intensidade absorvida da radiação eletromagnética originada de uma fonte primária por átomos gasosos no estado fundamental (Figura 10). Após a radiação ser absorvida, o átomo alcança um nível de excitação e em seguida ao relaxar volta ao nível de energia mais estável; ao retornar, libera a energia adquirida em forma de luz ou calor. Esta metodologia é utilizada para determinação quantitativa de elementos metálicos e não-metálicos em diversas amostras biológicas, geológicas, de alimentos, etc (KRUG *et al.* 2004).

Figura 10 - Transição eletrônica em átomo gasoso: excitação x emissão.



Fonte: KRUG, 2004.

O espectrômetro de absorção atômica (Figura 11) é constituído basicamente por:

i. **fonte de radiação:** é onde se promove a excitação dos elementos que emitem radiação nas regiões visíveis e ultravioleta do espectro eletromagnético; podem ser as lâmpadas de cátodo oco, as fontes de espectro contínuo e as lâmpadas de descarga sem eletrodos;

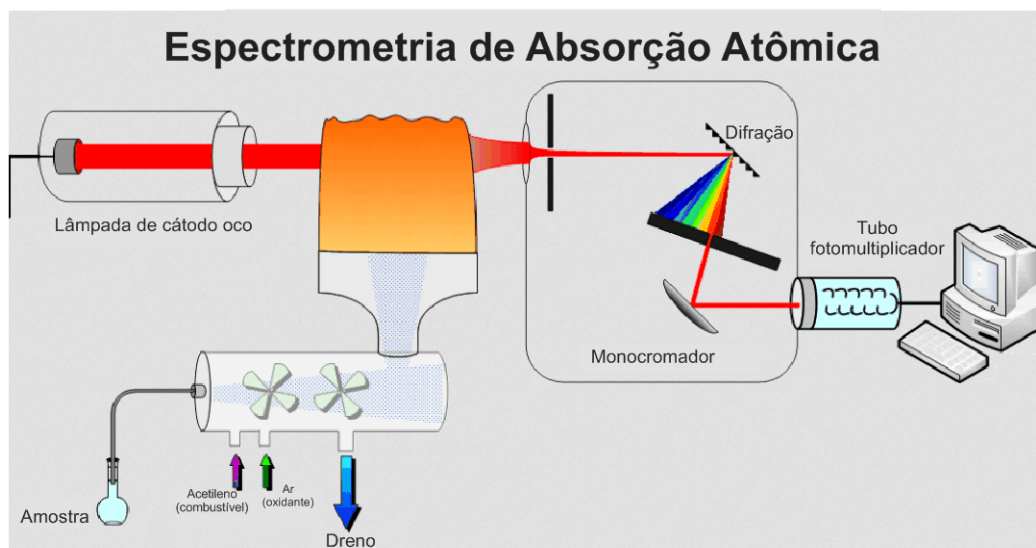
ii. **sistema de atomização:** neste sistema são gerados os átomos gasosos no estado fundamental que absorverão a radiação de comprimento de onda oriunda da fonte de radiação para conseqüentemente ser determinada a concentração do elemento de interesse;

iii. **conjunto monocromador:** componente que separa a linha de interesse das outras linhas emitidas pela fonte de radiação através de uma rede de difração associadas a duas fendas, uma para entrada e outra para saída da radiação;

iv. **detector ou detector de estado sólido:** é constituído por um cátodo fotossensível onde ocorre emissão de fotoelétrons devido a incidência de radiação eletromagnética com energia nas regiões visível e UV e

v. **processador.**

Figura 11 - Esquema de funcionamento do espectrômetro de absorção atômica.



Fonte: TESTING POST, 2018.

Alguns cuidados devem ser tomados quanto à exatidão, sensibilidade e precisão das análises. Estes três parâmetros podem ser seriamente comprometidos quando da não preparação adequada das soluções analíticas, o comportamento das interações e as concentrações e espécies químicas investigadas.

Dentre diversos exemplos de aplicação da técnica de absorção atômica, pode ser citado o estudo de Andrade *et al.* (2009) que utiliza esta metodologia para mensurar metais pesados em solos de áreas de mineração e metalurgia de chumbo, outro exemplo, é o trabalho desenvolvido por Rojas *et al.* (2010) para estimar a quantidade de metais como Au, Ag e Cu em diferentes amostras de liga de sucata de jóias.

Entretanto, para maior eficiência na mensuração dos elementos contidos nas amostras, são aplicadas duas técnicas: a decomposição da amostra em solução ácida e a extração por ultrassom.

2.3.4.1. Digestão ácida de amostras

Oliveira (2003) ao escrever sobre as evoluções e tendências da preparação de amostras para análise de espectroscopia atômica, afirmou que a análise elementar de amostras necessita de dissolução/decomposição parcial ou completa das matrizes das mesmas. Uma das maneiras em que ocorre esta dissolução é por via úmida.

Oliveira ainda afirma que na decomposição úmida agentes oxidantes são usados para, por exemplo, para extrair metais de matrizes inorgânicas. Dentre os ácidos podem ser usados: o ácido nítrico, ácido clorídrico, sulfúrico e ácido fosfórico, assim como misturas de reagentes para amostras orgânicas, ligas metálicas minerais, rochas, solos, etc.

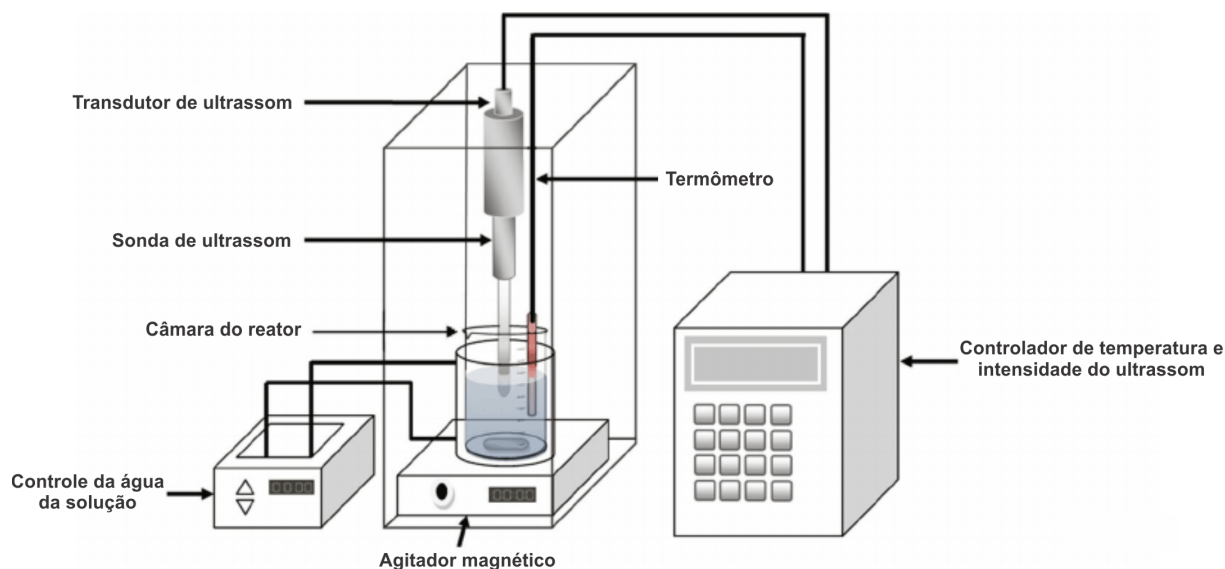
2.3.4.2. Extração por ultrassom ou banho de ultrassom

Empresas como a Hielscher Ultrasound Technology (2018) afirmam que a extração por ultrassom é uma técnica eficiente para extração de metais, por exemplo, em tratamento de lamas de mineração, aumentando o rendimento e diminuindo o consumo de reagentes.

Freitas *et al.* (2015) ao determinar ferro em solo através da técnica colorimétrica, utilizou-se da extração por ultrassom como alternativa para extrair os metais da amostra para solução no preparo de amostras. Esta extração consiste em ações das ondas mecânicas de baixa frequência que resultam em cavitação,

fenômeno responsável por formar e colapsar as bolhas que atuam em regiões de alta temperatura e pressão, extraíndo os elementos como pode ser visto na Figura 12.

Figura 12 - Esquema do equipamento de ultrassom.



Fonte: GASMALLA, 2015.

2.4. CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO A PARTIR DA ESCÓRIA DE RECICLAGEM

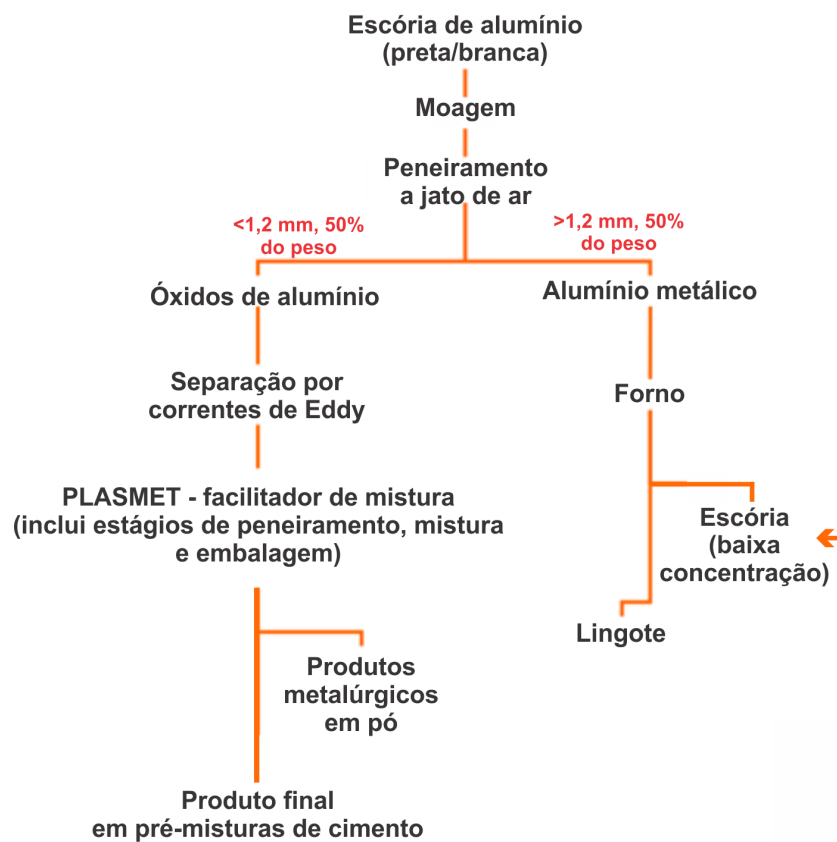
Em plantas industriais norte-americanas no início dos anos 70 era comum a recuperação de alumínio metálico e óxido de alumínio em escórias sem o uso do processo de britagem. Nestas plantas, a escória era lixiviada com água a temperatura ambiente, produzindo uma solução/salmoura saturada. A lama era então peneirada para produzir uma fração fina que retornava ao forno e o material retido era filtrado a vácuo para produção de um concentrado de óxido de alumínio; neste concentrado, mais de 80% do material recuperado era constituído de alumínio metálico, assim como todo o sal que constituía a amostra (Magyar *et al.* 1980).

Na Itália em 1977, empresa como a Engitec Technologies S.A processavam as borras preta e salina para enriquecer o concentrado metálico e produzir subprodutos como os óxidos (Reynolds *et al.* 1990). Para isso, procediam da seguinte maneira:

- i. britagem e peneiramento;
- ii. lixiviação e filtragem;
- iii. eliminação de gases e purificação da salmoura e
- iv. vaporização e cristalização.

Petravlatzi & Wilson (2007) afirmam que cerca de 95% de toda escória produzida na geração de alumínio secundário era enviada para disposição em aterros. Porém, admite que esta quantidade de material tem sido cada vez menor devido às técnicas de concentração tradicionais do metal que podem recuperar cerca de 50% destas escórias evitando o envio das mesmas para áreas de deposição. A *Jesse Brough Metals Group (JBM International)*, por exemplo, demonstra através do fluxograma da Figura 13 quais as etapas para concentração do alumínio em escórias.

Figura 13 - Fluxograma de concentração de alumínio em escórias.



Fonte: PETRAVATZI, 2007.

Neste processo, a escória é inicialmente britada e moída até atingir a granulometria de aproximadamente 1,2 mm. As partículas maiores alimentam o forno para geração de alumínio metálico e moldagem dos lingotes, enquanto o material menor do que 1,2 mm, composto por baixos teores de óxido de alumínio (Al_2O_3), é submetido a um separador baseado no princípio das Correntes de Foucault ou Eddy que remove utilizando as correntes geradas por campo magnético qualquer resíduo de metal. O produto metálico obtido é passível de absorção pelo mercado siderúrgico e o rejeito com óxido de alumínio é blendado e classificado para manufatura específica, por exemplo, o uso em indústria metalúrgica.

Wrublak *et al.* (2009), ao analisar e concentrar alumínio da escória de fundição obteve cerca de 54% de metal recuperável nas faixas granulométricas de 100# (0,149 mm) e 270# (0,05mm) utilizando procedimentos de classificação granulométrica e moagem. Esta recuperação pode promover aumento da concentração de alumínio com ganhos de rendimento nos processos de refusão. Também neste estudo, a amostra 1 (>2,4mm) em particular foi submetida além da classificação e moagem, a uma concentração química por deslamagem com silicato de sódio (dispersante). Após análise de DRX, na amostra A1 foram constatados picos de alumínio menos intensos e por consequência, menor concentração do metal em granulometria mais fina. A Tabela 3 exemplifica as etapas do processo de análise e concentração desta escória.

Tabela 3 - Etapas de concentração da escória.

Corte granulométrico	Peneira de corte	Amostras	Tratamento e análise			
			Moagem	Deslamagem	Granulometria	Drx
Frações						
3	>20mm	-	-	-	-	-
2	<20mm a >2,4mm	A5	X		X	X
		A4	X		X	X
1	>2,4mm	A3	X		X	X
		A2	X		X	X
		A1	X	X	X	X

Fonte: WRUBLAK, 2009.

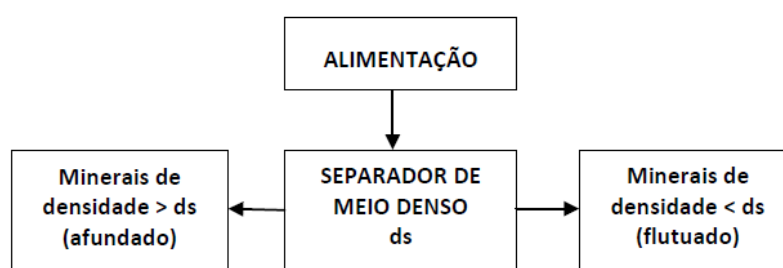
2.4.1. Concentração gravimétrica – Ensaio Afunda-Flutua

Os processos gravimétricos de concentração são largamente utilizados devido ao baixo custo de investimento quando comparado a outros processos de beneficiamento. A gravimetria aplicada no beneficiamento é devida as diferentes densidades e tamanhos das partículas, sendo que estas duas características são os principais parâmetros a serem avaliados em um processo de concentração. Para exemplo de utilização desta técnica, podem-se mencionar os ensaios de afunda-flutua, que são procedimentos inseridos nos estudos de separação densimétrica que promovem o fracionamento de partículas em função das diferentes densidades.

Nestes ensaios (Figura 14), uma amostra alimenta um recipiente contendo o meio denso, gerando dois tipos de produtos: o produto com densidade menor do que o meio denso (flutuado) e o produto com densidade maior do que o meio (afundado).

Os meios densos podem ser constituídos de líquidos orgânicos, soluções de sais inorgânicos e em aplicações industriais, suspensões de finos de ferro-silício ou de magnetita. Estas soluções possuem como objetivos investigar a viabilidade técnica de utilização de métodos de concentração gravítica em desenvolvimento de processos, assim como estudar o grau de liberação das espécies minerais presentes em uma amostra e avaliar quantitativa e qualitativamente os produtos da concentração gravítica, dentre outros.

Figura 14 - Princípio da separação em meio denso.



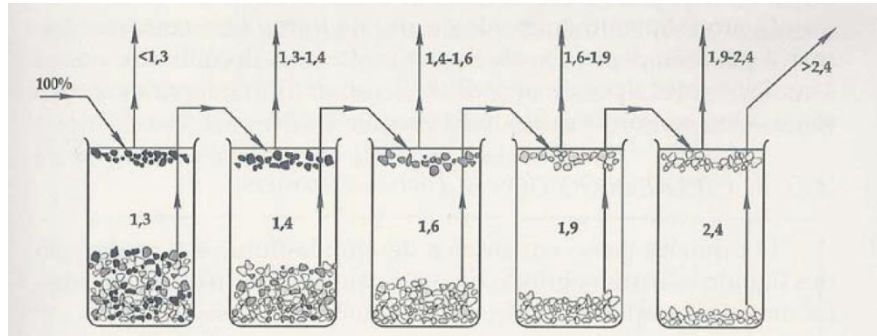
ds: densidade de separação

Fonte: CAMPOS *et al.* 2010.

Estes ensaios são realizados utilizando uma amostra representativa pesada e classificada em diferentes faixas granulométricas. Cada uma das faixas é pesada e

submetida ao ensaio de afunda-flutua em recipiente contendo um líquido de densidade conhecida como exemplificado na Figura 15.

Figura 15 - Sequência de realização dos ensaios densimétricos.



Fonte: CAMPOS *et al.* 2010.

Em seguida, considerando os dados das densidades utilizadas, os pesos das frações recuperadas em cada densidade e os teores de cada uma das frações, pode-se definir a(s) melhor(es) densidades de corte, conforme o produto que se quer obter (CAMPOS *et al.* 2010).

Sampaio e Tavares (2005) afirmaram que comumente os processos de separação a meio-denso viabilizam separação tão precisa que um concentrado e rejeito final podem ser obtidos através de uma única etapa; assim, apesar do processo tender a ser mais oneroso, é o mais eficiente.

Um exemplo do uso do ensaio de afunda-flutua é originado da *Environmental Protection Agency - EPA* (1974) que descreveu em um guia novos padrões de performance para fundição e processamento de escórias de ligas de ferro. Este guia afirma que as ligas de ferro-cromo-silício, de ferro-cromo e de ferro-manganês contém metal aprisionado na escória, porém etapas como a britagem e ensaios de afunda-flutua separam o metal da escória, culminando na recuperação/concentração do metal.

O capítulo que segue trará os materiais e a metodologia aplicada no estudo da caracterização para o beneficiamento da escória de alumínio.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. AQUISIÇÃO E PREPARAÇÃO DO MATERIAL

3.1.1. Amostragem

Após fundição em alto forno, o material depositado em caçamba permaneceu por 4 dias em processo de resfriamento para que pudesse ser amostrado. A campanha de amostragem foi então realizada em uma única etapa na empresa Sulina de Metais S.A, com coleta do material do lote 182/1 composto conforme apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 - Relação de material de alimentação do forno.

Material carregado
Radiador
Tramontina Preta
Estamparia
Cavaco
Bloco triturado
Cilindro Stihl
Borra
Lingote
Cloreto de sódio (NaCl)
Cloreto de potássio (KCl)

Fonte: Autoria própria.

Este lote totaliza aproximadamente 14 toneladas de material que alimentou o forno e que após fundição resultou em 481 kg de escória/rejeito amostrado para composição da amostra. Após resfriamento, todo material da caçamba foi transportado e depositado em lona preta (Figura 16) para redução, com utilização de marretas, do tamanho do bloco e facilitação de manuseio.

Figura 16 - Bloco amostrado para realização dos testes.



Fonte: Autoria própria.

3.1.2. Cominuição, homogeneização e quarteamento

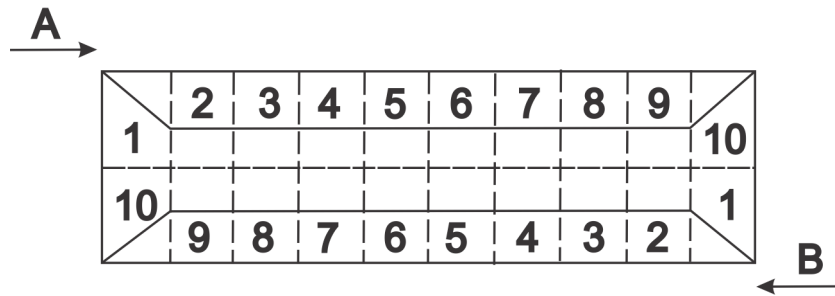
Após redução do bloco amostrado, todo o material foi transportado para o LAPROM (Laboratório de Processamento Mineral) no Centro de Tecnologia da Escola de Engenharia da UFRGS e britado em equipamento de mandíbulas com APF (abertura na posição fechada) de 19 mm da marca Aço Planggs S.A, modelo: J58. Posteriormente, todo o material foi homogeneizado em lona limpa pelo método de pilha alongada, com comprimento conhecido (Figura 17) e quarteado em partes iguais, conforme Figura 18 para composição das alíquotas representativas.

Figura 17 - Homogeneização por pilha alongada.



Fonte: Autoria própria.

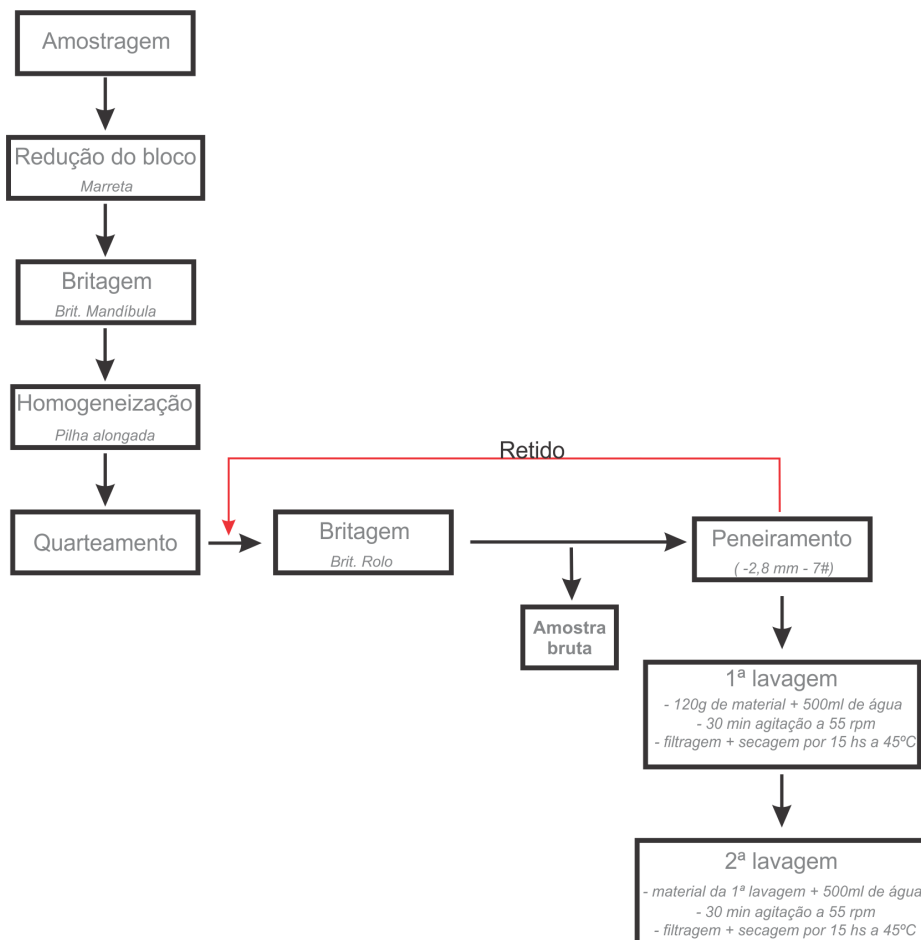
Figura 18 - Esquema de quarteamento para composição de alíquotas.



Fonte: OLIVEIRA *et al.* (2007).

As alíquotas foram guardadas e lacradas em tambores sendo separada apenas uma fração de aproximadamente 5 kg, por homogeneização e quarteamento, para realização dos testes deste trabalho. Esta alíquota foi britada em um britador de rolo da marca Maqbritt com objetivo de tornar 100% do material passante em 2,8 mm ou 7#. A preparação do material para análises seguiu o fluxograma explicitado na Figura 19.

Figura 19 - Fluxograma da preparação da amostra.



Pereira *et al.* (2004) ao estudar a inertização de resíduos industriais de alumínio verificou que aproximadamente 70% da escória não lavada é composta por cloretos. Estes cloretos podem ser eliminados em quase totalidade quando em contato com água e com agitação ocasional. Sendo assim, devido a presença dos sais NaCl e KCl, foram aplicadas duas etapas de lavagem nas amostras de escória foco deste estudo, estas etapas foram executadas da seguinte maneira:

➤ 1ª e 2ª lavagens -> 120 g de amostra/lavagem + 500 mL água -> agitação por 30 min a 55 rotações por minuto (rpm) -> filtragem -> secagem por 15 horas a 45 °C.

3.2. CARACTERIZAÇÃO DA ESCÓRIA

3.2.1. Espectroscopia de energia dispersiva (EDS)

Com intuito de iniciar o reconhecimento do material em estudo, foram analisadas duas amostras, a amostra bruta e uma amostra bruta lavada e peneirada com granulometria -0,1mm ou 150# no LAPROM/UFRGS através de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca Tescan; modelo Vega 3, com detector de EDS Oxford.

3.2.2. Densidade

Os ensaios de densidade utilizando picnômetro volumétrico foram realizados no LAPROM/UFRGS utilizando a amostra bruta, e as amostras lavadas +2,8 mm ou 7# e -2,8 mm ou 7#.

A densidade relativa do sólido é alcançada através da relação de massa e volume, sendo que a massa do material é obtida através da diferença entre a massa do picnômetro com e sem amostra e o volume adquirido pela diferença entre o volume total do picnômetro e o volume de água adicionada.

$$\text{Densidade do sólido} = \frac{(A_2)-(A_1)}{(A_4+A_2)-(A_1+A_3)} \quad (2)$$

Onde:

- A_1 -> massa do picnômetro;
- A_2 -> massa do picnômetro + amostra;
- A_3 -> massa do picnômetro + amostra + água;
- A_4 -> massa do picnômetro + água.

3.2.3. Umidade

Considerado um dos parâmetros analíticos que determinam a qualidade de um universo amostrado, a análise de umidade é definida como o peso de água existente no minério, ou seja, a água de superfície dividida pelo peso do minério seco (SAMPAIO & SILVA, 2007).

A análise para este estudo, em base seca, foi realizada no LAPROM/UFRGS com o uso de 30 g da amostra bruta devidamente homogeneizada, quarteada e pesada antes e após inserção em estufa Biomatic da marca De Leo a 45 °C por 15 horas. O valor da umidade, expresso em (%), é obtido através do seguinte cálculo:

$$\text{Umidade (\%)} = 100 * \frac{\text{massa úmida} - \text{massa seca}}{\text{massa úmida}} \quad (3)$$

3.2.4. Difração de Raios-X (DRX)

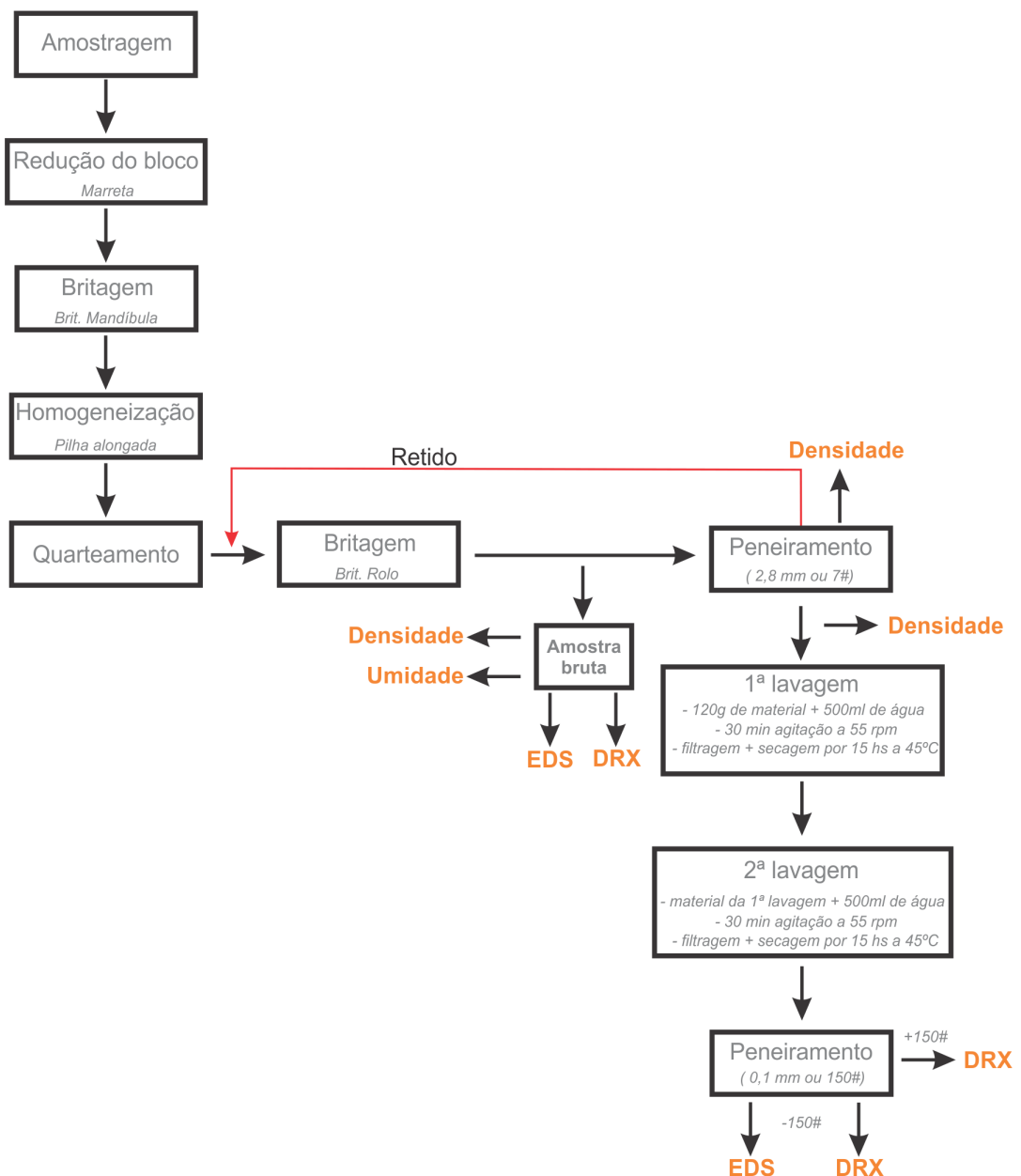
As análises de difração de raios-x foram realizadas no Laboratório de Difractometria de Raios-X do Instituto de Geociências da UFRGS em amostras pulverizadas denominadas amostra bruta, amostra lavada +150# (+0,1mm) e amostra lavada -150# (-0,1mm) utilizando-se o método do pó. Neste método, o material é pulverizado e depositado em um porta amostra procurando-se preservar a desorientação das partículas onde todos os materiais ou estruturas cristalinas são analisados.

Os minerais e fases cristalinas foram identificados através da medida das

distâncias interplanares e das intensidades dos picos nos difratogramas com o uso de um difratômetro da marca Siemens Bruker AXS, modelo D-5000 (θ - θ) equipado com monocromador curvado de grafite no feixe secundário e tubo de ânodo fixo de cobre ($\lambda=1,5406 \text{ \AA}$), operando a 40 kV e 40 mA com intervalo angular de 5 a $80^\circ 2\theta$ em passo de $0,05^\circ / 1s$ utilizando fendas de divergência e anti-espalhamento.

Como encerramento das etapas de preparação e caracterização da escória, a Figura 20 mostra o fluxograma com o passo-a-passo desenvolvido para o material foco deste estudo.

Figura 20 - Fluxograma de preparação e caracterização da escória originada da reciclagem de alumínio.



3.3. ENSAIOS DE CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO (Al)

3.3.1. Afunda-Flutua

Os testes foram realizados no LAPROM/UFRGS com 100 g de amostra lavada, passante em 7# e baseando-se nas densidades da amostra bruta e das amostras +2,8mm - 7# e -2,8mm - 7#. Foram então selecionadas as densidade de 1,9 g/cm³; 2,2 g/cm³; 2,4 g/cm³ e 2,7 g/cm³ para realização dos ensaios. Para ajuste da densidade do meio (d_m) foram preparadas misturas de líquidos densos utilizando o bromofórmio de densidade 2,89 g/cm³, o percloroetileno de densidade 1,62 g/cm³ e o xilol de densidade 0,85 g/cm³. A densidade final do meio (d_m) é dada pela seguinte equação:

$$d_m = \frac{(V_1 * D_1 + V_2 * D_2)}{(V_1 + V_2)} \quad (4)$$

Onde:

- V_2 -> volume do líquido diluente (mL);
- V_1 -> volume do líquido denso (mL);
- d_1 -> densidade do líquido denso (g/cm³);
- d_2 -> densidade do diluente (g/cm³);
- d_m -> densidade da mistura desejada (g/cm³).

Após os ensaios de afunda flutua, o material coletado em cada fração foi seco, pesado e posteriormente peneirado utilizando um conjunto da marca A Bronzinox de agitador e peneira de 150# (0,1mm) durante 5 minutos a uma frequência de 10 Hz.

3.3.2. Espectrometria de Absorção Atômica (AAS)

Após amostragem e teste de concentração, as frações foram enviadas ao laboratório para análise e estimativa das concentrações no Laboratório de Espectrometria Atômica (LEA) pertencente a Central Analítica do Instituto de Química da UFRGS.

A quantificação dos elementos ocorrida neste estudo através da espectrometria de absorção atômica utilizou a metodologia de atomização por chama. Foram analisadas uma amostra de cada tipo, denominadas amostra bruta, +150# (+0,1mm) sem lavar, +150# (+0,1mm) lavada e a fração afundada em 2,7 g/cm³ proveniente do ensaio de afunda-flutua foram submetidas às análises elementares em triplicata. Para tanto, 50mg de cada amostra foram pesados em bombas de teflon e posteriormente adicionado ácidos inorgânicos como ácido fluorídrico (HF), clorídrico (HCl) e nítrico (HNO₃) para decomposição das mesmas. Justifica-se o envio da amostra da fração afundada em 2,7g/cm³ baseando-se na densidade da alumina (Al₂O₃) -> densidade = 3,95g/cm³, buscando certificar a presença deste óxido na porção mais densa da amostra.

Devido à presença de resíduo no fundo do recipiente, o que indica a não decomposição total da amostra, optou-se por submetê-las ao procedimento de extração ultrassônica antes da realização dos testes de AAS.

4. RESULTADOS

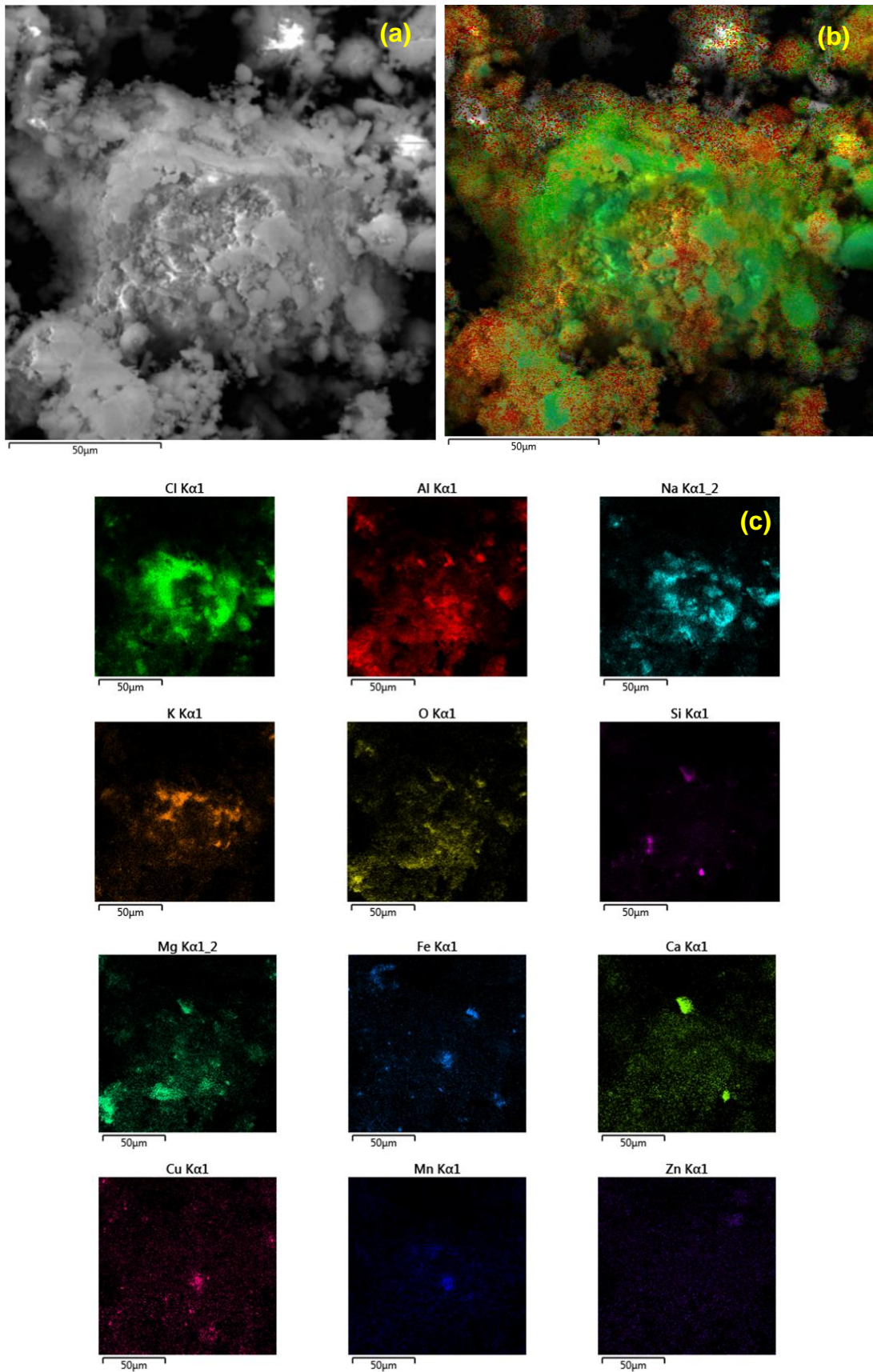
4.1. Espectrometria de energia dispersiva (EDS)

Para obtenção da composição qualitativa da escória, realizou-se análise por espectrometria de energia dispersiva nas amostras bruta e -150# ou 0,1mm lavada com objetivo de identificar os elementos constituintes em duas frações granulométricas distintas: uma grossa e outra fina. Foram então detectados os seguintes elementos: alumínio (Al), oxigênio (O), cloro (Cl), potássio (K), cobre (Cu), zinco (Zn), ferro (Fe), silício (Si), magnésio (Mg) e prata (Ag).

Na amostra bruta (Figura 20 (a)) e na imagem de suas partículas representada na Figura 20 (b), as mesmas não apresentam forma e tamanho homogêneo, os cloretos de sódio e potássio, predominantes, se sobrepõem ao óxido de alumínio (Figura 20 (c)), recobrimo-os. Este recobrimento salino justifica as etapas de lavagem da escória para facilitação do acesso ao elemento de interesse, o alumínio. Nota-se também a presença de elementos como ferro, cobre, magnésio e manganês.

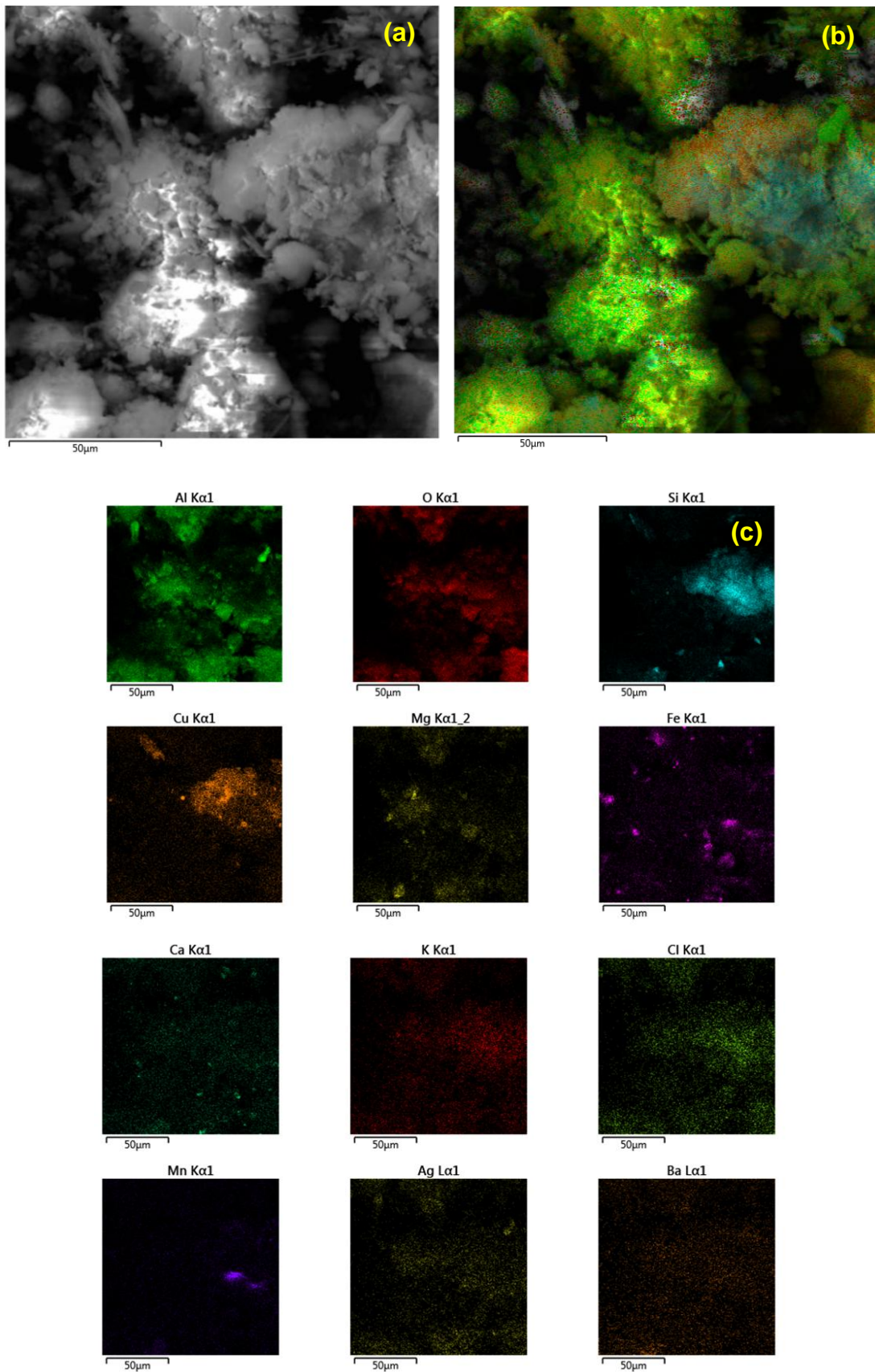
Na Figura 21 (a), amostra lavada -150# (- 0,1mm) nota-se a predominância de alumínio (Figura 21 (b)) coincidindo, na imagem de suas partículas Figura 21 (c), com o oxigênio, este comportamento indica a presença do metal na forma de óxido. Nota-se a presença de silício, cobre e ferro em determinadas regiões da área analisada. Outro fator importante é a não predominância dos sais (cloretos de sódio e potássio) como visto na amostra bruta, lixiviados durante a lavagem da amostra.

Figura 21 – (a) Imagem das partículas da amostra bruta pulverizada; aumento 1500x; (b) elementos constituintes e (c) identificação dos elementos.



Fonte: Autoria própria.

Figura 22 – (a) Imagem das partículas da amostra -150# (- 0,1mm) lavada com aumento de 1500; (b) elementos constituintes e (c) identificação dos elementos.



Fonte: Autoria própria.

4.2. Densidade e Umidade

Os resultados dos testes de densidade e umidade são apresentados na Tabela 5. Nela, é possível perceber que o material apresenta umidade praticamente nula, enquanto a densidade é menor na amostra bruta e maior na fração mais fina do material.

Tabela 5 - Resultado das análises de densidade e umidade.

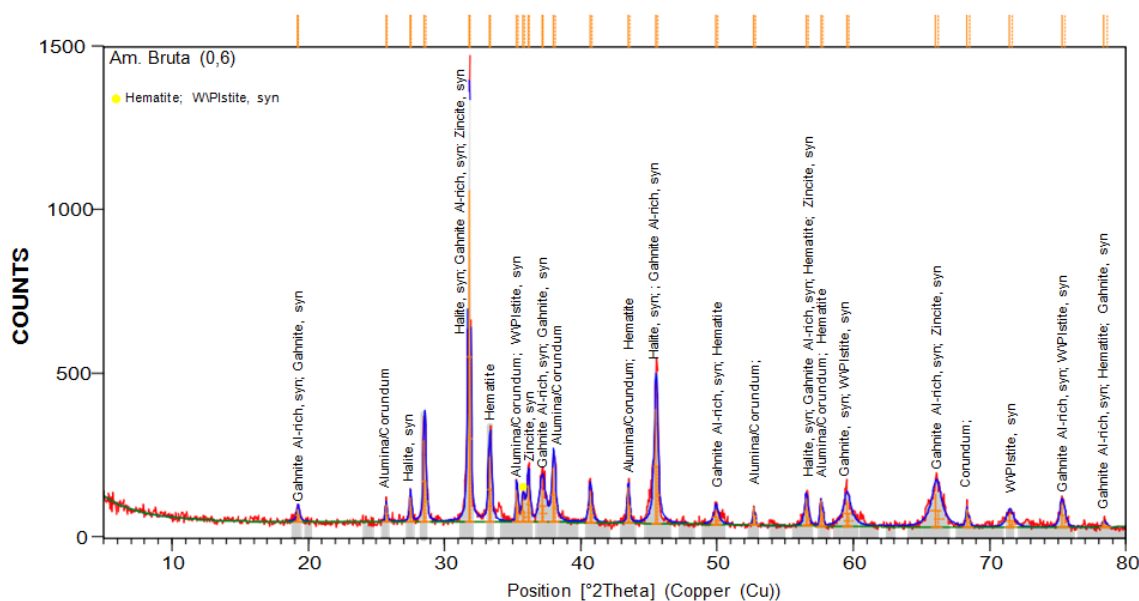
AMOSTRA	DENSIDADE (g/cm ³)	UMIDADE (%)
Bruta (Brit. Mandíbula + Rolo)	2,4	0,0
Lavada +2,8mm/+7#	2,6	-
Lavada -2,8mm/-7#	2,9	

Fonte: Autoria própria.

4.3. Difratometria de Raios-X (DRX)

A Figura 23 e a Tabela 6 identificam e discriminam, respectivamente, as fases contidas na amostra bruta. Dentre as fases identificadas, o alumínio apresenta-se de três maneiras distintas: sob forma de óxido (Al_2O_3 - alumina), associado ao cloreto de potássio (KAlCl_2O) e ao zinco (ZnAl_2O_4). A associação do alumínio ao zinco deve-se a uma reação equimolar de ZnO e Al_2O_3 na presença de cloretos alcalinos, denominada síntese de sal fundido (LI *et al.* 2007). Sugere-se, empiricamente, a predominância da fase salina associada aos picos mais elevados do difratograma.

Figura 23 - Difratograma da amostra bruta.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 6 - Fases identificadas e aproximação semiquantitativa da amostra bruta.

Fase	Ficha Cristalográfica
Halite (NaCl)	01-088-2300*
Alumina/Corundum (Al ₂ O ₃)	01-071-1125*
KAICl ₂ O	01-073-0631*
Gahnite Al-rich (Zn _{0.3} Al _{0.7})Al _{1.7} O ₄	01-077-0732*
Hematite (Fe ₂ O ₃)	96-901-4881**
Zincite (ZnO)	01-079-0207*
Gahnite, syn (ZnAl ₂ O ₄)	01-073-1961*
Wuestite (Fe _{0.95} O)	01-079-1967

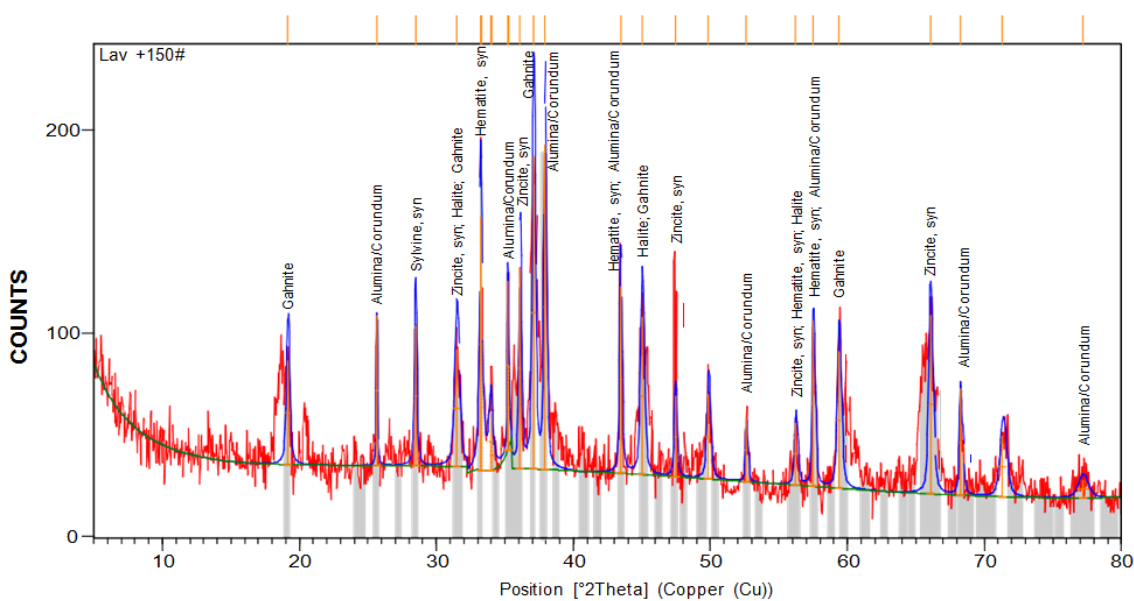
*ICSD – Inorganic Crystal Structure Database

**COD – Crystallography Open Database

Fonte: Autoria própria.

Na Figura 24 e Tabela 7 identifica-se e discrimina-se, respectivamente, as fases contidas na amostra lavada +150# (+0,1mm). Dentre as fases identificadas, o alumínio apresenta-se de duas maneiras distintas: sob forma de óxido (Al₂O₃ - alumina) e associado ao zinco (ZnAl₂O₄) obtido por síntese do sal fundido. Nota-se, semiquantitativamente, a predominância da fase ferrosa (Fe₂O₃ - hematita) e a brusca diminuição dos cloretos de sódio e potássio devido prévia lavagem da amostra para realização da análise de DRX.

Figura 24 - Difratograma da amostra lavada +150# (+0,1mm).



Fonte: Autoria própria.

Tabela 7 - Fases identificadas e aproximação semiquantitativa da amostra lavada +150# (+0,1mm).

Fase	Ficha Cristalográfica
Sylvine (KCl)	01-072-1540*
Zincite (ZnO)	01-079-0208*
Hematite (Fe ₂ O ₃)	01-073-0603*
Halite (NaCl)	96-900-6378**
Gahnite (Zn ₈ Al ₁₆ O ₃₂)	96-900-7024**
Corundum/Alumina (Al ₂ O ₃)	01-081-2267*

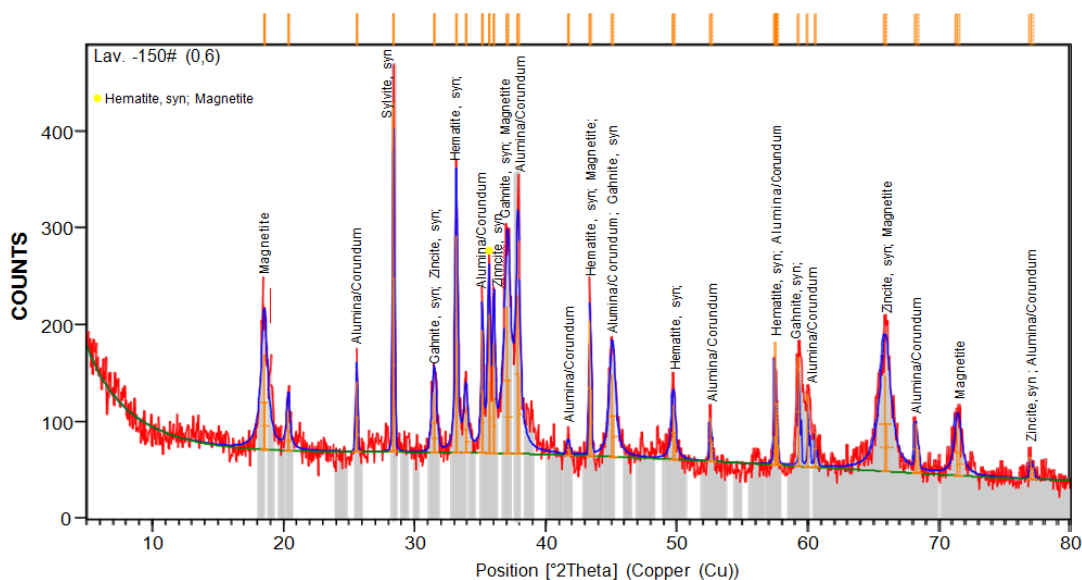
*ICSD – Inorganic Crystal Structure Database

**COD – Crystallography Open Database

Fonte: Autoria própria.

Na Figura 25 e Tabela 8 são identificadas e discriminadas, respectivamente, as fases contidas na amostra lavada -150# (-0,1mm). As fases identificadas coincidem com as contidas na amostra lavada +150# (+0,1mm) sendo: a fase do óxido de alumínio (Al₂O₃ - alumina) e a fase do aluminato de zinco (ZnAl₂O₄) obtido por síntese do sal fundido. Há predominância da fase ferrosa (Fe₂O₃ - hematita) e brusca diminuição da fase salina, também justificada pela lavagem prévia da amostra para realização da análise de DRX.

Figura 25 - Difratoograma da amostra lavada -150# (-0,1mm).



Fonte: Autoria própria.

Tabela 8 - Fases identificadas e aproximação semiquantitativa da amostra lavada -150# (-0,1mm).

Fase	Ficha Cristalográfica
Hematite (Fe_2O_3)	01-073-0603*
Gahnite (ZnAl_2O_4)	01-073-1961*
Zincite (ZnO)	01-079-0208*
Sylvite (KCl)	01-073-0380*
NaFeO_2	01-076-0244*
Corundum/Alumina (Al_2O_3)	01-074-1081*
Magnetite (Fe_3O_4)	01-074-1909*

*ICSD – Inorganic Crystal Structure Database

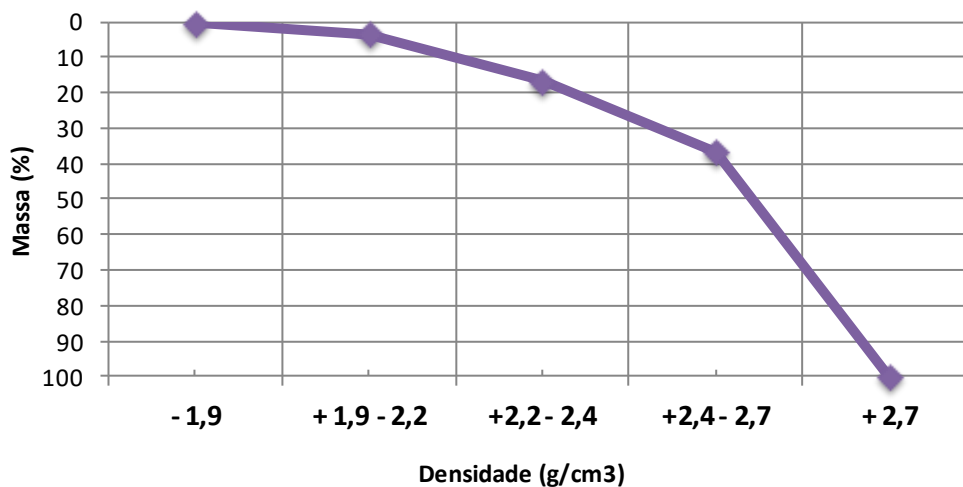
**COD – Crystallography Open Database

Fonte: Autoria própria.

4.4. Ensaios de afunda-flutua (A-F)

Após realização do ensaio de afunda-flutua, em triplicata, foi confeccionada a curva de distribuição densimétrica ou curva densimétrica de Henry-Reinhardt (Figura 26) com objetivo de demonstrar a proporção de material acumulado afundado e flutuado em cada densidade (Tabela 9). A partir desta curva, é possível concluir que aproximadamente 60% da escória amostrada possui densidade maior que $2,7 \text{ g/cm}^3$ e menos de 10% deste material possui densidade até $2,2 \text{ g/cm}^3$.

Figura 26 - Curva densimétrica obtida a partir dos testes de afunda-flutua.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 9 - Fração densimétrica x Massa.

FAIXA DENSIMÉTRICA	MASSA FLUTUADO (%)	SOMATÓRIO DA MASSA
-1,9	0,5	0,5
+1,9 -2,2	3,0	3,5
+2,2 - 2,4	13,1	16,6
+2,4 - 2,7	20,0	36,6
+2,7	63,4	100,0
TOTAL	100,0	

Fonte: Autoria própria.

4.5. Análises químicas da alimentação/bruta e dos produtos da concentração gravimétrica

Os resultados das análises químicas indicam que a concentração de alumínio nas amostras bruta e +150# (+0,1mm) é de aproximadamente 11,5% (Tabela 10), também se observa que enquanto o teor de zinco (Tabela 11) permanece constante em todas as amostras, o teor de alumínio decresce em 30% (Amostra Afunda-Flutua +2,7 g/cm³) se comparada à amostra bruta.

Tabela 10 - Teor de alumínio (Al) obtido por FAAS.

AMOSTRA	CONCENTRAÇÃO % (g/g)	DESVIO PADRÃO (%)
AMOSTRA BRUTA (Brit. Mandíbula + Rolo)	11,5	2,3
AM. LAVADA +150#	11,3	1,7
AM. SEM LAVAR +150#	10,6	0,3
AMOSTRA AFUNDA- FLUTUA +2,7 g/cm ³	8,1	0,1

Fonte: Autoria própria.

Tabela 11 - Teor de zinco (Zn) obtido por FAAS.

AMOSTRA	CONCENTRAÇÃO % (g/g)	DESVIO PADRÃO (%)
AMOSTRA BRUTA (Brit. Mandíbula + Rolo))	0,2	0,0
AM. LAVADA +150#	0,2	0,0
AM. SEM LAVAR +150#	0,2	0,0
AMOSTRA AFUNDA- FLUTUA +2,7 g/cm ³	0,2	0,0

Fonte: Autoria própria.

Quanto aos teores dos elementos sódio e potássio, diretamente relacionados à formação dos sais que constituem a escória, a maior concentração é a de sódio, em torno de 6,2% (Tabela 12) contido na amostra bruta, enquanto o potássio apresenta concentração de 2,4% (Tabela 13). A concentração decresce para menos de 1% destes elementos nas amostras lavada +150# (+0,1mm) e a amostra do material submetido ao ensaio de afunda-flutua +2,7g/cm³, tal diminuição pode ser justificada pela lavagem prévia do material antes do peneiramento e do ensaio de afunda-flutua.

Entretanto, a amostra +150# (+0,1mm) não submetida à lavagem, também demonstra queda acentuada da concentração de sódio e potássio. Sugere-se que esta queda de concentração é resultado da segregação destes elementos na fração mais fina do material (-150# ou -0,1mm).

Tabela 12 - Teor de sódio (Na) obtidos por FAAS.

AMOSTRA	CONCENTRAÇÃO % (g/g)	DESVIO PADRÃO (%)
AMOSTRA BRUTA (Brit. Mandíbula + Rolo)	6,2	0,2
AM. LAVADA +150#	0,4	0,0
AM. SEM LAVAR +150#	0,7	0,0
AMOSTRA AFUNDA- FLUTUA +2,7 g/cm ³	0,2	0,0

Fonte: Autoria própria.

Tabela 13 - Teor de potássio (K) obtido por FAAS.

AMOSTRA	CONCENTRAÇÃO % (g/g)	DESVIO PADRÃO (%)
AMOSTRA BRUTA (Brit. Mandíbula + Rolo)	2,4	0,1
AM. LAVADA +150#	0,2	0,0
AM. SEM LAVAR +150#	0,3	0,1
AMOSTRA AFUNDA- FLUTUA +2,7 g/cm ³	0,1	0,0

Fonte: Autoria própria.

Considerando os resultados da análise química para os elementos ferro e cobre, conclui-se que a concentração de cobre permanece constante em todas as amostras analisadas (Tabela 14). Quanto ao teor de ferro, nota-se um acréscimo de 3,2% se compararmos a amostra bruta e a amostra resultante do ensaio afundaflutua +2,7g/cm³ (Tabela 15).

Este acréscimo torna coincidente a amostra A-F+2,7g/cm³, com granulometria mais fina, e a amostra com a maior densidade obtida com o material -7# ou -2,8mm e que representa a granulometria mais fina da amostra bruta. Tal coincidência sugere a concentração de ferro nas partículas de menor tamanho que compõe o material.

Tabela 14 - Teor de cobre (Cu) obtido por FAAS.

AMOSTRA	CONCENTRAÇÃO % (g/g)	DESVIO PADRÃO (%)
AMOSTRA BRUTA (Brit. Mandíbula + Rolo)	0,9	0,1
AM. LAVADA +150#	0,9	0,0
AM. SEM LAVAR +150#	1,0	0,0
AMOSTRA AFUNDA- FLUTUA +2,7 g/cm ³	1,1	0,0

Fonte: Autoria própria.

Tabela 15 - Teor de ferro (Fe) obtido por FAAS.

AMOSTRA	CONCENTRAÇÃO % (g/g)	DESVIO PADRÃO (%)
AMOSTRA BRUTA (Brit. Mandíbula + Rolo)	4,0	0,2
AM. LAVADA +150#	5,8	0,3
AM. SEM LAVAR +150#	5,3	0,1
AMOSTRA AFUNDA- FLUTUA +2,7 g/cm ³	7,2	0,5

Fonte: Autoria própria.

É importante salientar que para todas as análises realizadas foi calculado o desvio padrão, este desvio indica a eficiência da decomposição/extração dos elementos da amostra para meio aquoso e facilitação do processo de medição do elemento. Para tanto, quanto menor o valor do desvio, melhor é a decomposição da amostra.

Nas análises químicas realizadas para este trabalho, as melhores taxas de decomposição/menores desvios ocorreram com os elementos zinco, cobre e ferro nas amostras lavada +150# /+0,1mm (Zn e Cu) e sem lavar +150# /+0,1mm (Fe); enquanto os maiores desvios ocorreram com potássio, alumínio e sódio nas amostras resultantes do ensaio de Afunda-Flutua +2,7g/cm³ (K e Na) e na amostra bruta (Al).

5. CONCLUSÕES

Utilizando duas etapas de britagem (em equipamento de mandíbulas e rolo), um material 100% passante em malha de 7# ou 2,8 mm foi obtido. Em seguida, com objetivo de conhecer os elementos que compõem a escória gerada pela reciclagem de alumínio, preparou-se uma alíquota da amostra bruta e outra alíquota lavada - 150# (-0,1mm) para análise através de Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS).

Esta técnica permitiu identificar a presença, em 1º plano, os sais (NaCl e KCl) cobrindo os grãos da amostra bruta, enquanto na amostra lavada -150# (-0,1mm) nota-se a presença de alumínio, em destaque, se comparado a outros elementos; além de sugerir menor quantidade de sais, pois aparece em menor intensidade na imagem das partículas.

Em seguida, a Difractometria de Raios-X discriminou as fases constituintes do material, as principais foram: cloreto de potássio (KCl), óxido de zinco (ZnO), hematita (Fe_2O_3), cloreto de sódio (NaCl), ganita (ZnAl_2O_4), óxido cloreto de alumínio e potássio (KAlCl_2O) e a alumina/corundum (Al_2O_3). Estas três últimas fases constituem as fases de interesse para o processo de concentração.

Os resultados da análise química mostram que as maiores concentrações de alumínio total encontram-se nas frações mais grossas de material, em especial na amostra bruta (~11,5 %). As concentrações de zinco e cobre apresentam-se constantes em todas as amostras enquanto a concentração de sais é significativamente maior na amostra bruta, em uma proporção Na-K de 3:1, coincide então com as quantidades destes cloretos inseridos no forno. A concentração de ferro é maior na amostra oriunda do ensaio de afunda-flutua conferindo a este material maior densidade. Porém, devido aos desvios padrões elevados na medição de alumínio e ferro nas amostras, pode-se afirmar que não houve decomposição total da amostra o que pode comprometer a mensuração destes elementos.

Quanto ao ensaio de afunda-flutua pode-se afirmar que 63% do material possui densidade maior que $2,7\text{g/cm}^3$ sendo esta fração densimétrica a que apresenta menor teor de alumínio se comparada às outras amostras. Esta afirmação permite propor que os maiores teores de Al encontram-se nas frações menos densas e de maior granulometria. Um fato importante percebido durante realização dos ensaios A-F é que o tamanho das partículas flutuadas eram maiores do que as partículas afundadas, este comportamento repetiu-se para todas as densidades

analisadas o que possibilitou concluir que as partículas mais finas da amostra possuem densidade maior que $2,7\text{g/cm}^3$, o que possivelmente, está relacionado à liberação do material de interesse.

Por fim, conclui-se que, de acordo com os teores dos elementos apresentados, a escória apresenta características mais semelhantes à borra salina; quanto à liberação, pode-se dizer que a britagem torna viável a obtenção de um teor de alumínio total na ordem de 11% na amostra bruta em que foi submetida a 2 etapas de britagem, uma em equipamento de mandíbulas e a outra em britador de rolo, excluindo a necessidade de utilização de água para lavagem da escória para acesso ao metal de interesse.

REFERÊNCIAS

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Reciclagem**. Disponível em:<<http://abal.org.br/sustentabilidade/reciclagem/>>. Acesso em: 03 abr. 2018.

Allen T. **Sampling of Powders**. In: Scarlett, B. (Ed.). Particles size measurement, powder technology series. London: Third Edition, 1981, p.1-35.

ANDRADE, M.G.; MELO, V.F.; GABARDO, J.; SOUZA, L.C.P.; REISSMANN, C. B. **Metais pesados em solos de área de mineração e metalurgia de chumbo.I-Fitoextração**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo. Universidade Federal do Paraná (UFPR). Disponível em:<<http://www.redalyc.org/html/1802/180215871037/>>. Acesso em: 07 abr. 2018.

ASHA KUMARI, A.V.; NARASIMHA, M.; SREEDHAR, G.E.; SHIVAKUMAR, R.; SHARMA, S.K. **CFD study on the effect of near gravity material on DMC treating coal using DPM and ASM multiphase model**. Eleventh International Conference on CFD in the Minerals and Process Industries. CSIRO. Melbourne, Australia. dez. 2015.

BARROS, L.A.F. **Caracterização tecnológica de minério fosfático de Salitre Patrocínio - MG**. 2005. 483f. Tese (Doutorado). Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Belo Horizonte-MG.

CAMPOS, A.R.; LUZ, A.B.; BRAGA, P.F.A. **Separação em meio denso**. Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). 5.ed, Rio de Janeiro-RJ. ago. 2010. p.342-343.

EPA – Environmental Protection Agency. **Development Document for Effluent Limitations Guidelines and New Source Performance Standards for the Smelting and Slag Processing**. Effluent Guidelines Division Office of Air and Water Programs. Washington - USA. feb. 1974. p.33.

FONTES, A.F. **Caracterização Tecnológica de Minério de Ferro Especularítico**.

2013. 80f. Projeto de Graduação – Escola Politécnica/ Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Rio de Janeiro-RJ.

FREITAS, P.C.; CARVALHO, R.M.; SILVA, J. S. A.; PRADO, T.; DUARTE, E. R.; FRESCURA, V. L. A.; CHAVES, E. S. **Extração assistida por ultrassom para determinação colorimétrica de ferro em solo: uma comparação com espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado**. Química Nova, vol.38, n.4, 2015, 570-574p.

GÓES, M.A.C.; LUZ, A.B.; POSSA, M.V. **Tratamento de Minérios - Amostragem**. Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). 4.ed, Rio de Janeiro-RJ. dez. 2004. p.18-51.

HIELSCHER ULTRASOUND TECHNOLOGY. **Tecnologia de Ultra-Som**. Disponível em: <<https://www.hielscher.com/pt/ultrasonic-leaching-of-precious-metals.htm>>. Acesso em: 03 mai. 2018.

HYDRO. **Reciclagem**. Disponível em:< <https://www.hydro.com/pt-BR/a-hydro-no-brasil/sobre-o-aluminio/ciclo-de-vida-do-aluminio/reciclagem/>>. Acesso em: 03 abr. 2018.

INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE - IAI. **Global Aluminium Recycling – A Cornerstone of sustainable development**. The Global Aluminium Recycling Committee (GARC). London-United Kingdom. 2009. p.7.

KESTENBACH, H. J.; BOTA FILHO, W. J. **Microscopia eletrônica transmissão e varredura**. São Paulo-SP. 1994.

KHAN, H. **Técnicas de Caracterização de Materiais – Difração de Raios-X**. Apostila Técnica. Escola Politécnica-USP. São Paulo-SP. v. 2. dez. 2009.

KRUG, F. J.; NÓBREGA, J. A.; OLIVEIRA, P. V. **Espectrometria de Absorção Atômica – Parte 1. Fundamentos e atomização com chama**. Apostila Técnica. Escola Politécnica-USP. São Paulo-SP. jun. 2004.

LI, Z.; ZHANG, S.; LEE, W.E. **Molten salt synthesis of zinc aluminate powder.** *Journal of the European Ceramic Society.* vol. 27, n. 12, p. 3407-3412, 2007.

LINO, H.F.C. **A indústria de reciclagem e a questão ambiental.** 2011. 291f. Tese (Doutorado). Curso de Pós-Graduação em História Econômica, Universidade São Paulo (USP). São Paulo-SP.

MAGYAR, M.J.; KAPLAN, R.S.; MAKAR, H.V. **Experimental Processing of Salt Slags from an Aluminum Dross Furnace.** United States Bureau of Mines, RI: 8446, 1980, 30p.

MEXTRA METAL. **Rendimento de alumínio obtido por reciclagem de escória primária.** Disponível em:< https://www.aedb.br/seget/arquivos/artigos08/348_artigo_tecnico.pdf>. Acesso em: 03 abr. 2018.

NAVA, M.C.D.; OLGUÍN, M.T.; RÍOS, M.S.; HERRERA, T.A; ELGUEZÁBAL, A.A. **Caracterización de minerales arcillosos.** XI Congreso Técnico Científico ININSUTIN. Salazar-México. dez. 2002. p.55-58.

NEUMANN, R.; SCHENEIDER, C.L.; NETO, A.A. **Tratamento de Minérios – Caracterização Tecnológica de Minérios .** Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). 4.ed, Rio de Janeiro-RJ. dez. 2004. p.55-109.

OLIVEIRA, E. **Sample Preparation for Atomic Spectroscopy: Evolution and Future Trends.** *Journal of the Brazilian Chemical Society.* Campinas-SP. vol. 14, n. 2, p.174-182, abr. 2003.

OLIVEIRA, M.L.M.; AQUINO, J.A. **Tratamento de Minérios: práticas laboratoriais.** Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). Rio de Janeiro-RJ. 2007. p.3-36.

PETRAVATZI, E.; WILSON, S. **Characterization of Mineral Wastes, Resources and Processing technologies – Integrated waste management for the production of construction material - Case Study: Residues from aluminium**

cross recycling in cement. University of Leeds – United Kingdom. nov. 2007.

PIMENTEL, M.G.; VASCONCELOS, A. L. R.; PICANÇO, M. S.; SOUZA, J. V. B.; MACÊDO, A. N. **CARACTERIZAÇÃO DA ESCÓRIA DE ALTO FORNO PROVENIENTE DE RESÍDUOS INDUSTRIAIS VISANDO SEU USO NA CONSTRUÇÃO CIVIL.** Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia (CONTECC). 2017.

REYNOLDS, R.M.; OLPER, M. **The Engitec system for treatment of salt slag from secondary aluminum smelters.** in: Second International Symposium, Recycling of Metals and Engineered Materials, The Minerals, Metals & Materials Society. 1990. p. 439–450.

ROJAS, C. E. B.; MARTINS, A.H. **Scrapped jewel recycling for the gold and silver hydrometallurgical recovery.** Revista Escola de Minas (REM). 63.ed, Ouro Preto-MG. abr-jun. 2010. p.315 - 323.

ROSLIZA, R.; WAN NICK, W.B. **Improvement of corrosion resistance of AA6061 alloy by tapioca starch in seawater.** Current Applied Physics. v.10. Terengganu-Malásia. jan. 2010. p.221-229.

SAMPAIO, J.A.; SILVA, F.A.N.G. **Tratamento de Minérios – Práticas Laboratoriais: Determinação das densidades de sólidos e de polpa.** Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). 3.ed, Rio de Janeiro-RJ. 2007. p.44-45.

SAMPAIO, C.H.; TAVARES, L.M.M. **Beneficiamento Gravimétrico – Uma introdução aos processos de concentração mineral e reciclagem de materiais por densidade.** Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). 1.ed, Porto Alegre-RS. 2005. p.106-110.

TSAKIRIDIS, P. E. **Aluminium salt slag characterization and utilization – A review.** Journal of Hazardous Materials. Atenas-Grécia. mar. 2012. p.1-10.

UCR – University of California, Riverside. **Introduction to Energy Dispersive X-ray Spectrometry (EDS)**. Central Facility for Advanced Microscopy and Microanalysis. Disponível em: <<https://cfamm.ucr.edu/documents/eds-intro.pdf>>. Acesso em: 02 abr. 2018.

UNESP – Universidade Estadual Paulista. **Espectroscopia por energia dispersiva (EDS) e Espectroscopia por comprimento de onda dispersivo (WDS)**. Notas de aula: Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais. Disponível em:<www2.sorocaba.unesp.br/professor/jrborto/2008S2/.../EDS%20e%20WDS.pdf>. Acesso em: 02 abr. 2018.

WRUBLAK, O.; OLIVEIRA, I.L.; MARTINS, J. **Análise e concentração de alumínio em escórias de fundição**. XIV Seminário de Iniciação Científica e Tecnológica – SICITE. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. 2.v, Ponta Grossa-PR. 2009.

ANEXO 1



Central Analítica do Instituto de Química
Laboratório de Espectrometria Atômica (LEA)



Data: 30/04/2018

Elemento(s): Al, Fe e Zn

Matriz: Escória Al - Reciclagem

Preparo de amostra

Foram pesados aproximadamente 50 mg de amostra em bombas de teflon e, à ela foram adicionados ácidos inorgânicos. Em seguida, seguiu-se a decomposição em bloco de aquecimento em sistema fechado. Após, as amostras foram resfriadas à temperatura ambiente, transferidas e avolumadas a 30 mL com água ultrapura. As amostras já aferidas foram expostas ao ultrassom antes da etapa de determinação.

Análise

Determinação de Al: as amostras foram analisadas através da técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (Flame Atomic Absorption Spectrometry – FAAS), em equipamento Perkin-Elmer – AAnalyst 200, utilizando lâmpada de cátodo oco (Lumina™ Hollow Cathode Lamp – Perkin-Elmer), no comprimento de onda de 309,27 nm. A curva de calibração, composta pelas concentrações de 25,0; 50,0; 75,0 e 100,0 mg/L ajustada ao equipamento, fora estabelecida a partir de um padrão comercial de alumínio, cuja concentração é de 1000 mg/L.

Tabela 1. Concentração de alumínio em amostras de escória de alumínio - reciclagem, analisadas de acordo com o procedimento anterior descrito. Desvios-padrão (SD) e desvios-padrão relativos (RSD). Replicatas (n) igual a 3.

Amostra	Concentração % (g/g)	SD
Am. Bruta (Brit. Mand.)	11,54	2,26
Am. Lavada +150#	11,31	1,70

Am. s/ Lavar +150#	10,56	0,26
Am. AF	8,13	0,10
2,7 g/cm ³		

Determinação de Fe: as amostras foram analisadas através da técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (Flame Atomic Absorption Spectrometry – FAAS), em equipamento Perkin-Elmer – AAnalyst 200, utilizando lâmpada de cátodo oco (Lumina™ Hollow Cathode Lamp – Perkin-Elmer), no comprimento de onda de 248,33 nm. A curva de calibração, composta pelas concentrações de 0,5; 1,0; 2,0 e 3,0 mg/L ajustada ao equipamento, fora estabelecida a partir de um padrão comercial de ferro, cuja concentração é de 1000mg/L.

Tabela 1. Concentração de ferro em amostras de escória de alumínio - reciclagem, analisadas de acordo com o procedimento anterior descrito. Desvios-padrão (SD) e desvios-padrão relativos (RSD). Replicatas (n) igual a 3.

Amostra	Concentração % (g/g)	SD
Am. Bruta (Brit. Mand.)	4,01	0,25
Am. Lavada +150#	5,78	0,31
Am. s/ Lavar +150#	5,32	0,07
Am. AF 2,7 g/cm ³	7,23	0,53

Determinação de Zn: as amostras foram analisadas através da técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (Flame Atomic Absorption Spectrometry – FAAS), em equipamento Perkin-Elmer – AAnalyst 200, utilizando lâmpada de cátodo oco (Lumina™ Hollow Cathode Lamp – Perkin-Elmer), no comprimento de onda de 213,86 nm. A curva de calibração, composta pelas concentrações de 0,1; 0,3; 0,6 e 0,8 mg/L ajustada ao equipamento, fora estabelecida a partir de um padrão comercial de ferro, cuja concentração é de 1000mg/L.

Tabela 1. Concentração de zinco em amostras de escória de alumínio - reciclagem, analisadas de acordo com o procedimento anterior descrito. Desvios-padrão (SD) e desvios-padrão relativos (RSD). Replicatas (n) igual a 3.

Amostra	Concentração % (g/g)	SD
Am. Bruta (Brit. Mand.)	0,20	0,00
Am. Lavada +150#	0,19	0,001
Am. s/ Lavar +150#	0,20	0,00
Am. AF 2,7 g/cm³	0,20	0,01

Matriz: Escória Al - Reciclagem

Preparo da amostra:

Foram pesados aproximadamente 50 mg de amostra em bombas de teflon e, à ela foram adicionados ácidos inorgânicos. Em seguida, seguiu-se a decomposição em bloco de aquecimento em sistema fechado. Após, as amostras foram resfriadas à temperatura ambiente, transferidas e avolumadas a 30 mL com água ultrapura. As amostras já aferidas foram expostas ao ultrassom antes da etapa de determinação.

Análise

Determinação de Cu: a amostra foi analisada através da técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (Flame Atomic Absorption Spectrometry – FAAS), em equipamento Perkin-Elmer - AAnalyst 200, utilizando lâmpada de cátodo oco (LUMINA™ Hollow Cathode Lamp – Perkin-Elmer), no comprimento de onda de 324,75 nm. A curva de calibração, composta pelas concentrações de 0,5; 1,0; 1,3 e 1,6 mg/L ajustada ao equipamento, fora estabelecida a partir de um padrão comercial de cobre, cuja concentração é 1000 mg/L.

Tabela 1. Concentração de cobre em amostras de escória de alumínio – reciclagem, analisadas de acordo com o procedimento anterior descrito. Desvio-padrão (SD) e desvio-padrão relativo (RSD%). Replicatas (n) igual a 3.

Amostra	Concentração % (g/g)	SD
Am. Bruta (Brit. Mand.)	0,89	0,07
Am. Lavada +150#	0,90	0,01
Am. s/ Lavar +150#	0,97	0,02
Am. AF 2.7 g/cm ³	1,06	0,04

Elemento(s): Na e K

Matriz: Escória Al - Reciclagem

Preparo de amostra

Foram pesados aproximadamente 50 mg de amostra em bombas de teflon e, à ela foram adicionados ácidos inorgânicos. Em seguida, seguiu-se a decomposição em bloco de aquecimento em sistema fechado. Após, as amostras foram resfriadas à temperatura ambiente, transferidas e avolumadas a 30 mL com água ultrapura. As amostras já aferidas foram expostas ao ultrassom antes da etapa de determinação.

Análise

Determinação de Na: as amostras foram analisadas através da técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (Flame Atomic Absorption Spectrometry – FAAS), em equipamento Perkin-Elmer – AAnalyst 200, utilizando lâmpada de cátodo oco (Lumina™ Hollow Cathode Lamp – Perkin-Elmer), no comprimento de onda de 589,00 nm. A curva de calibração, composta pelas concentrações de 0,2; 0,3; 0,4 e 0,5 mg/L ajustada ao equipamento, fora estabelecida a partir de um padrão comercial de sódio, cuja concentração é de 1000 mg/L.

Tabela 1. Concentração de sódio em amostras de escória de alumínio - reciclagem, analisadas de acordo com o procedimento anterior descrito. Desvios-padrão (SD) e desvios-padrão relativos (RSD). Replicatas (n) igual a 3.

Amostra	Concentração % (g/g)	SD
Am. Bruta (Brit. Mand.)	6,26	0,23
Am. Lavada +150#	0,40	0,024
Am. s/ Lavar +150#	0,68	0,04
Am. AF 2,7 g/cm ³	0,23	0,03

Determinação de K: as amostras foram analisadas através da técnica de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama (Flame Atomic Absorption Spectrometry – FAAS), em equipamento Perkin-Elmer – AAnalyst 200, utilizando lâmpada de cátodo oco (Lumina™ Hollow Cathode Lamp – Perkin-Elmer), no comprimento de onda de 766,49 nm. A curva de calibração, composta pelas concentrações de 0,2; 0,4; 0,7 e 1,0 mg/L ajustada ao equipamento, fora estabelecida a partir de um padrão comercial de potássio, cuja concentração é de 1000mg/L.

Tabela 1. Concentração de potássio em amostras de escória de alumínio - reciclagem, analisadas de acordo com o procedimento anterior descrito. Desvios-padrão (SD) e desvios-padrão relativos (RSD). Replicatas (n) igual a 3.

Amostra	Concentração % (g/g)	SD
Am. Bruta (Brit. Mand.)	2,43	0,07
Am. Lavada +150#	0,19	0,014
Am. s/ Lavar +150#	0,27	0,06
Am. AF 2,7 g/cm ³	0,07	0,02

Ambas as determinações foram efetuadas de acordo com condições padrão preestabelecidas ao equipamento Perkin-Elmer AAnalyst 200.