

**Formulações de resíduos industriais tratados por hidrociclonação para obtenção de cerâmica de revestimento****Formulations of industrial waste treated by hydrocycloning to obtain coating ceramics**

DOI:10.34117/bjdv6n8-014

Recebimento dos originais:08/07/2020

Aceitação para publicação: 05/08/2020

**Raquel Rodrigues do Nascimento Menezes**

Engenheira de materiais e mestranda em ciência e engenharia de materiais pela Universidade Federal da Paraíba- UFPB

Instituição: Universidade Federal da Paraíba- UFPB

Endereço: Programa de Pós- graduação em Ciência e Engenharia de Materiais- Universidade Federal da Paraíba- UFPB, Cidade Universitária, s/n - Conj. Pres. Castelo Branco III, PB, 58051-900, João Pessoa, PB, Brasil, 58051-900

e-mail: raquelmenezes.engmat@gmail.com

**Ricardo Peixoto Suassuna Dutra**

Doutor em Engenharia de Materiais pela universidade federal do rio grande do norte- UFRN

Instituição: Universidade Federal da Paraíba- UFPB

Endereço: Programa de Pós- graduação em Ciência e Engenharia de Materiais- Universidade Federal da Paraíba- UFPB, Cidade Universitária, s/n - Conj. Pres. Castelo Branco III, PB, 58051-900, João Pessoa, PB, Brasil, 58051-900

e-mail: ricardopsd@gmail.com

**Lizandra Fernanda Araújo Campos**

Doutora em engenharia de processos pela universidade federal de Campina Grande

Instituição: Universidade Federal da Paraíba

Endereço: Programa de Pós- graduação em Ciência e Engenharia de Materiais- Universidade Federal da Paraíba- UFPB, Cidade Universitária, s/n - Conj. Pres. Castelo Branco III, PB, 58051-900, João Pessoa, PB, Brasil, 58051-900

e-mail: lizandra@hotmail.com

**RESUMO**

O estudo de resíduos industrialmente produzidos vem se tornando bastante corriqueiro no meio científico, devido ao fato desses materiais comumente serem descartados de forma inadequada, gerando malefícios ao meio ambiente. Dentre esses resíduos industriais, os resíduos do beneficiamento do caulim e do granito vem ganhando cada vez mais destaque, pela larga escala de fabricação desses materiais. Por isso, hoje em dia, há muitos estudos envolvendo a incorporação dos resíduos industriais novamente no ciclo de produção industrial. Neste trabalho, analisou-se a potencialidade da reutilização dos resíduos de caulim e do granito após passarem por uma etapa de beneficiamento- a hidrociclonação, a fim de promover a separação entre grãos mais grossos e grãos mais finos presentes nos resíduos, na incorporação da massa padrão de fabricação de cerâmicas, visando reduzir custos e manter ou até mesmo melhorar as propriedades da peça cerâmica. Para isso, foram feitas caracterizações por difração de raios X, fluorescência de raios X, análise granulométrica e análise térmica, seguidas da produção corpos de prova, os quais foram submetidos a diferentes temperaturas de queima, e, analisou-se as propriedades térmicas dos corpos de prova

produzidos. Os resultados mostraram a formação de um materiais com melhores propriedades a medida do aumento da temperatura de queima, estando de acordo com as bibliografias estudadas, e o esperado ao longo do estudo.

**Palavras- Chave:** Resíduos industriais, reutilização, caracterização.

## **ABSTRACT**

The study of industrially produced residues has become quite commonplace in the scientific environment, due to the fact that these materials are commonly discarded in an inadequate way, causing harm to the environment. Among these industrial residues, the kaolin and granite beneficiation residues have been gaining more and more attention due to the large scale of manufacture of these materials. So, today, there are many studies involving the incorporation of industrial waste again in the industrial production cycle. In this work, the potential of the re-use of kaolin and granite residues was analyzed after a beneficiation step- hydrocyclonation, in order to promote the separation between coarser grains and finer grains present in the residues, the incorporation of the mass ceramic manufacturing standard, aiming to reduce costs and maintain or even improve the properties of the ceramic part. For this, X-ray diffraction, X-ray fluorescence, particle size analysis and thermal analysis characterizations were performed, followed by the production of test specimens, which were submitted to different firing temperatures, and the thermal properties of the bodies produced. The results showed the formation of a material with better properties as the increase of the firing temperature, according to the bibliographies studied, and what was expected throughout the study.

**Keywords:** Industrial waste, reuse, characterization.

## **1 INTRODUÇÃO**

Um dos maiores problemas atuais da humanidade é a geração e gestão de resíduos, resultantes das atividades industriais. De acordo com o Art. 9º da Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010, que constitui a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), deve seguir o seguinte ordenamento hierárquico prioritário: (I) não gerar resíduos sólidos; (II) reduzir a quantidade gerada de resíduos; (III) fazer a reutilização dos resíduos; (IV) fazer a reciclagem dos resíduos; (V) realizar o tratamento dos resíduos sólidos; (VI) realizar o descarte adequado sob o aspecto ambiental.

A extração e o beneficiamento do caulim, geram uma quantidade enorme de resíduos, isso, em virtude do seu processamento possuir apenas 30% de aproveitamento, sendo o restante a quantidade de resíduos gerados por essa indústria, cuja grande maioria são descartados de forma negligente, em áreas abertas, em várzeas de riachos e rios, o que causa a agressão à fauna, flora e à saúde da população (Leita, 2017). Esse tipo de descarte, vem então, sendo alvo de árduas fiscalizações, de acordo com a lei vigente, citada anteriormente, fazendo com que as empresas produtoras tenham maiores custos para o descarte desse material, e por esse motivo, a produção do caulim fique limitada. As principais empresas produtoras de caulim, no Nordeste do Brasil estão nos municípios de Equador (RN), e Junco do Seridó (PB) (Cabral, 2009).

O caulim é um agregado mineral de coloração branca, granulometria fina, rico em material argiloso e com pouco teor de ferro, que possui ampla utilidade na indústria. A região do Seridó, situada no Nordeste brasileiro, nos estados da Paraíba e do Rio Grande do Norte, é conhecida por sua vasta reserva de caulim oriunda de pegmatitos, e sua extração e beneficiamento. O processo de beneficiamento desse mineral gera anualmente em torno de 15 mil toneladas de resíduo que não é aproveitado. Estima-se que cerca de 75 % do caulim extraído é, de certa forma, desperdiçado, o que gera pilhas de resíduos que têm sido acumulados ao longo de mais de 50 anos de produção. Além do grande volume acumulado, esse resíduo gera impactos pela facilidade de ser suspenso no ar, quando seco [10]. O primeiro na mineração, oriundo da etapa de separação do minério da areia grossa, representando até cerca de 70% do total produzido. O segundo é gerado na etapa de beneficiamento por via úmido, originando um resíduo fino na forma de lama [9].

Atualmente o resíduo de caulim vem sendo largamente utilizado, devido ao grande impacto ambiental relacionado ao seu descarte indiscriminado na natureza, e a indústria de cerâmicas é uma das que mais se destacam na reciclagem desse tipo de material, principalmente por possuir um grande volume de produção, e conseqüentemente, um grande volume de utilização de rejeitos para a incorporação na sua matéria-prima, aliando um melhor custo benefício de produção à produtos mais tecnológicos e ecológicos, sem que se perca a qualidade dos mesmos.

Figura 1- Resíduo de Caulim usado como aditivo em indústria cerâmicas.



Disponível em <http://caco3-ybv.vn/calcium-carbonate-powder/coated-calcium-carbonate-powder/cyv-msa1b-1800-mesh-id462.htm> acessado em 05/02/2018.

As rochas ornamentais e de revestimento são classificadas como granitos e mármore, e correspondem a 90% da produção mundial (PEITER et al, 2001). Apesar de representar grande potencial econômico, a indústria de rochas ornamentais gera por ano toneladas de resíduos que são descartados no meio ambiente ou depositados em aterros de maneira irregular que, segundo

OLIVEIRA (2010), se transformam em um grave problema urbano. Os processos de extração, serragem e acabamento são os responsáveis grande parte da produção de resíduos na indústria de rochas ornamentais [12]. Por isso, com a grande quantidade de resíduos gerada, e tentando contribuir para um desenvolvimento sustentável, e um maior aproveitamento de resíduos na construção civil, já há estudos sobre o resíduo resultante do beneficiamento de rochas ornamentais na produção de argamassas (Calmon et al., 1997), tijolos cerâmicos (Neves et al., 1999), peças cerâmicas (Lima Filho et al., 1999), e concretos (Gonçalves 2000).

Figura 2- Resíduo proveniente do beneficiamento de rochas ornamentais (granito).



Fonte: <http://www.siteadvisor.com/restricted.html?domain=http:%2F%2Frefugioea.com%2F2015%2F09%2F03%2Fcasos-de-sucesso-a-reutilizacao-de-agua-e-residuos-na-empresa-samambaia-serraria-de-granitos>, acessado em 12/02/2018.

Porém, a redução de volume de resíduos produzidos apresenta limitações técnico-operacionais, e as alternativas de reciclagem ou reutilização são as estratégias mais adequadas no gerenciamento destes, existindo, inclusive, uma busca de comercialização de resíduos, tendo como premissas: política de reduzir, reciclar, reutilizar; agregar valores ao resíduo; redução de custo de tratamento e disposição final; e orientação quanto ao manejo adequado do resíduo (EVANGELISTA, 2011).

Cerâmicas tradicionais como telhas, blocos e revestimento cerâmicos geralmente apresentam grande variação de composição devido ao largo intervalo de composições das argilas utilizadas como matérias-primas para sua fabricação, o que possibilita uma grande tolerância para a incorporação de grandes quantidades de resíduos inorgânicos. O potencial de incorporação de resíduos nas formulações de cerâmicas tradicionais, aliado às elevadas quantidades de recursos

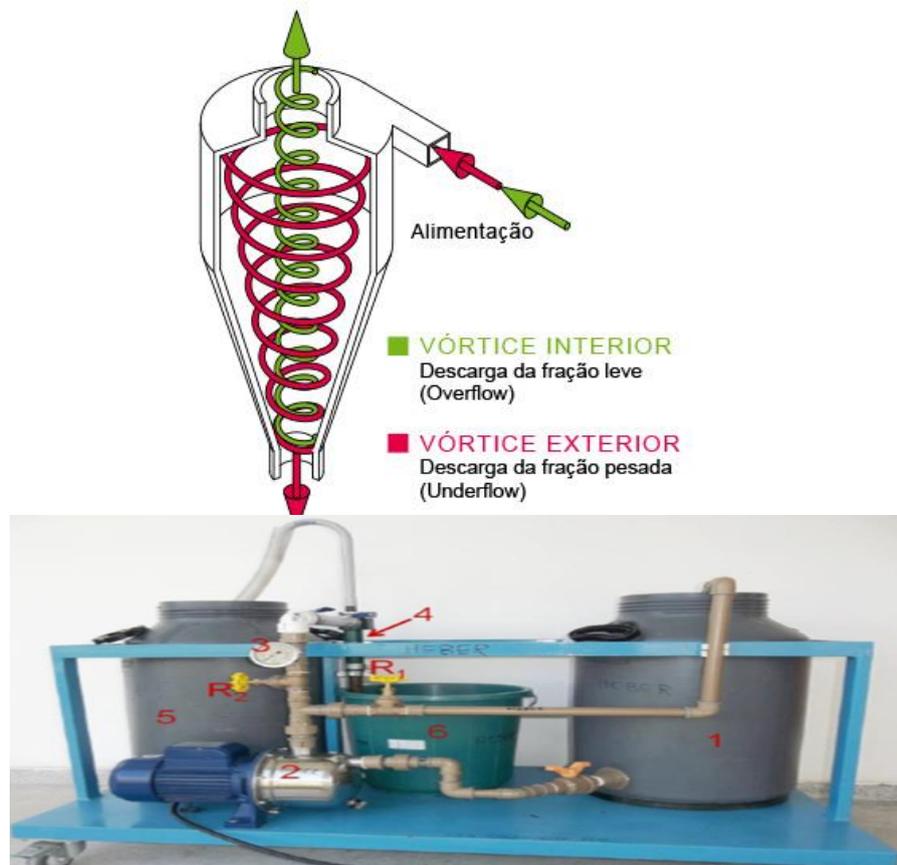
naturais consumidos a cada dia por esse segmento industrial, ressalta a importância da reutilização de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas, racionalizando o uso dos recursos naturais.

De acordo com as características do resíduo, sua influência sobre as características das formulações e modificações das propriedades finais dos materiais cerâmicos, pode-se classificar os resíduos sólidos, quando utilizados em formulações cerâmicas, em: redutores de plasticidade, resíduos fundentes, combustíveis e cinzas volantes. De acordo com essa classificação, o resíduo pode contribuir diretamente para o desenvolvimento de um produto cerâmico de qualidade. Além das possíveis funções específicas do resíduo, a reciclagem e a reutilização provenientes de diferentes processos industriais como novas matérias primas cerâmicas visa, principalmente, a economia de matérias primas e redução de custos de produção (MARTINS; KONAGANO; SOUZA; LOPES, 2020).

Para que o uso do resíduo não traga prejuízos na qualidade do produto é necessário utilizá-lo corretamente, tanto em relação ao tipo de resíduo, quanto à concentração. Além disso, um tratamento ou purificação no resíduo pode trazer boas consequências, separando as frações indesejadas do resíduo. Uma das técnicas que pode ser utilizada na purificação de resíduos é a hidrociclonagem. Os hidrociclones, equipamentos destinados principalmente à separação de suspensões, caracterizam-se por usar o efeito de centrifugação como principal agente de classificação de partículas, separando-as por tamanho ou densidade (SOUZA et al., 2000). Apesar dos hidrociclones terem sido inicialmente projetados para separação de líquidos com sólidos suspensos, tem sido utilizado também em processos de separação sólido/sólido, líquido/líquido e separação gás/líquido (SOCCOL et al., 2000).

Os hidrociclones são equipamentos que executam a separação das partículas por tamanho. O material é injetado sob pressão, com porcentagem de sólidos pré-estabelecidas. O material segue uma trajetória helicoidal, onde as partículas mais grossas se direcionam para as paredes do ciclone devido à força centrípeta, e os finos se acumulam no centro do equipamento. O material mais grosseiro sai por baixo do equipamento (underflow), com pouca quantidade de água. Os finos transbordam do equipamento, misturados em água (overflow).

Figura 3- Modelo esquemático de funcionamento de um hidrociclone, e foto do hidrociclone utilizado durante o trabalho.



Fonte: Arquivos da autora.

## 2 OBJETIVO

Portanto, o objetivo deste projeto é purificar diversos tipos de resíduos industriais utilizando a hidrociclonação para separar frações, desejadas e indesejadas, destes resíduos, dependendo do propósito de formulação e posterior desenvolvimento de materiais cerâmicos tradicionais, substituindo total ou parcialmente as matérias primas atualmente utilizadas. Dentre os resíduos com potencialidade de tratamento por hidrociclonação, destacam-se os resíduos industriais, entre os quais, o resíduo oriundo da indústria do beneficiamento do caulim, o resíduo gerado pela indústria de polimento e beneficiamento de mármore e granitos.

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para que o presente trabalho obtenha os seus objetivos, seguirá as seguintes etapas:

- (i) Coleta dos resíduos: os resíduos serão coletados nas indústrias em que são gerados. Pretende-se estudar o resíduo do beneficiamento do caulim, e resíduo da indústria de mármore e granitos, na incorporação dos materiais da indústria de revestimentos cerâmicos;
- (ii) Preparação dos resíduos: os resíduos originais que não passarão pela operação de hidrociclonação, serão secos em estufa a 60 °C por 24 h e, em seguida, moídos em moinho de discos, para posterior

- classificação por peneiramento em granulometria inferior a 74  $\mu\text{m}$ , correspondendo à peneira nº 200 da ABNT, para os futuros ensaios de caracterização;
- (iii) Hidrociclonagem dos resíduos: O hidrociclone a ser utilizado será o de modelo RWK 42L da Netzsch AKW. O corpo do hidrociclone apresentará diâmetro externo de 35 mm e interno de 20 mm. A dispersão para a operação de hidrociclonagem será preparada a partir de aproximadamente 60 % em concentração de sólidos. Para o diâmetro de vórtex e de ápex será adotado 5 mm e 4 mm, respectivamente;
- (iv) Caracterização dos resíduos: Todas as frações dos resíduos serão caracterizadas física e quimicamente com o uso das seguintes técnicas de análise: análise mineralógica por difratometria de raios X (DRX). Será utilizado um difratômetro de Raios X, XRD 6000 da Shimadzu, com radiação  $K\alpha$  do Cu (40KV/30mA), velocidade do goniômetro de  $2^\circ/\text{min}$ , passo de  $0,02^\circ$  e varredura de  $3^\circ$  a  $55^\circ$ . As análises serão realizadas no Laboratório de Combustíveis e Materiais (LACom) da UFPb; análise da composição química por fluorescência de raios X (FRX). Será realizada em modo qualitativo-quantitativo em um espectrômetro modelo FRX 1800 da Shimadzu, no qual os raios X são gerados por meio de tubo com alvo de Rh. As análises serão realizadas no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR) da UFPb; análise granulométrica por difração a laser (AG). Será utilizado um granulômetro da marca CILAS, modelo 1064, podendo ser utilizado no modo úmido ou seco, cujo equipamento está lotado no Laboratório de Cerâmica do Departamento de Engenharia de Materiais, UFPb; e análise do comportamento térmico por análise térmica diferencial (DTA) e termogravimétrica (TG). Serão estudadas e observadas as faixas de temperatura em que ocorre perda de massa ou transformações endotérmicas e exotérmicas nas amostras. As análises serão realizadas no equipamento TA 60H da Shimadzu, utilizando as seguintes condições: varredura inicial na faixa de  $25^\circ\text{C}$  até  $1150^\circ\text{C}$ , com uma taxa de aquecimento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ , em atmosfera contendo ar sintético. As análises serão realizadas no Laboratório de Solidificação Rápida (LSR) da UFPB.
- (v) Formulações cerâmicas: Após o tratamento dos resíduos pelo processo de hidrociclonagem, as diferentes frações hidrociclonadas serão formuladas entre elas, e se necessário também serão utilizadas formulações de massas com matérias primas tradicionais já conhecidas, para produzir corpos de prova. A seguinte sequência será adotada: (a) Secagem e peneiramento: Após secas em estufa a  $60^\circ\text{C}$  todas as formulações serão classificadas em peneiras de malha 35 mesh (ABNT nº40); (b) Correção de umidade: será adicionado um teor de água de 8%, com intuito de promover a plasticidade nas formulações; (c) Prensagem: será utilizada a conformação por prensagem uniaxial, com carga de 5 toneladas utilizando uma matriz metálica prismática com seção interna de 6 cm x 2 cm; (d) Medições e secagem: Após a etapa de prensagem de cada corpo de prova, os mesmos serão submetidos às medições de dimensões e pesagem. Em seguida, os corpos serão postos em uma estufa a  $110^\circ\text{C}$  e deverão permanecer durante 24 h. Após o período de permanência, os corpos serão esfriados naturalmente e as mesmas medições serão realizadas para obtenção das dimensões e peso dos corpos após a secagem; (e) Queima: os corpos de prova serão submetidos à etapa de queima, utilizando-se uma taxa de aquecimento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  e patamar final de 30 min em três temperaturas a serem definidas de acordo com as etapas anteriores. Após a queima serão realizadas novas medições dos corpos de prova e nova pesagem, referentes aos dados após a queima; (f) Determinação das propriedades: após a etapa de sinterização serão determinadas as propriedades tecnológicas dos corpos de prova de acordo com as Normas Técnicas da ABNT.

As formulações a serem estudadas serão as seguintes, apresentadas na Tabela 1:

Tabela 1: formulações dos corpos de prova a serem estudadas

| Fração Padrão (massa argilosa para fabricação de cerâmico) | Resíduo de Caulim- fração grossa da hidrociclonagem | Resíduo de granito- fração fina da hidrociclonagem |
|--|---|--|
| F1   | 95%   | 0%   |
| F2   | 95%   | 5%   |
| F3   | 90%   | 0%   |
| F4   | 90%   | 10%  |
| F5   | 90%   | 5%   |
| F6   | 80%   | 10%  |

Figura 4: Corpos de prova produzidos com as diferentes formulações, pós queima:



Fonte: Arquivos da autora

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (FRX)

A composição química está apresentada na tabela abaixo:

Tabela 2: análise de composição química das frações dos resíduos:

|            | Óxidos presentes (%) |                                |                                |      |      |                  |                   |        |       |
|------------|----------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------|------------------|-------------------|--------|-------|
|            | SiO <sub>2</sub>     | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | MgO  | CaO  | K <sub>2</sub> O | Na <sub>2</sub> O | Outros | PF    |
| <b>RC</b>  | 69,29                | 10,01                          | 1,14                           | 0,89 | 0,49 | 1,82             | 0,36              | 1,90   | 14,10 |
| <b>RCF</b> | 69,60                | 10,45                          | 1,47                           | 0,95 | 0,29 | 0,62             | 0,15              | 0,37   | 16,10 |
| <b>RCR</b> | 75,40                | 9,39                           | 2,79                           | 0,72 | 0,45 | 0,43             | 0,13              | 0,18   | 10,50 |
| <b>RCN</b> | 74,21                | 9,56                           | 2,46                           | 0,78 | 0,38 | 0,50             | 0,16              | 0,45   | 11,50 |
| <b>RG</b>  | 63,43                | 3,68                           | 11,91                          | 3,87 | 7,91 | 1,71             | 3,57              | 1,19   | 1,25  |
| <b>RGF</b> | 62,73                | 3,58                           | 11,70                          | 3,83 | 7,79 | 1,77             | 3,82              | 2,68   | 2,10  |
| <b>RGR</b> | 63,22                | 3,63                           | 13,37                          | 3,42 | 8,06 | 1,26             | 3,97              | 2,92   | 0,15  |
| <b>RGN</b> | 62,94                | 3,57                           | 12,67                          | 3,90 | 7,78 | 1,71             | 3,67              | 2,53   | 1,23  |

Todas as frações do resíduo de caulim, contêm SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> como principais constituintes. O conteúdo dos possíveis óxidos fundentes (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O e Na<sub>2</sub>O) é relativamente baixo. Espera-se que, devido ao alto teor de alumina em relação aos óxidos de ferro, potássio e sódio, a fase líquida formada durante o processo de sinterização se comportar como uma fase líquida de alta viscosidade ou uma fase transiente, o que é desejável para a obtenção de produtos com propriedades físicas e mecânicas mais elevadas (VARELA et al.,2009).

Observa-se que a maior fração de SiO<sub>2</sub> é da fração RCR, ou seja, da fração grossa do resíduo, provavelmente devido a maior quantidade de partículas grossas, como o quartzo. Outra característica apresentada no comparativo das frações de resíduo é o maior teor de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> da amostra RCF, esta fração por conter a fração mais fina do resíduo, obtida no overflow, provavelmente, contém uma maior quantidade de argilominerais, resultando com isso a maior perda ao fogo entre todas as frações.

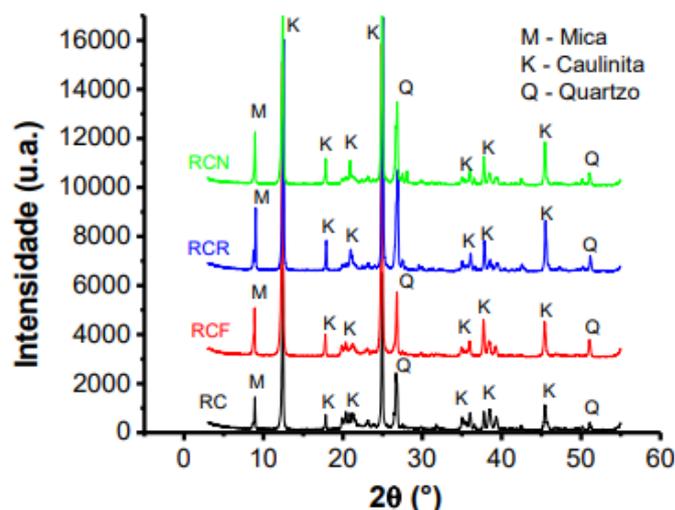
Observa-se que as composições químicas dos resíduos de granito apresentaram elevadas quantidades de óxido de silício, óxido de ferro e óxido de cálcio.

A elevada quantidade de SiO<sub>2</sub> está associada com a fase cristalina do quartzo. O óxido de ferro e o óxido de cálcio foram provenientes, provavelmente, da granalha de ferro e da cal moída, utilizadas nas etapas de corte e polimento de rochas graníticas. Com relação ao uso cerâmico o elevado teor de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) presente no resíduo de granito, conduzirá, provavelmente após sinterização, a colorações avermelhadas. O conteúdo de óxidos alcalinos (K<sub>2</sub>O e Na<sub>2</sub>O) é relativamente alto, sendo da ordem de 5,79%. Estes óxidos são muito importantes nas formulações cerâmicas, pois podem atuar como agentes fundentes ajudando a sinterização das peças cerâmicas. Os óxidos alcalinos são provenientes principalmente dos feldspatos e mica presentes no resíduo.

## 4.2 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X (DRX)

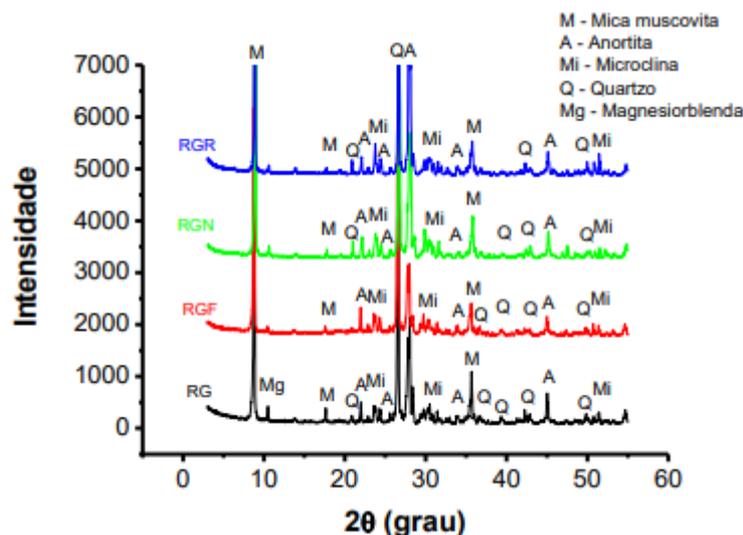
Para realização das análises, foi utilizado um difratômetro de Raios X, XRD 6000 da Shimadzu. A radiação utilizada foi K $\alpha$  do Cu (40KV/30mA); a Velocidade do goniômetro foi de 2°/min e passo de 0,02° e varredura de 3° a 55°, que está apresentado nas Figuras abaixo:

Figura 5: análise de DRX, das frações do resíduo de Caulim.



Observa-se que os difratogramas das frações do resíduo de caulim, apresentaram picos referentes fase mineralógica quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) e mica ( $\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ ). Resultados semelhantes foram identificados Varela et al., (2009) e Castro et al., (2015) em estudos com resíduos de caulim. Observa-se também que não houve mudanças qualitativas nos difratogramas das amostras que foram submetidas ao tratamento em comparação com o resíduo de caulim não tratado RC. No entanto, é possível notar que o difratograma referente à fração fina hidrociclada, apresenta picos de caulinita mais definidos, indicando que após a hidrociclagem o material caracterizado como fino possivelmente apresentou uma maior porcentagem de caulinita em sua composição, já que esse mineral constituía as frações mais finas do resíduo (Caetano, A. L. A).

Figura 6: análise de DRX, das frações do resíduo de granito.



Os difratogramas das frações do resíduo de granito, apresentaram picos referentes ao quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), microclina (feldspato potássico,  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ), anortita (feldspato cálcico,  $\text{CaAlSi}_3\text{O}_8$ ), mica muscovita ( $\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ ), e magnesiorblenda ( $(\text{Ca}_2\text{Mg},\text{Fe}^{+2})_4\text{Al}(\text{Si}_7\text{Al})\text{O}_{22}(\text{OH},\text{F})_2$ ).

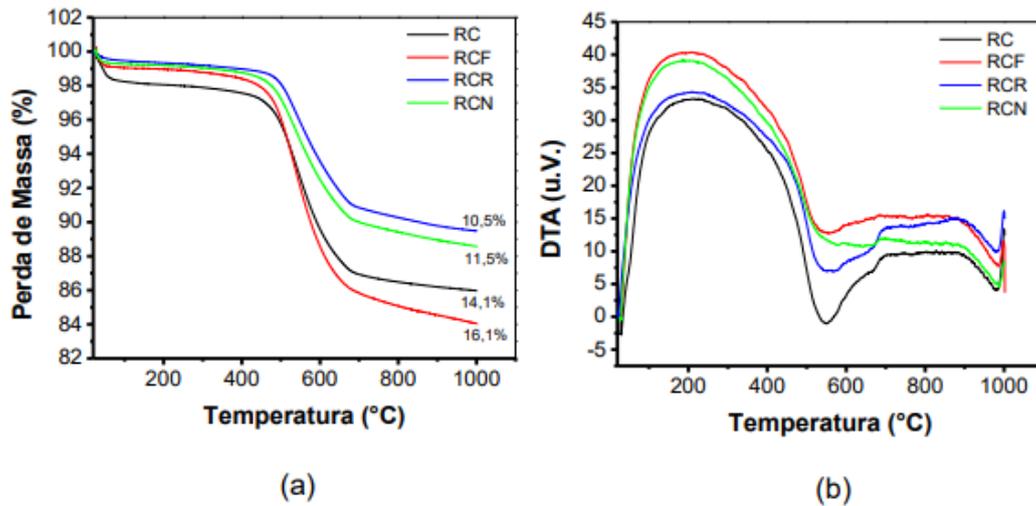
Observa-se que o  $\text{K}_2\text{O}$  presente na composição química dos resíduos é oriundo basicamente de mica muscovita, enquanto que o  $\text{CaO}$  é oriundo do feldspato cálcico e principalmente da adição de granalha e óxido de cálcio como abrasivo e lubrificante no processo de corte/serragem de rochas ornamentais.

A microclina e a anortita são feldspatos, desempenham a função de fundentes, sendo, portanto, os componentes formadores de fase vítrea em corpos cerâmicos e esmaltes, auxiliando no

fechamento da porosidade entre as partículas, conferindo aumento da densidade relativa do material sinterizado.

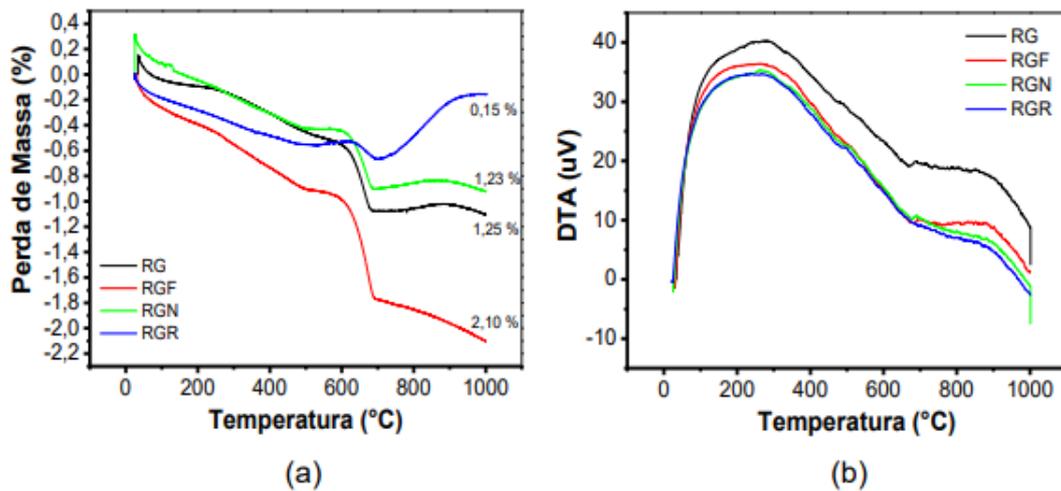
## 4.3 ANÁLISE TÉRMOGRAVIMÉTRICA (TG) e ANÁLISE TÉRMICA DIFERENCIAL (DTA)

Figura 7: (a) curvas da análise termogravimétrica; (b) curvas da análise térmica diferencial para as frações do resíduo de caulim.



Identifica-se um comportamento térmico semelhante para todas as frações, as quais apresentaram um pico por volta de 560°C, provavelmente relacionado à desidroxilação da caulinita e outro em torno de 980°C, possivelmente associado à nucleação da mulita. Resultados semelhantes foram identificados por Menezes et al., (2007) em estudos com resíduos de caulim e resíduos de granito, identificando os referidos eventos térmicos em temperaturas semelhantes. Constata-se nas curvas termogravimétricas que as maiores perdas de massa são das frações do resíduo fino (RCF) e do resíduo original (RC), constituídos pelas maiores quantidades de argilominerais.

Figura 8: (a) curvas da análise termogravimétrica; (b) curvas da análise térmica diferencial para as frações do resíduo de granito.

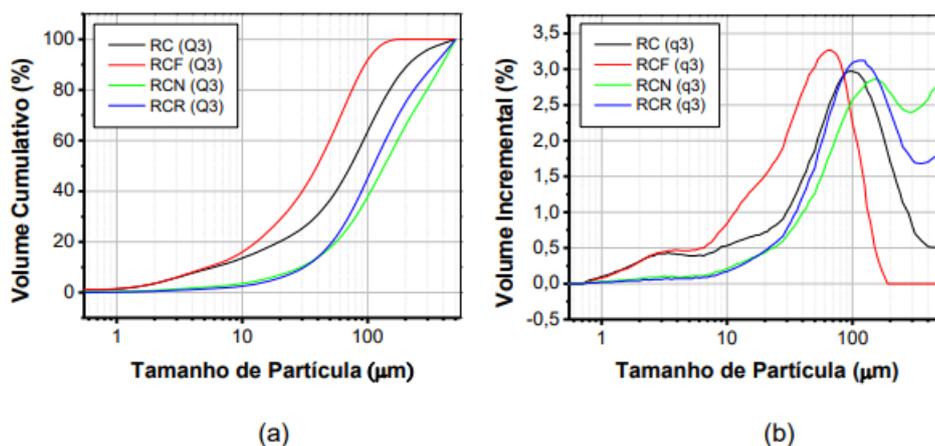


Identifica-se um comportamento térmico semelhante para todas as frações, as quais apresentaram uma banda endotérmica a 110°C, o que indica perda de água livre, um pequeno pico endotérmico a aproximadamente a 660 e 760°C provavelmente relacionados à desidroxilação e recristalização da mica respectivamente e uma banda de aproximadamente 840 a 950 °C, possivelmente relacionada à decomposição do carbonato de cálcio. As frações do resíduo de granito apresentaram perdas de massas variando de 0,15% a 2,10% para o RGR e RGF.

As bandas de perda de massa estão relacionadas provavelmente a desidroxilação da mica, recristalização da mica e decomposição do carbonato. Resultados semelhantes foram identificados por Menezes et al., (2007) em estudos com resíduos de caulim e resíduos de granito.

#### 4.4 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Figura 9: curvas granulométricas do resíduo de caulim tratados e não tratados o (a) volume acumulado passante; (b) distribuição do tamanho de partículas.



Observa-se que o resíduo de caulim não tratado (RC) apresentou tamanhos de partículas intermediários em relação as demais frações do resíduo, com um tamanho médio de partículas de 95,42  $\mu\text{m}$ , sendo 10% da massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 5,92  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 73,07  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 73,07 e 210,10  $\mu\text{m}$ . O resíduo de caulim tratado, fração fina (RCF), foi constatado o de menor diâmetro médio das partículas em relação as demais frações, com valor de 45,71  $\mu\text{m}$ , sendo 10% de massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 5,31  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 39,52  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 39,52 e 94,80  $\mu\text{m}$ .

Para o resíduo de caulim tratado, fração grossa (RCR), observa-se que o diâmetro médio das partículas foi de 147,95  $\mu\text{m}$ , apresentando 10% de massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 31,13  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 110,97  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 110,97 e 340,18  $\mu\text{m}$ .

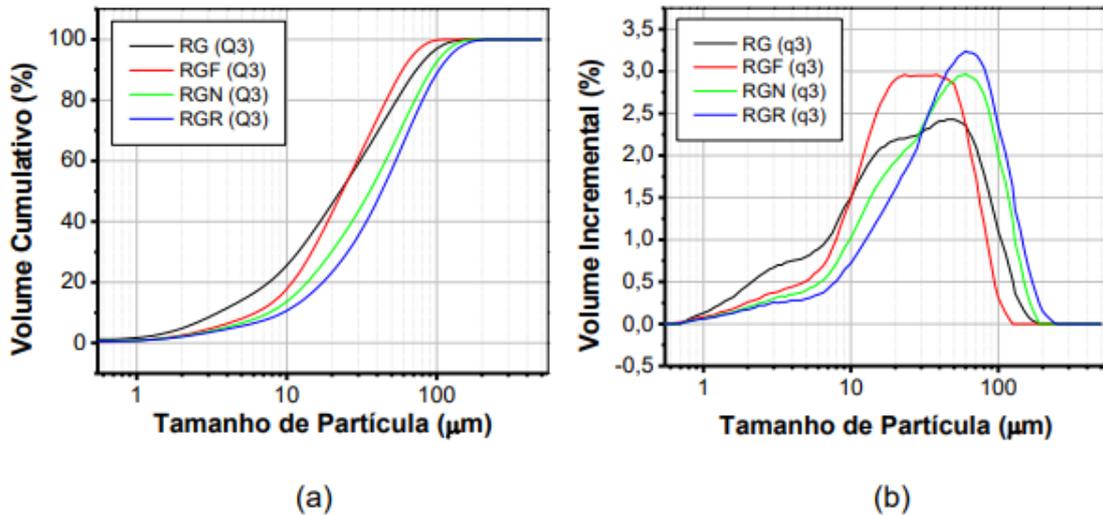
O resíduo de caulim tratado, não hidrociclado (RCN), o diâmetro médio das partículas foi de 173,09  $\mu\text{m}$ , apresentando 10% de massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 29,27  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 135,45  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 135,45 e 389,51  $\mu\text{m}$ .

Nota-se que o processo de hidrociclonagem influenciou significativamente a distribuição do tamanho de partículas do resíduo classificado como fração fina, diferenciando-o quando comparado às outras frações.

Observa-se uma faixa de distribuição de tamanho de partículas significativamente mais estreita que as outras frações do resíduo de caulim o que pode reduzir ou evitar a segregação dos componentes, melhorando o empacotamento das partículas (LOLLI et al., 2000).

Observa-se que todas as frações do resíduo apresentaram uma distribuição granulométrica denominada monomodal, mudando apenas o local do pico granulométrico entre as amostras.

Figura 10: curvas granulométricas do resíduo de granito tratados e não tratados o (a) volume acumulado passante; (b) distribuição do tamanho de partículas.



A análise granulométrica do resíduo de granito não tratado (RG) apresentou um tamanho médio de partículas de 31,76  $\mu\text{m}$ , sendo 10% da massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 3,48  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 22,73  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 22,73 e 73,07  $\mu\text{m}$ . Para o resíduo de granito tratado, fração fina (RGF), foi constatado o diâmetro médio das partículas de 28,72  $\mu\text{m}$ , sendo 10% de massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 6,20  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 23,46  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 23,46 e 59,13  $\mu\text{m}$ .

Observa-se uma faixa de distribuição de tamanho de partículas significativamente mais estreita que as observadas nas outras frações do resíduo de granito. Este comportamento deve-se ao processo de hidrociclonação, que separa a fração grosseira formada pelo pó oriundo da serragem e por partículas de granalha, da fração mais finas.

No resíduo de granito tratado, fração grossa (RGR), observa-se que o diâmetro médio das partículas é de 50,85  $\mu\text{m}$ , apresentando 10% de massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 9,41  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 42,95  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 42,95 e 103,77  $\mu\text{m}$ .

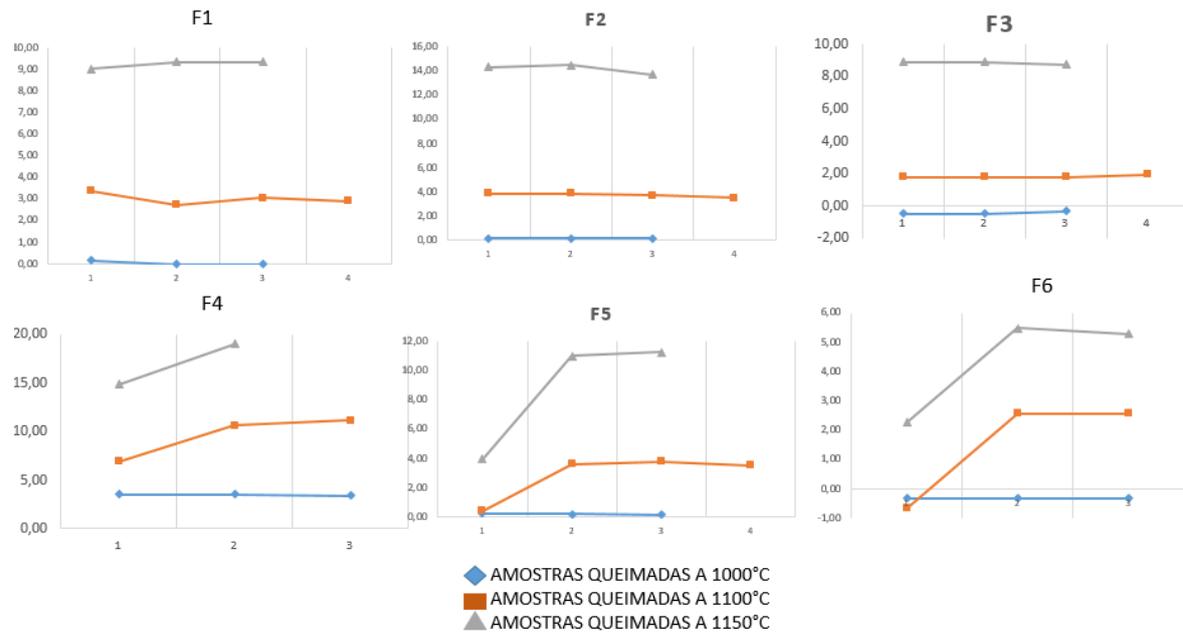
Para o resíduo de granito tratado, não hidrociclonação (RGN), observa-se que o diâmetro médio das partículas é de 43,70  $\mu\text{m}$ , apresentando 10% de massa acumulada com diâmetro médio equivalente abaixo de 7,65  $\mu\text{m}$ , diâmetro a 50% de 35,74  $\mu\text{m}$  e maior concentração de partículas entre 35,74 e 92,05  $\mu\text{m}$ . Todas as frações do resíduo de granito apresentaram uma distribuição granulométrica monomodal.

Observa-se uma maior quantidade de partículas finas, comparativamente ao resíduo de caulim e uma menor proporção de aglomerados (Menezes et al., 2007).

## 4.5 PROPRIEDADES FÍSICAS

### 4.5.1 Retração Linear de Queima

Figura 11: Retração Linear de Queima (100%) para os corpos de provas com as diferentes formulações, queimados a 1000, 1100 e 1150°C.



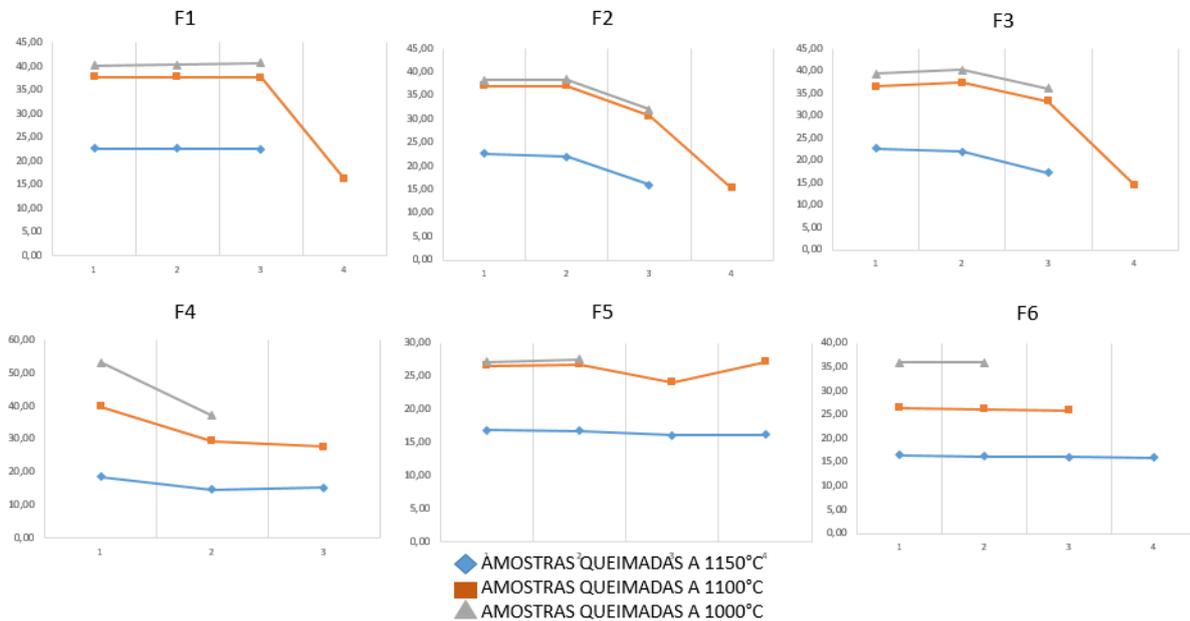
Observa-se que a retração linear dos corpos cerâmicos aumenta à medida que se aumenta a temperatura de queima, em todas as formulações estudadas.

Também, pôde-se notar, que a 1000°C em todas as formulações estudadas, os corpos de prova permaneceram praticamente com uma retração linear igual a zero.

Constatou-se que, por um lado, a fração que contém a parte mais fina do resíduo (F4, F5, e F6) contribui com uma melhor sinterização.

## 4.5.2 Absorção de água

Figura 12: medidas de absorção de água (100%) para os corpos de provas com as diferentes formulações, queimados a 1000, 1100 e 1150°C.

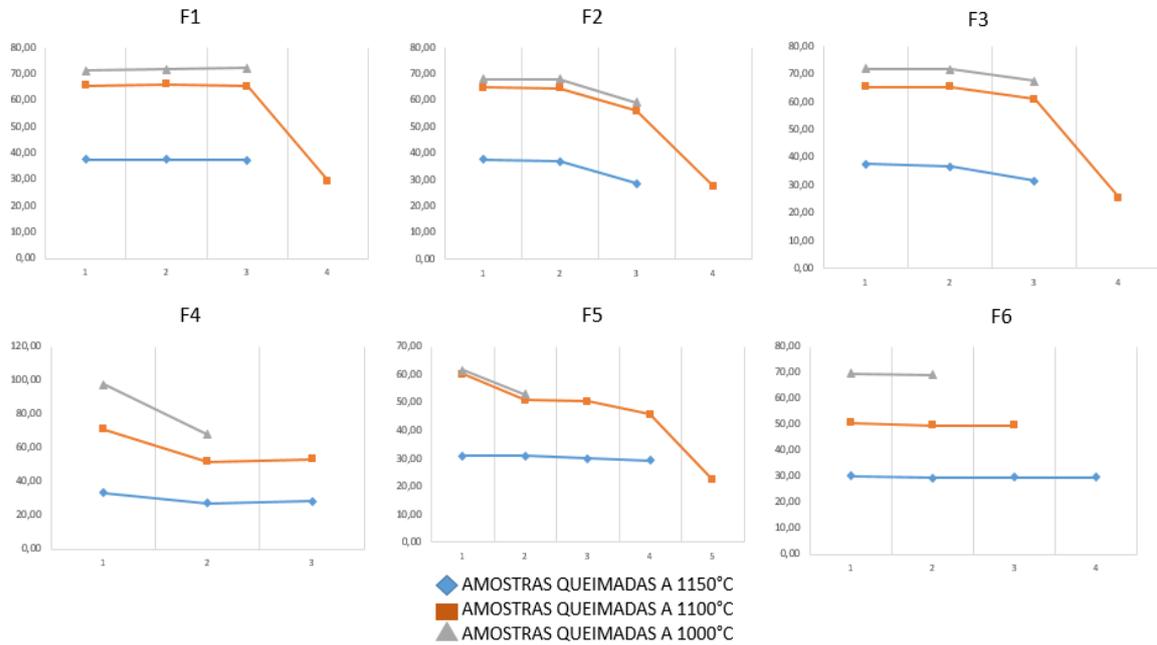


Observa-se que as propriedades de absorção de água sofre uma grande redução com o aumento da temperatura final.

A absorção de água apresenta influências significativas sobre as demais propriedades finais do produto obtido. Através dela observa-se uma diminuição dessa propriedade com o aumento da temperatura, tanto para o material tratado quanto para o sem tratamento. Isso acontece devido ao aumento da temperatura promover uma maior compactação ao corpo cerâmico, resultando em uma menor quantidade de poros.

4.5.3 Porosidade Aparente

Figura 13: medidas de porosidade aparente (100%) para os corpos de provas com as diferentes formulações, queimados a 1000, 1100 e 1150°C.

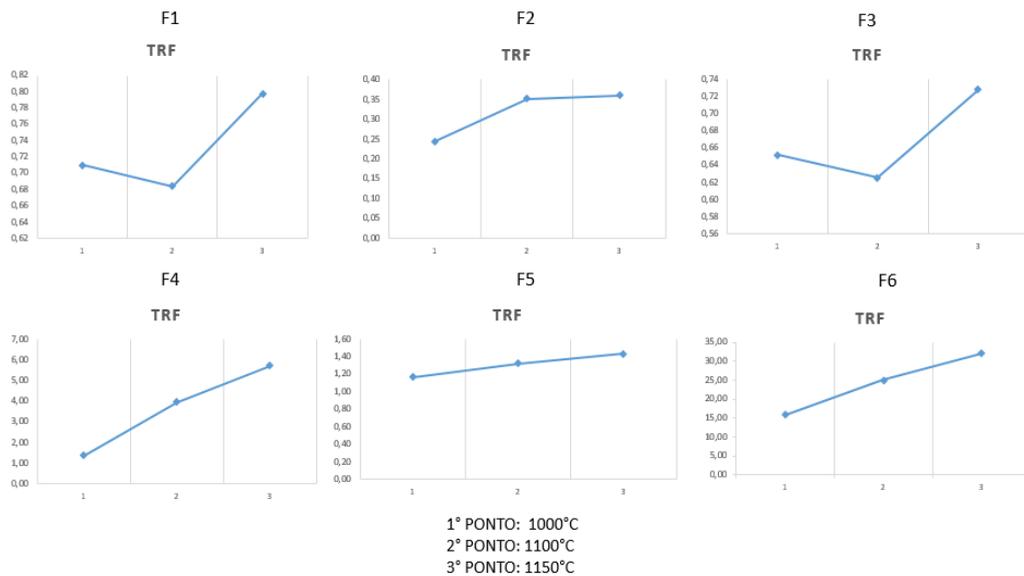


A porosidade aparente sofre uma grande redução com o aumento da temperatura final.

Isso se dá em consequência da melhor sinterização dos corpos de prova, e a formação de maior quantidade de fase vítrea, em qualquer uma das formulações, preenchendo assim, os espaços vazios que existiam.

4.5.4 TENSÃO DE RUPTURA À FLEXÃO

Figura 14: Medidas do ensaio de tensão de ruptura a flexão com corpos de prova de cada formulação estudada, em suas diferentes temperaturas de queima:



Observa-se que a resistência é crescente com o aumento da temperatura. Este comportamento está relacionado com os mais baixos valores de porosidades e absorção de água.

O decréscimo dos valores de absorção de água, e porosidade aparente, e, conseqüentemente o aumento da retração linear são diretamente responsáveis pelo aumento da resistência mecânica, isso se dá, devido aos fundentes presentes na fração fina do resíduo de granito, e a melhor sinterização apresentada pela formação da fase vítrea em ambas as frações de resíduo, logo, ocorre um melhoramento das propriedades mecânicas, com o conseqüente aumento da temperatura.

## 5 CONCLUSÕES

As frações dos resíduos obtidos após a hidrociclonagem apresentaram composições semelhantes quanto às fases mineralógicas e as composições químicas. A amostra hidrociclonada denominada por fração fina, tratada por hidrociclonagem, apresentou, para todos os resíduos estudados, tamanho de partícula médio inferior às outras frações de amostras obtidas, bem como uma distribuição de tamanhos de partículas mais estreita que as demais frações.

O resíduo de granito fração fina (RGF) apresentou elevados teores de óxidos fundentes, podendo contribuir para uma melhor sinterização da formulação cerâmica.

O resíduo de caulim original (RC) e o resíduo de caulim fração fina (RCF) apresentaram maiores quantidades do argilomineral caulinítica, podendo contribuir para formação de fase vítrea e mulita, contribuindo para o aumento da resistência mecânica e redução da deformação pirolástica durante o processo de queima.

Os corpos de prova produzidos com diferentes formulações, obtiveram resultados de acordo com o esperado, mantendo boas propriedades, e havendo o melhoramento dessas propriedades de acordo com as diferentes temperaturas de queima utilizadas.

**REFERÊNCIAS**

- [01] R. R. MENEZES.; R. R. DE ALMEIDA.; L. N. L. SANTANA.; G. A. NEVES.; H. L. LIRA.; H. C. FERREIRA., **análise da co-utilização do resíduo do beneficiamento do caulim e serragem de granito para produção de blocos e telhas cerâmicos**, Disponível em: [http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0366-69132007000200014](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132007000200014), acessado em 10 de fevereiro de 2018;
- [02] M. A. F. RAMALHO.; R. R. ALMEIDA.; G. A. NEVES.; L. N. L. SANTANA., **estudo da potencialidade de resíduos de caulim e granito para a produção de blocos cerâmicos- parte II**, Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbc/2005/artigos/49cbc-5-17.pdf>, acessado em 08 de fevereiro de 2018;
- [03] G. A. R. CIRILA.; S. L. VITOR.; V. V. ELBERT., **aproveitamento de resíduo de caulim para a formulação de argamassas colantes**, Disponível em: <http://www.cetem.gov.br/images/congressos/2016/CAC00120016.pdf>, acessado em 08 de fevereiro de 2018;
- [04] CALLISTER, W. D., **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. John Wiley & Sons, Inc., 2002.
- [05] CABRAL, E. S.; LEITE FILHO, E. M. R.; BRAZ DE ARAÚJO. FARIAS, M. S. S., **Impactos ambientais: Uma abordagem das atividades de beneficiamento de caulim na região Borborema/Seridó na Paraíba**. 2009.
- [06] MORAES, J. M. **Caracterização tecnológica e mineralógica de caulins brasileiros. XIV Jornada de Iniciação Científica – CETEM**. UERJ, 2013
- [07] LEITE, J. Y. P.; VERAS; M. M.; SANTOS, E.P.; LIMA, R.F.S.; PAULO, J.B.A.; **Mineração de caulim de pequena escala em APL de Base Mineral – Novo layout para sua otimização**. In: XXII ENTMMME/VII MSHMT – Ouro Preto, MG, 2007;
- [08] PADILHA, A. F. E AMBROZIO FILHO, F.; **Técnicas de Análise Microestrutural**.
- [09] R. R. MENEZES.; M. F. OLIVEIRA.; L. N. L. SANTANA.; G. A. NEVES.; H. C. FERREIRA.; **Utilização do resíduo do beneficiamento do caulim para a produção de corpos mulíticos**, Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/ce/v53n328/a0953328.pdf>, acessado em 12 de fevereiro de 2018;
- [10] K. M. ALMEIDA.; F. W.H.VIDAL.; , N. F. CASTRO.; **Estudo De Caracterização E Beneficiamento De Resíduo De Caulim-** João Pessoa, PB, 2016; Disponível em: <http://www.cetem.gov.br/images/congressos/2016/CAC00390016.pdf>, acessado em 12 de fevereiro
- [11] MARQUES, C. V. **Beneficiamento Por Hidrociclonação De Misturas De Argilas Bentoníticas Pouco Nobres De Boa Vista-Pb, Visando Melhoria De Suas Propriedades Reológicas**. 2014. 154f. dissertação (mestrado)- Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais- Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2014. Disponível em: <

<http://tede.biblioteca.ufpb.br/bitstream/tede/447/1/arquivototal.pdf>>. Acesso em 08 de janeiro de 2017

[12] D. M. OLIVEIRA.; T. N. OLIVEIRA.; A. C. S. BEZERRA.; V. J. GOMES.; R. A. F. PEIXOTO.; **Utilização de resíduo de granito como substituição ao cimento Portland em matrizes cimentícias**, Ouro Preto- MG, 2011, Disponível em: [http://www.reciclos.ufop.br/media/uploads/downloads/residuo\\_de\\_granito.pdf](http://www.reciclos.ufop.br/media/uploads/downloads/residuo_de_granito.pdf), acessado em 12 de fevereiro de 2018;

[13] Caetano, A. L. A; APROVEITAMENTO, PURIFICAÇÃO E SELEÇÃO DO RESÍDUO DO BENEFICIAMENTO DO CAULIM, DO CORTE E POLIMENTO DO GRANITO E DO POLIMENTO DO PORCELANATO PARA OBTENÇÃO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS; João Pessoa-PB, 2018;

[14] LOLLI, L, NASSETTI, G, MARINO, L.F.G., A preparação a seco de massas cerâmicas. *Cerâmica Industrial* v5, n.2, p. 23-27, março/abril 2000.

[15] CABRAL, D.H.P. Uso de rejeitos do granito rain forest para a produção de revestimentos cerâmicos com baixa absorção de água. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Ceará, 2009.

[16] MARTINS, Luiza Helena da Silva; KONAGANO, Evelyn Mayumi Hanawa; SOUZA, Raphael Luiz Lobo da Silva; LOPES, Alessandra Santos. Análise físico-química de diferentes resíduos agroindustriais para possível utilização na indústria. **Brazilian Journal Of Development**, [S.L.], v. 6, n. 2, p. 6936-6948, 2020. *Brazilian Journal of Development*