

**PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL CERÂMICO COM
ESTRUTURA $\text{SrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ A PARTIR DE REJEITOS DA MINERAÇÃO DO CAULIM DA
AMAZÔNIA**DOI: <http://dx.doi.org/10.55449/conresol.5.22.I-024>**Nayara Aparecida Fonseca Couto (*), Bruno Apolo Miranda Figueira, Igor Alexandre Rocha Barreto, Renata de Sousa Nascimento, Patrícia Teresa Souza da Luz**

* Universidade Federal do Oeste do Pará (UFOPA), nayarah.couto@hotmail.com

RESUMO

Neste trabalho foi avaliado o emprego de rejeitos de caulim da Amazônia como matéria prima de baixo custo para produção de material cerâmico com estrutura Sr-celsiana. O processo de transformação dos rejeitos, inicialmente, foi feito através da sua conversão em material zeolítico, que após ser dopado com Sr^{2+} e calcinado, formou a fase $\text{SrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$. Os processos de transformação foram monitorados por meio de difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura (SEM-EDS). Os resultados indicaram que o material cerâmico refratário foi formado com êxito, sem impurezas e elevado grau de cristalinidade a 1050 °C por 3h, com sistema cristalino monoclinico e parâmetros de cela $a = 8,370 \text{ \AA}$, $b = 12,97 \text{ \AA}$, $c = 117,10 \text{ \AA}$ e $V = 114,10 \text{ \AA}^3$. Assim, é possível afirmar que um rejeito da mineração que atualmente não possui valor comercial pode ser uma interessante fonte natural para a produção de cerâmica avançada de baixa temperatura.

PALAVRAS-CHAVE: Sr-Celsiana, Zeólita, Cerâmica, Tratamento Térmico, Rejeito.**ABSTRACT**

In this work, the use of kaolin tailings from the Amazon was evaluated as a low-cost raw material for the production of ceramic material with Sr-Celsian structure. The tailings transformation process, initially, was done through their conversion into zeolitic material, which after being doped with Sr^{2+} and calcined, formed the $\text{SrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ phase. The transformation processes were monitored by X-ray diffraction, infrared spectroscopy (FTIR) and scanning electron microscopy (SEM-EDS). The results indicated that the refractory ceramic material was successfully formed, without impurities and high degree of crystallinity at 1050 °C for 3h, with a monoclinic crystalline system and cell parameters $a = 8.370 \text{ \AA}$, $b = 12.97 \text{ \AA}$, $c = 117.10 \text{ \AA}$ and $V = 114.10 \text{ \AA}^3$. Thus, it is possible to affirm that a mining waste that currently has no commercial value can be an interesting natural source for the production of advanced low-temperature ceramics.

KEY WORDS: Sr-Celsian, Zeolite, Ceramics, Heat Treatment, Tailings.**INTRODUÇÃO**

A mineração envolve a extração, elaboração e beneficiamento de minerais de minérios que se encontram em seu estado natural, sendo uma atividade fundamental para o desenvolvimento social e econômico, gerando emprego, renda e desenvolvimento regional. Paralelamente, sua atividade ainda é responsável pela geração de grandes quantidades de subprodutos sem valor econômico, como por exemplo os rejeitos minerais (MELO et al., 2017).

Em razão disso, atualmente se observa uma grande preocupação da comunidade científica que vem discutindo seus impactos na natureza e formas de sua reutilização. Tendo em vista a relevância da atividade de mineração para a região e a necessidade da redução dos impactos desse setor, este trabalho propõe a obtenção de material cerâmico empregando resíduos da mineração na região Amazônica.

As análises de difração de raio X foram realizadas empregando um difratômetro de bancada D2Phase (Bruker), com goniômetro de varredura vertical e um tubo de cobre ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) de 400 W de potência, com uma geometria de Bragg-Brentano no modo contínuo, velocidade de varredura de 0,25°/min, tendo como sistema de detecção um detector rápido modelo LynxEye. A tensão foi de 30kv e 10mA, respectivamente. A identificação das fases foi feita através do programa HighScore X'pert (Panalytica).

Para os estudos de MEV e EDS as amostras foram pulverizadas e dispersas em suportes impregnados com grafite e metalizadas com ouro. Foram realizadas varreduras em toda a lâmina para obtenção de imagens e análises químicas por



EDS (espectroscopia por dispersão de energia). O instrumento utilizado foi um microscópio da marca LEO-Zeiss, 430 Vp, em condições de análise utilizando imagens secundárias obtidas a 20KV, com distância de trabalho de 11mm.

OBJETIVOS

Reaproveitamento de rejeitos de caulim da Amazônia como material de partida para produção de cerâmica avançada com estrutura $SrAl_2Si_2O_8$.

METODOLOGIA

O material de partida (rejeito de caulim), foi calcinado a 700 °C durante 2 horas para que ocorresse a obtenção de uma fase amorfa, chamada de metacaulim. Para a obtenção do material zeolítico (zeólita A), foi realizada a mistura de aproximadamente 6,09g de metacaulim em uma solução aquosa de hidróxido de sódio de 5 molar, que foi submetida a tratamento hidrotermal em estufa a 110 °C por 4 horas.

A síntese da zeólita trocada com cátions de Sr^{2+} foi realizada em um frasco selado contendo água deionizada, com adição de zeólita A e cloreto de estrôncio, que foi mantido sob agitação mecânica em temperatura ambiente durante 72h em mesa agitadora KS501 digital, com velocidade de 250 rpm. A amostra foi então lavada com água deionizada e filtrada. A metodologia utilizada na obtenção do material cerâmico foi baseada no trabalho de Matsumoto e Goto (2009), modificando-se o que se achou necessário. A síntese termal foi realizada em amostras de 500mg que foram tratadas termicamente em forno mufla a 900°C por 1h e a 1050°C por 1, 3 e 6 horas.

RESULTADOS

A Figura 1 apresenta o difratograma obtido para o material zeolítico, no qual é possível verificar a presença de picos característicos da zeólita A (PDF 01-076- 1509), em 7.3°, 10.3°, 12.6°, 16.3°, 21,8°, 24.2°, 27.3°, 30.1° e 34.3° (2 theta), referentes aos planos basais (200), (220), (222), (420), (442), (622), (642), (644) e (664), com os seguintes parâmetros de cela unitária: $a = b = c = 24,46 \text{ \AA}$, $V = 14633,60 \text{ \AA}^3$.

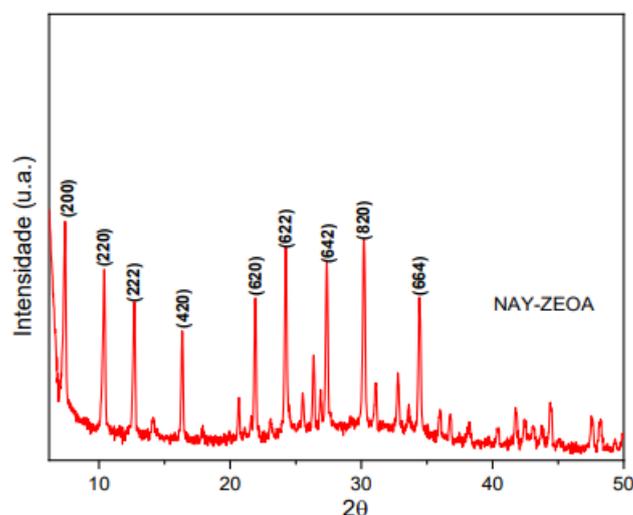


Figura 1: Padrão de difração de raio X da zeólita A.

A Figura 2 apresenta os três difratogramas das amostras envolvidas na síntese da Sr-Celsiana. É possível observar um aumento dos picos de Sr-hexacelsiana (PDF-00-035-0073) a 900 °C. A 1050 °C durante 1h, Sr-hexacelsiana está completamente cristalizado e os picos monoclinicos (PDF- 00-038- 1454), já são detectáveis. O difratograma da amostra aquecida a 1050 ° C por 3h, mostra que a conversão de Sr-hexacelsiana em Sr-celsiana monoclinico está praticamente completa.

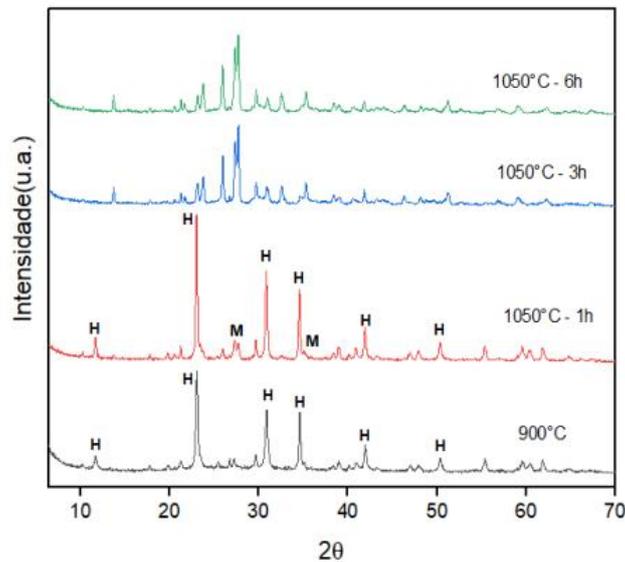


Figura 2: Padrão de difração de raio X da zeólita A.

A caracterização morfológica dos produtos envolvidos na transformação dos rejeitos foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (Fig. 3). Na figura 3a, referente a microscopia da amostra de zeólita A trocada com cátions de Sr e tratada a 1050°C por 1h, nota-se a presença de formas cúbicas, características da zeólita A, evidenciando a evolução estrutural do sistema, induzida pelas variações térmicas. Para a amostra de Zeólita A dopada com Sr e tratada a 1050°C por 6h (Fig. 3b), é possível observar que as formas cúbicas não se evidenciam tanto, agora passando a apresentar morfologia esférica com a também formação de grãos com textura lamelar, característicos dos compostos filossilicatos, em conformidade com Dimitrijevic et al. (1997) e Liguori (2008).

Para avaliar a composição química da amostra, foi realizado um mapeamento dos elementos químicos através de Microanálise por Energia Dispersiva (EDS). A Figura 3 está apresentando o espectro geral da soma de mapas, em que o resultado mostrou que a amostra tratada por 1 hora exibiu os teores: 5,96% de Al, 5,77% de Si e 6,14% de Sr, comprovando a troca iônica e indicando a proporção de Si/Al 1:1 característica da zeólita.

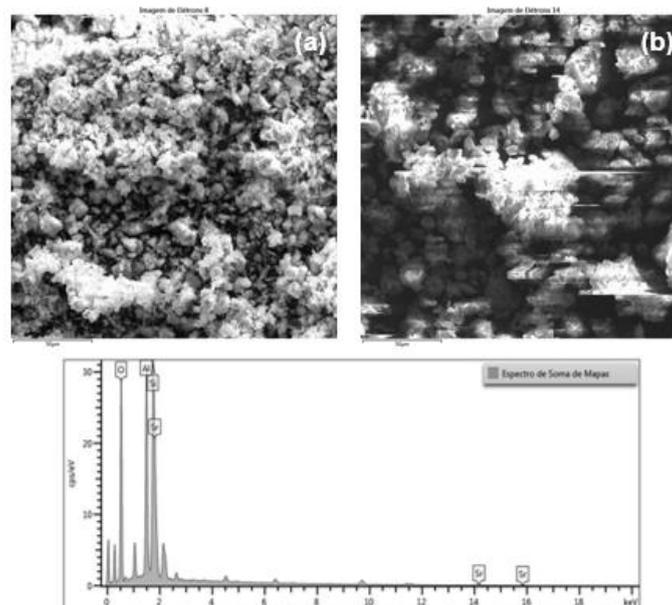


Figura 3: MEV das amostras de zeólita A trocada com cátions de Sr e tratada a 1050°C por 1h (a), Zeólita A trocada com cátions de Sr e tratada a 1050°C por 6h (b) e espectroscopia por energia dispersiva (EDS) da amostra tratada a 1050°C por 1h.



CONCLUSÕES

Os resultados mostraram que Sr-celsiana monoclinico, um material com boas perspectivas de aplicação em muitos setores da cerâmica avançada, pode ser efetivamente obtido pela conversão térmica de zeólita A (Sr-A), obtida através de rejeitos da mineração de caulim e trocada com cátions de Sr^{2+} .

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BANSAL, N. P. et al. **Crystallization and properties of Sr-Ba aluminosilicate glassceramic matrices**. In: Annual Conference on Composites and Advanced Ceramics, v. 12, 1991.
2. DIMITRIJEVĆ, R. et al. **Thermally Induced Conversion of Sr-Exchanged LTA-and FAU-Framework Zeolites Syntheses, Chacaracterization, and Polymorphism of Ordered and Disordered $Sr^{1-x}Al_2-2xSi^{2+}2xO_8$ ($x=0; 0.15$), Diphyllosilicate, and Feldspar Phases**. The Journal of Physical Chemistry B, v. 101, n. 20, p.3931-3936, 1997.
3. FERONE, C. et al. **Monoclinic (Ba, Sr)-celsian by termal treatment of (Ba, Sr)-exchanged zeolite A**. Microporous and mesoporous materials, v. 134, n. 1-3, p. 65-71, 2010.
4. LIGUORI, B. et al. **Monoclinic Sr-celsian by termal treatment of Sr-exchanged zeolite A, LTA-type framework**. Solid State Ionics. V. 179, n. 40, p. 2358-2364, 2008.
5. MAIA, A. A. B. et al. **Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese de zeólita A**. Cerâmica, v. 53, p. 2319-324, 2007.
6. MATSUMOTO, T.; GOTO, Y. **Formation process of Sr-celsian from precursor zeolites**. Journal of the Ceramic Society of Japan, v. 117, n. 1366, p. 748-752, 2009.
7. MCCAULEY, R. A. **Polymorphism and dielectric electric properties of Ba-and Sr containing feldspars**. Journal of Materials Science, v. 35, n.15, p. 3939-3942, 2000.
8. MELLO, A. H. et al. **Diagnóstico da degradação ambiental em áreas de extração de argila em Marabá/PA**. Agroecossistemas. V. 9. 2017.