

## APROVEITAMENTO DE REJEITO DE CAULIM EM PRÁTICAS DE ENSINO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**Darllan do R. Pinheiro** – darllandorosario@gmail.com <sup>1</sup>

**Eric Mochiutti** – mochiuttieric@gmail.com <sup>2</sup>

**Leonardo R. Gonçalves** – leo722.rodrigues@gmail.com <sup>2</sup>

**Marlice C. Martelli** – martelli@ufpa.br <sup>2,3</sup>

Universidade Federal do Pará, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia<sup>1</sup>, Faculdade de Engenharia Química<sup>2</sup>, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química<sup>3</sup>

Rua Augusto Correa, 01

66075-110 – Belém –Pará

**Resumo:** Embora as inúmeras empresas instaladas na região Amazônica tenham uma grande importância na economia do estado, como as de beneficiamento de caulim, geram uma quantidade significativa de rejeito, que é armazenado ao meio ambiente. O rejeito de caulim é formado em grande parte por caulinita, que é um material com grande potencial para ser empregado como matéria prima em vários processos e para diferentes tipos de aplicações. Neste trabalho é a da síntese de zeólita sodalita e zeólita A. O método aplicado de aproveitamento é através de sua utilização em aulas práticas de engenharia. Para isto foram produzidos roteiros experimentais englobando várias etapas de processamento como moagem, peneiramento, síntese de zeólitas e a caracterização do material sintetizado. Os resultados são apresentados para todas as etapas de síntese, classificação por peneiramento e de caracterização dos materiais por DRX.

**Palavras-chave:** Caulim. Rejeito. Ensino.

### 1 INTRODUÇÃO

O caulim é formado essencialmente pelo mineral caulinita ( $Al_2O_3 \cdot mSiO_2 \cdot nH_2O$ ), e destaca-se como um dos mais importantes minerais industriais e, provavelmente, um dos seis minerais mais abundantes do topo da crosta terrestre. O termo é utilizado tanto para denominar a rocha que contém a caulinita como seu principal constituinte, quanto para o produto resultante do seu beneficiamento (FARIAS, 2009).

Embora a atividade mineradora tenha uma grande importância na economia do estado do Pará, as inúmeras empresas instaladas na região, devido sua elevada produção, geram uma quantidade significativa de rejeito, que é disposto, de diversas formas, ao meio ambiente. Esse resíduo é o próprio caulim, constituído basicamente por caulinita, sendo que a sua granulometria é inadequada para a produção de papel, caracterizando dessa maneira em um material com grande potencial para ser empregado como matéria prima em vários processos e para diferentes tipos de aplicações dentre elas a síntese de zeólitas (MAIA et al., 2007). Zeólitas são aluminossilicatos cristalinos com uma grande variedade de aplicações tecnológicas. Sua estrutura apresenta canais e cavidades, nas quais se encontram íons de compensação, moléculas de água ou outros adsorvatos e sais. A utilização desse rejeito como

matéria-prima para a síntese de zeólitas é largamente estudada. Alto grau de hidratação, baixa densidade, estabilidade da estrutura cristalina, propriedades de troca catiônica, condutividade elétrica, adsorção de gases e propriedades catalíticas são as principais propriedades das zeólitas (LUZ, 1995).

A síntese de zeólitas utilizando rejeito de caulim como matéria-prima vem sendo largamente estudada, tendo em vista que o caulim possui consideráveis concentrações de Si e Al, principais materiais de uma estrutura zeolítica. Nesse sentido, este trabalho apresenta a utilização do rejeito de caulim para aplicação nas aulas de laboratório de ensino em engenharia química com o objetivo de reaproveitar o rejeito e oferecer aos alunos através de uma metodologia experimental conceitos importantes sobre operações unitárias (moagem e peneiramento), síntese e caracterização de materiais (zeólitas).

## 2 METODOLOGIA

Para este trabalho foi realizado um levantamento de publicações que utilizaram o rejeito de caulim como matéria prima principal adequando a utilização do mesmo para práticas de laboratório abordando os assuntos: moagem, peneiramento, síntese de materiais e caracterização do material produzido que neste caso foi zeólita, assim como literaturas que abordam operações unitárias. Com as adequações realizadas dois roteiros experimentais foram formulados sendo descritos nas subseções 2.1 e 2.2.

Para cada um dos roteiros foi pedido aos alunos relatórios dos experimentos e os resultados que estão apresentados neste trabalho foram os obtidos pelos discentes que cursaram a disciplina laboratório de engenharia química 2 da Faculdade de Engenharia Química da UFPA.

### 2.1 Aula 01: Prática de moagem e peneiramento

#### *Materiais utilizados*

- Rejeito de Caulim
- Moinho de bolas
- Balança Eletrônica
- Peneiras (série Tyler): # 65; #80; # 100; # 150; # 200.
- Agitador de peneiras

#### *Procedimento experimental*

A seguir as etapas do procedimento experimental para a prática de moagem e peneiramento:

- Medir a massa de cada peneira (peneiras vazias), previamente lavada e seca;
- Colocar as peneiras na ordem de maior abertura (menor mesh) para a de menor abertura (maior mesh);
- Medir a massa de rejeito de caulim, previamente seco em estufa a 105° C por 24h;
- Submeter o material à moagem por 30 minutos utilizando um moinho de bolas;
- Medir a massa, do material moído, que vai ser peneirado;
- Colocar a massa moída na peneira de maior abertura da série e peneirar o material em mesa vibratória por 15 minutos para sua classificação;
- Medir a massa de cada peneira com a respectiva massa retida;
- Preencher a tabela de distribuição granulométrica (massa retida, %retida, %passante, %retida acumulada e %passante acumulada).

### ***Cálculos utilizados***

O diâmetro médio das partículas que passam em cada peneira foi estimado como sendo o valor médio entre o diâmetro de abertura da peneira analisada (n) e o diâmetro de abertura da peneira anterior (n-1), de acordo com a equação (1).

$$\text{Diâmetro médio} = \frac{D_n + D_{n-1}}{2} * 100 \quad (1)$$

As porcentagens de massas retidas e passantes foram calculadas pelas equações (2) e (3).

$$\%Retida = \frac{m_{retida}}{m_{total}} * 100 \quad (2)$$

$$\%Passante = \frac{m_{total} - m_{retida}}{m_{total}} * 100 \quad (3)$$

Assim, será possível calcular as porcentagens acumuladas de massas retidas e passantes através das equações (4) e (5) respectivamente.

$$\%Retida\ acumulada = \%Retida + \%Retida\ nas\ peneiras\ anteriores \quad (4)$$

$$\%Passante\ acumulada = 1 - \%Retida\ acumulada \quad (5)$$

## **2.2 Aula 02: Síntese de zeólita sodalita + zeólita A**

### ***Materiais utilizados***

- Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> P.A. (Marca Neon, pureza: 99%)
- NaOH P.A. (Marca Isofar, pureza: 97%)
- Metacaulinita obtida por calcinação (700°C, 2h) do rejeito de caulim retido na peneira de #100 obtida na aula anterior;
- Balão de três vias (capacidade: 2L)
- Agitador Mecânico Eletrônico
- Manta de aquecimento
- Controlador de temperatura
- Balança analítica
- Bomba de vácuo
- Microcomputador
- Balões volumétricos
- Becker
- Funil Buchner

### ***Preparo das soluções de carbonato de sódio e hidróxido de sódio***

- Preparar 2 volumes de 1 L de solução de carbonato de sódio em balão volumétrico 1000 mL.

- Medir aproximadamente 42,8385 g de carbonato de sódio em balança analítica com auxílio de um béquer. Repetir o mesmo procedimento mais uma vez para preparar o segundo volume de solução.

- Solubilizar o carbonato adicionando água destilada no Becker e agitando com auxílio de um bastão de vidro.

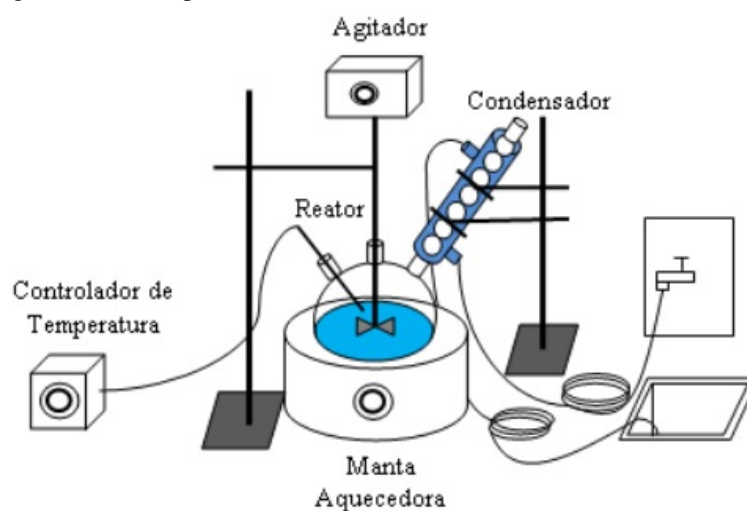


- Transferir cuidadosamente para o balão de 1 L utilizando um funil de vidro de 30mL, lavando o béquer com água destilada (pisseta com água destilada). Tampar, aferir o balão e homogeneizar a solução.
- Preparar uma solução de 250 mL de hidróxido de sódio medindo aproximadamente 50,5094 g de hidróxido de sódio em balança analítica com auxílio de um Becker.
- Solubilizar o hidróxido de sódio adicionando água destilada no béquer e agitando com auxílio de um bastão de vidro (cuidado: a solubilização do hidróxido de sódio com água é exotérmica, o Becker irá aquecer).
- Transferir cuidadosamente para o balão de 250 mL lavando o Becker com água destilada (pisseta com água destilada). Tampar, aferir o balão e homogeneizar a solução.

#### **Síntese de sodalita + zeólita A**

- Utilizar o sistema demonstrado na Figura 1.
- Adicionar 40 g de metacaulinita, 1,320 L de solução de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  e 60 mL de solução de NaOH.
- Aquecer até 100 °C e deixar reagindo durante 90 min.
- Aguardar esfriar e filtrar à vácuo o sólido e lavar durante a filtração com água destilada até o filtrado atingir pH neutro (realizar este procedimento com auxílio de fita de pH).
- Secar o material seco a 100 °C, armazená-lo em frascos de amostras.
- O docente levará as amostras para caracterizar por DRX, e disponibilizará os resultados para os discentes tratarem os resultados e incorporarem ao relatório.

Figura 1. Sistema para síntese.



Fonte: PINHEIRO, 2017

### 3 RESULTADOS

Os resultados descritos a seguir foram obtidos pelos discentes após as práticas.

#### 3.1 Peneiramento

Na Tabela 1 estão os valores referentes a análise granulométrica do rejeito. Pode ser observado que houve uma quantidade maior de massa retida na malha de # 80 (tyler).

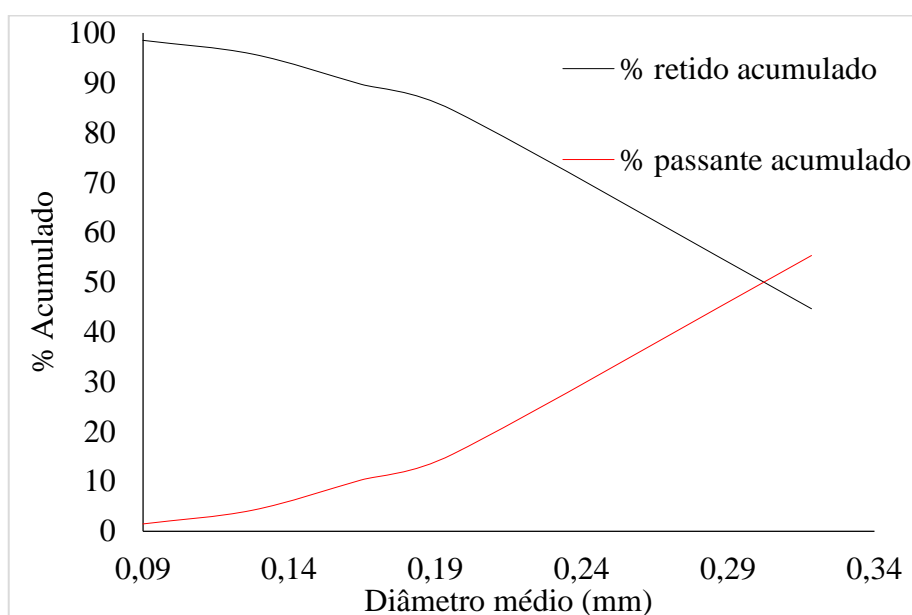
Tabela 1. Análise granulométrica

Tyler	Diâmetro (mm)	Retida	% retido	% passante	% retido acumulado	% passante acumulado
65	0,3185	255,4	25,54	74,46	44,656	55,344
80	0,196	398,45	39,845	60,155	84,501	15,499
100	0,1645	52,3	5,23	94,77	89,731	10,269
150	0,1275	60,47	6,047	93,953	95,778	4,22
200	0,09	27,61	2,761	97,239	98,539	1,461

Fonte: Autor

Na Figura 2 estão as curvas de distribuição granulométrica. Por meio das curvas de distribuição é possível identificar as porcentagens retidas e passantes em cada faixa de granulometria e identificar uma tendência linear da distribuição granulométrica das partículas, isso significa que a amostra em questão possui uma granulação contínua conforme Silva *et al* (2008). Mostra, também, o crescimento e decréscimo das porcentagens de massa passante e massa retida, sendo este de forma proporcional.

Figura 2. Retido acumulado e passante acumulado, comparativo.



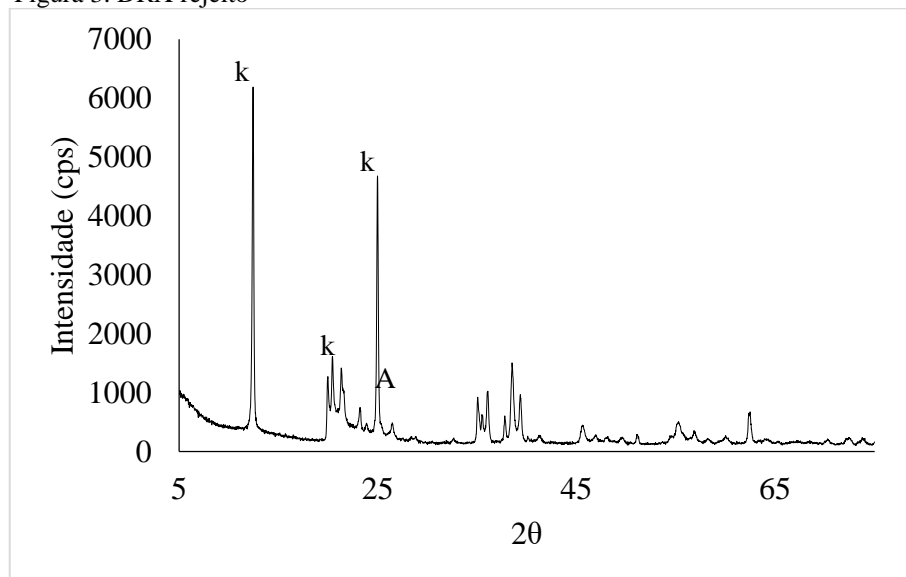
Fonte: Autor

### 3.2 Caracterização

#### DRX

Na Figura 3 está o difratograma caracterizado pelos alunos apresentando picos principais característicos para caulinita identificado como k (posição  $2\theta$ : 12,4°; 21,2°; 24,9°).

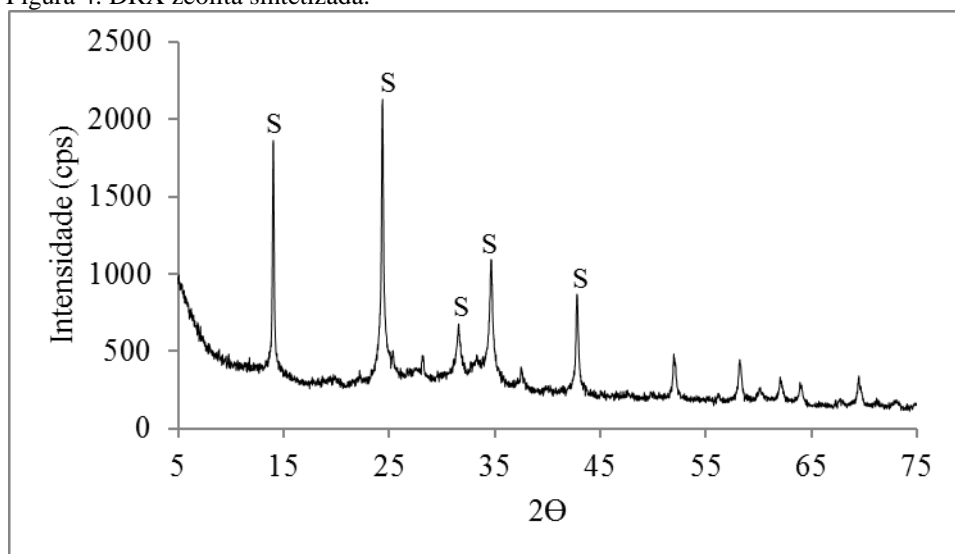
Figura 3. DRX rejeito



Fonte: Autor

Na Figura 4 está o difratograma do produto final de síntese. Pode ser observada que a fase zeolítica majoritária sintetizada pelos discentes foi a sodalita identificada como S (posição  $2\theta$ : 14°; 24,34°; 31,6°; 34,62°; 42,76°), porém picos menores entre 50 a 75° podem ser observados sendo estes característicos para a zeólita A.

Figura 4. DRX zeólita sintetizada.



Fonte: Autor

### 3.3 Avaliação dos relatórios

Os resultados avaliativos referentes aos relatórios das práticas elaboradas (Aula 01 e Aula 02) foram satisfatórios, tendo em vista que os 22 discentes da turma obtiveram notas médias de 82,6 e 91,6 respectivamente. Em práticas de anos anteriores, os roteiros laboratoriais apresentavam uso de outros materiais precursores. Para as práticas de cominuição utilizavam-se blocos de concreto e para a síntese de zeólitas utilizavam-se materiais para análise de reagentes P.A., enquanto que neste trabalho foram utilizados materiais resíduos de caulim.

Vale ressaltar que para os discentes a abordagem sobre caulim, assim como o resíduo de caulim, era outrora, de forma teórica em disciplinas relacionadas à processos industriais, deste modo, a inclusão destes materiais em práticas laboratoriais desde o beneficiamento até uma aplicação prática em síntese de um novo produto, por exemplo, se mostrou satisfatória levando os discentes serem críticos e aprenderem sobre responsabilidade ambiental, sendo sujeitos e não mais objetos de suas ações e, quando estiverem diante de grandes projetos que exijam tamanhas habilidades e competências, saberão atuar com humanização, o que será um diferencial no mercado de trabalho, que prioriza por essa demanda.

## 4 CONCLUSÃO

A aplicação de rejeito de caulim em práticas de laboratório em ensino de engenharia química foi satisfatória uma vez que os discentes através dos resultados obtidos conseguiram trabalhar este material aplicando conceitos de moagem e peneiramento, assim como sintetizar um material (zeólita) a partir de uma matéria prima alternativa. E principalmente fazendo uso de um material armazenado no meio ambiente, sendo demonstrada uma aplicação deste resíduo de beneficiamento de caulim e a possibilidade de adequá-las às práticas de ensino. Além disto, os discentes tiveram uma visão prática de identificação e caracterização de materiais através da análise de difratogramas de DRX. Os discentes desta forma puderam trabalhar com o mesmo material utilizado na moagem e peneiramento usando-o como precursor de síntese de um material (zeólita).

Metodologias estas de ensino, que envolvem o alunos nos processos de aprendizagem são eficazes para o desenvolvimento de suas habilidades e competências para a sua formação, baseadas na aprendizagem ativa, senso crítico, capacidade de decisão, estímulo ao trabalho em grupo e com base em uma engenharia sustentável além das questões ambientais, com a solução de um problema e geração de novos produtos para a melhoria da sociedade.

## REFERÊNCIAS

- FARIAS, J. O.G. **Pefil do Caulim**. Relatório 39. Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral (SGM); 2009. Contrato Nº 48000.003155/2007-17. Ministério de Minas e Energia.
- LUZ, A.B. **Zeólitas: propriedades e usos industriais**. Série: Tecnologia Mineral. CETEM/MCT, 68, 1995, 37p.
- MAIA, A. A. B.; SALDANHA, E.; ANGÉLICA, R.S. et al. **Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese da zeólita A**. Cerâmica. 2007 Sep. p. 319-324.



MONTEIRO, M. A. **Meio século de mineração industrial na Amazônia e suas implicações para o desenvolvimento regional.** Estudos Avançados, 19 fev. 2005 a. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/ea/v19n53/24088.pdf>. Acesso em: 29 dez. 2011.

## USE OF KAOLIN WASTE IN EDUCATIONAL PRACTICES IN CHEMICAL ENGINEERING.

**Abstract:** *Although the numerous companies located in the Amazon region have a great importance in the economy of the state, such as the beneficiation of kaolin, they generate a significant amount of waste, which is stored in the environment. The kaolin waste is formed largely by kaolinite, which is a material with great potential to be used as raw material in various processes and for different types of applications. In this work is the synthesis of zeolite sodalite and zeolite A. The applied method of exploitation is through its use in practical engineering classes. For this, we produced experimental scripts encompassing several stages of processing such as grinding, sieving, zeolite synthesis and the characterization of the synthesized material. The results are presented for all stages of synthesis, classification by sieving and characterization of the materials by XRD.*

**Key-words:** *kaolin, waste, teaching*