



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA AGROALIMENTAR  
UNIDADE ACADÊMICA DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA AMBIENTAL  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL**

**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA ESTRUTURAL DO REJEITO DE  
CAULIM DA REGIÃO DO SERIDÓ PARAIBANO**

**WEBERTON DANTAS DE SOUSA**

**POMBAL – PB**

**2021**

WEBERTON DANTAS DE SOUSA

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA ESTRUTURAL DO REJEITO DE  
CAULIM DA REGIÃO DO SERIDÓ PARAIBANO

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado à Unidade Acadêmica de  
Ciências e Tecnologia Ambiental da  
Universidade Federal de Campina Grande,  
como parte dos requisitos necessários  
para obtenção do título de Engenheiro  
Civil.

Orientador(a): Prof.(a) Andréa Maria  
Brandão Mendes de Oliveira

POMBAL – PB

2021

S729c

Sousa, Weberton Dantas de.

Caracterização química estrutural do rejeito de caulim da região do Seridó Paraibano / Weberton Dantas de Sousa. - Pombal, 2021.

35f. : il. Color

Monografia (Bacharelado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar, 2021.

"Orientação: Profa. Dra. Andréa Maria Brandão".

Referências.

1. Resíduo de Caulim. 2. Mineral. 3. Análise Química. 4. Análise Térmica. I. Brandão, Andréia Maria. II. Título.

CDU 628.4.038(043)

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA AGROALIMENTAR  
UNIDADE ACADÊMICA DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA AMBIENTAL  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

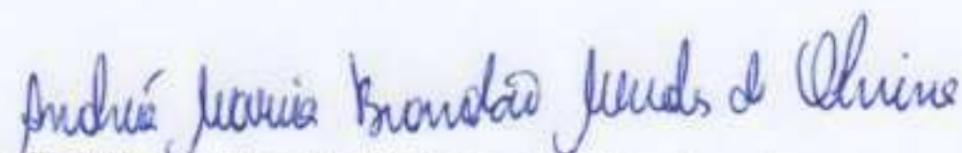
PARECER DA COMISSÃO EXAMINADORA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO.

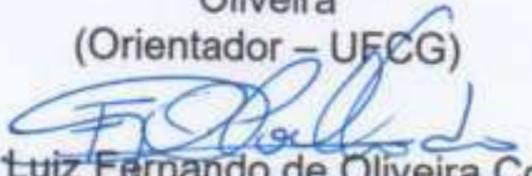
WEBERTON DANTAS DE SOUSA

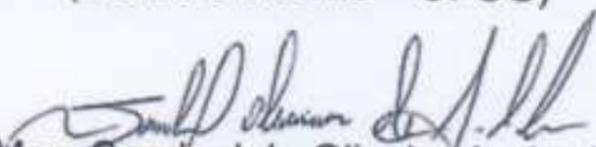
**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA ESTRUTURAL DO REJEITO DE CAULIM DA  
REGIÃO DO SERIDÓ PARAIBANO**

Trabalho de Conclusão de Curso do discente (WEBERTON DANTAS DE SOUSA) **APROVADO** em 11 de outubro de 2021 pela comissão examinadora composta pelos membros abaixo relacionados como requisito para obtenção do título de ENGENHEIRO CIVIL pela Universidade Federal de Campina Grande.

Registre-se e publique-se.

  
Prof.ª. Dr.ª. Andréa Maria Brandão Mendes de  
Oliveira  
(Orientador – UFCG)

  
Msc. Luiz Fernando de Oliveira Coelho  
(Membro Interno – UFCG)

  
Msc. Sanduel de Oliveira Andrade  
(Membro Externo – Secretaria Municipal de  
Educação Patos-PB)

*Dedico este trabalho a minha família e amigos, incentivadores nos momentos difíceis desta caminhada.*

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, criador do universo, pela saúde e disposição que me permitiram chegar a este momento de grande felicidade.

Aos meus pais, Inalda e Cícero, que me deram forças e todo apoio necessário durante esta caminhada para não desistir de buscar meus sonhos. E aos meus irmãos Tamires e Jordon.

A minha orientadora Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Andréa Maria Brandão Mendes de Oliveira pela dedicação, pelo aprendizado e por acreditar no meu potencial

A Instituição UFCG/CCTA e todo seu corpo docente que foram corresponsáveis pelo crescimento intelectual.

Ao Laboratório de Análises de Água – LAAg na pessoa do técnico Luiz Fernando de Oliveira Coelho pela enorme contribuição neste trabalho, pelo incentivo e confiança.

E aos meus amigos, que mesmo em distância, se fizeram presentes para tornarem os dias de luta mais fáceis, em especial a Uigno Jefsson, Papon e João Batista pelos anos de vivência.

## RESUMO

Na região do Seridó Paraibano estão localizadas indústrias onde o caulim é a matéria-prima principal. Este termo é utilizado tanto para a rocha quanto para o produto resultante do beneficiamento, geralmente contém impurezas, o que dificulta o processo e conseqüentemente sua utilização. No beneficiamento do caulim da região são gerados rejeitos que são objetos de estudo de caracterização com a finalidade de uma destinação adequada. O presente trabalho visa à caracterização química estrutural do resíduo de caulim gerado pelas mineradoras da região da Província Pegmatítica do Seridó. Foram coletadas amostras de rejeitos de duas empresas distintas que beneficiam o caulim no município de Junco do Seridó. Após uma intensa revisão bibliográfica, seguida de análise química por FRX, caracterização estrutural utilizando o MEV/EDS, Análise Térmica TG/DSC fez-se um detalhamento da composição do material. As análises químicas mostram que as amostras apresentam composição básica de silício e alumínio. Na análise termogravimétrica indica que as amostras analisadas possuem o teor de água compatível com o teórico e as observações MEV/EDS demonstra que não há elevador teor de material potencialmente radioativo o que torna o resíduo de grande potencial a ser utilizado.

**Palavras-chave:** Mineral. Análise Química. Análise térmica.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Mapa da área pegmatítica. ....	13
Figura 2 – (a) Estrutura em camadas da argila caulinita, (b) A mesma estrutura.....	17
Figura 3 – Localização do município de Junco do Seridó – PB.....	20
Figura 4 – Análise TG/DSC da amostra 1. ....	23
Figura 5 - Análise TG/DSC da amostra 2. ....	23
Figura 6 – (a) Imagens ao MEV/EDS para amostra 1 e (b) Imagens ao MEV/EDS para amostra 2. ....	24
Figura 7 – Imagens ao MEV/EDS da amostra 1 com seus componentes.....	25
Figura 8 – Imagens ao MEV/EDS da amostra 2 com seus componentes.....	26
Figura 9 - Distribuição atômica semi-qualitativa da amostra 1 no EDS.....	27
Figura 10 - Distribuição atômica semi-qualitativa da amostra 2 no EDS.....	27

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química das amostras de Caulim. ....	22
Tabela 2 - Distribuição mássica de potássio em % nas amostras.....	28

## LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

### Siglas

- $\text{Al}_2\text{O}_3$  – Óxido de Alumínio;
- $\text{SiO}_2$  – Óxido de Silício;
- FRX – Fluorescência de raios X;
- TG – Análise Termogravimétrica;
- DSC – Calorimetria Exploratória Diferencial;
- MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura;
- EDS – Espectroscopia de energia dispersa de raios-x;
- $\text{Al}^{3+}$  - Íon de Alumínio;
- $\text{Fe}^{2+}$  - Íon Ferroso;
- $\text{Fe}^{3+}$  - Íon Férrico;
- $\text{Ti}^{4+}$  - Íon Titânio;
- $\text{Cr}^{3+}$  - Íon Cromo;
- $\text{Mn}^{2+}$  - Íon Manganês;
- $\text{Zn}^{2+}$  - Íon Zinco;
- $\text{Li}^{1+}$  - Íon Lítio;
- $\text{Mg}^{2+}$  - Íon Magnésio;
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística;
- ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas;
- UFC – Universidade Federal do Ceará;
- ASTM - American Society for Testing and Materials;
- EPA - Environmental Protection Agency.

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	12
1.1.	Justificativa .....	13
1.2.	Objetivos.....	14
1.2.1.	<i>Objetivo Geral</i> .....	14
1.2.2.	<i>Objetivos Específicos</i> .....	14
2.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	15
2.1.	Minerais .....	15
2.2.	Argilominerais.....	16
2.3.	Caulim .....	17
2.4.	Aplicações de rejeito de caulim na Engenharia Civil.....	19
3.	MATERIAIS E MÉTODOS .....	20
3.1.	Local de Estudo .....	20
3.2.	Preparação das amostras e análises .....	20
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	22
5.	CONCLUSÕES.....	29
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	30

## 1. INTRODUÇÃO

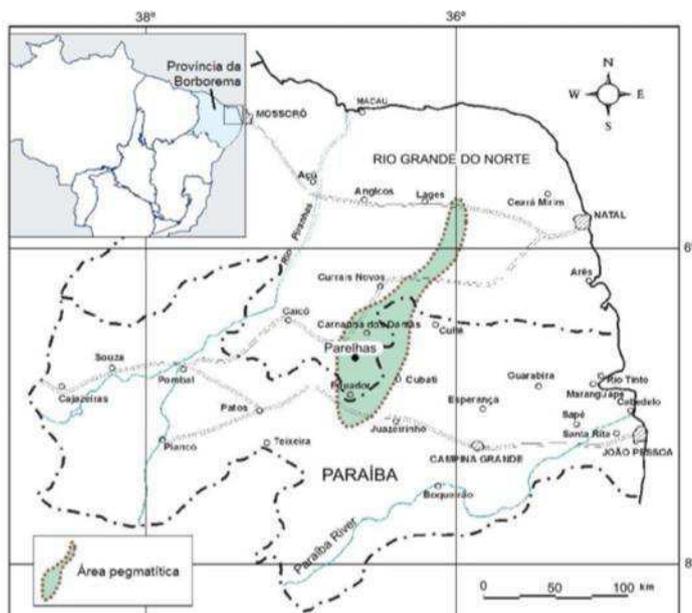
O “mapa do tesouro” da Paraíba revela uma gama de minérios espalhados em 98% do território do estado. São rochas ornamentais, quartzitos, bentonitas, feldspatos, caulim, argilas e granitos explorados de forma comercial e que escoam principalmente para a construção civil, indústria de porcelanato, química e de extração de petróleo. (IBRAM, 2010).

Podemos destacar a exploração do caulim, onde o Brasil é um dos maiores exportadores no mundo, sendo 99% da quantidade total exportada com 2,05 milhões de toneladas (SOEIRO, 2014). A região de Junco do Seridó, no nordeste brasileiro constitui uma das principais ocorrências conhecidas no Brasil pelo seu valor econômico, onde o caulim é lavrado e comercializado em grande escala. Acredita-se que a demanda global por caulim está prevista para crescer em 8,8% ao ano até 2025, o que incentiva o estudo de reservas brasileiras (RESEARCH, 2019).

Embora o destaque, a mineração do caulim em Junco do Seridó na Paraíba destaca-se pelo fato da lavra e o beneficiamento ainda ser muito artesanal. A lavra é feita por meios manuais, sem estudo prévio das jazidas e com muitas perdas. Já o beneficiamento consta das etapas de desagregação, peneiramento, decantação e secagem em forno à lenha e após beneficiamento, é vendido para a indústria de refratários e cerâmica branca (SILVA et al., 2007)

O caulim é um material resultante da alteração dos silicatos de alumínio, principalmente dos feldspatos, como é observado no caso do material extraído da área pegmatítica do Seridó. É constituído basicamente de silicatos hidratados de alumínio como a caulinita e a haloisita e em menor proporção de diquita e nacrita. A fórmula química dos minerais do grupo da caulinita é  $Al_2O_3 \cdot mSiO_2 \cdot nH_2O$ , onde m varia de 1 a 3 e n de 2 a 4 (ARAÚJO et al., 2012). A Figura 1 mostra a área pegmatítica do Seridó.

Figura 1 - Mapa da área pegmatítica.



Fonte: CPRM (2013)

Devido a suas características físicas e químicas o caulim tem sido empregado em uma diversidade de usos industriais em segmentos que variam desde as indústrias de papel, como nas indústrias cerâmica, tinta, plástico, concreto, cimento, vidro, borracha, cosméticos, pesticida, farmacêutica, entre outras. (SILVA et. al, 2007).

Como explicitado anteriormente, no beneficiamento do caulim para seus diversos usos gera uma enorme quantidade de perda na forma de resíduo. Geralmente se perde cerca de 50% de caulim durante o beneficiamento principalmente por causa dos processos de cominuição e classificação das usinas de tratamento de minérios, para os quais são apresentadas rotas tecnológicas para maximizar a sua recuperação (Leite et al, 2007). Neste sentido, esse trabalho tem por objetivo avaliar as características químicas estruturais do caulim proveniente da região do Seridó.

### 1.1. Justificativa

A importância da caracterização do resíduo do caulim para posterior utilização é ressaltado a mais de uma década, principalmente porque, de acordo com Moraes (2007) o rendimento é de 25% no beneficiamento de caulim e com isso são gerados 75% de resíduos, que no ano de 2007 perfaziam cerca de 7.500 (sete mil e

quinhentas) toneladas/mês de rejeitos produzidos nas indústrias de beneficiamento do Estado do Rio Grande do Norte. Além disso o autor explica que o rejeito é constituído basicamente do mesmo material de origem, sendo caulim, quartzo e mica moscovita. E, o beneficiamento que proporciona as excelentes características ao material comercial, também proporciona ao resíduo qualidades que fazem com que possa vir a ser uma matéria-prima de qualidade. (RAMALHO et. al, 2005)

## **1.2. Objetivos**

### ***1.2.1. Objetivo Geral***

Avaliar as características químicas estruturais do resíduo de caulim provenientes da região do Seridó.

### ***1.2.2. Objetivos Específicos***

- Analisar quimicamente a composição das amostras de rejeitos de caulim do Seridó paraibano por FRX;
- Analisar termicamente as amostras de rejeitos por TG/DSC;
- Caracterizar estruturalmente as amostras pela Microscopia Eletrônica de Varredura;
- Avaliar a presença de compostos de origens radioativas através do EDS.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1. Minerais

A maioria dos produtos que possuímos hoje são extraídos a partir da terra, principalmente através da mineração, que a torna uma atividade essencial a vida dos seres humanos. Vários são os tipos de minerais, cada um com suas características, entre os quais os silicatos, carbonatos, os metais e diversos outros, do qual abastece a indústria de tecnologia, material cerâmico, revestimento de aços, e várias outras aplicações. (JESUS; SANTOS; FREIRE, 2016)

O subsolo paraibano tem 80% de sua área formada por rochas em sua maioria do período pré-cambriano. Esse substrato pré-cambriano está incluído na Província Borborema, de idade meso a neoproterozóica, representada pelos seguintes domínios geotectônicos: subprovíncia Rio Grande do Norte, que inclui as localidades de Granjeiro, Rio Piranhas e São José do Campestre e a faixa Seridó; subprovíncia Transversal, onde está situada a faixa Piancó-Alto Brígida e os terrenos Alto Pajeú, Alto Moxotó e Rio Capibaribe; e uma pequena porção da faixa Orós-Jaguaribe. (CPRM, 2002).

Segundo Jesus, Santos e Freire (2016), dentre os recursos minerais da Paraíba classificados pelo critério utilitário da substância de valor econômico, distinguem-se:

- Metais nobres: destaca-se o ouro.
- Substâncias metálicas: destaca-se o Titânio-Zircônio e o Tungstênio
- Substâncias energéticas: Destaca-se o Urânio e a Turfa.
- Gemas e Minerais de Pegmatito: entre os minerais de pegmatitos, é possível citar várias classes, desde gemas (água marinha, turmalina etc.), minerais metálicos (tantalita, columbita e cassiterita) e minerais industriais (quartzo, berilo, micas, feldspato, espodumênio e ambligonita). Nesta última classe, está incluído o caulim, lavrado intensamente, junto com o feldspato, a água marinha e a turmalina Paraíba.
- Substâncias não metálicas (rochas e minerais industriais): destaca-se a Bentonita, Calcedônia, Argilas comuns e plásticas, Calcário sedimentar e cristalino e Fosforita e Rochas ornamentais.

Desses minerais extraídos na Paraíba, tem-se como destaque o caulim por ser um bem mineral com elevada utilização na indústria, em função de suas

características, como por exemplo, ser quimicamente inerte, macio e não abrasivo, branco ou quase branco (alvura), ter capacidade de cobertura quando usado como pigmento, reforçador para as aplicações de carga, apresenta baixa condutividade térmica e elétrica (MURRAY, 1986).

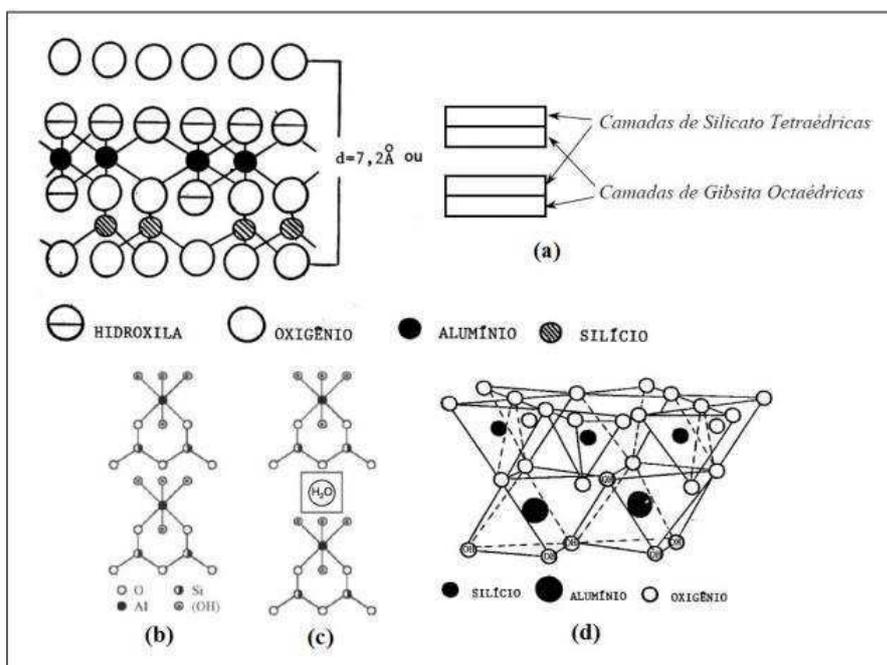
## 2.2. Argilominerais

Os argilominerais são formados por superposição lâminas de tetraedros de silício e lâminas oxigênio e de octaedros de alumínio e oxidrilas. Através de ligação covalente, os átomos de oxigênio ficam em volta dos átomos de silício, sendo que, o mesmo acontece com as oxidrilas e os átomos de alumínio. No caso dos tetraedros, o Si, pode ser substituído isomorficamente por  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$  e  $Fe^{3+}$ . Nos octaedros pode ocorrer a substituição isomórfica do  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Ti^{4+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Li^{1+}$ ,  $Mg^{2+}$ . (PÉREZ, 2004; PUC, 2011)

Os argilominerais geralmente são classificados de acordo com a disposição de suas lâminas, comumente sendo do tipo 1:1 ou 2:1. A caulinita, principal componente mineralógico do caulim, é classificada como do primeiro tipo, que é formada pelo empilhamento regular de camadas 1:1 em que cada camada consiste em uma folha de tetraedros de  $SiO_4$  e uma folha de octaedros de  $Al_2(OH)_6$  de fórmula mínima  $Al_2Si_2O_5(OH)_4$  ou  $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ . (PÉREZ, 2004; SANTOS, 2010). Além disso, embora os argilominerais possam ter substituição isomórfica, a caulinita praticamente não apresenta essa substituição em sua estrutura, devido à existência da ligação de hidrogênio e ao baixo grau de carga permanente. (KHAWMEE et al., 2013).

A estrutura mais comum da caulinita é mostrada na Figura 2. Entretanto, na sua composição, também podem estar haloisita, nacrita e dicrita. A haloisita tem uma estrutura cristalina semelhante à da caulinita, mas as camadas sucessivas estão deslocadas de frações pequenas das dimensões da célula unitária, mais ou menos ao acaso, ao longo das direções horizontais dos eixos a e b. Mesmo que suas composições químicas sejam semelhantes, a caulinita aparece como partículas lamelares de perfil hexagonal ou irregular, enquanto haloisita pode aparecer como tubos ou cilindros (GONÇALVES, 2003).

Figura 2 – (a) Estrutura em camadas da argila caulinita, (b) A mesma estrutura mostrada em (a), mas enfatizando as ligações dos íons  $Al^{3+}$  (c) Mesmo que (b), mas hidratada e (d) célula unitária.



Fonte: Gonçalves (2003, *apud* Nascimento, Diniz e Araújo, 2013)

A caulinita apresenta dois tipos de sequências de empilhamento de suas folhas. No primeiro, a caulinita é considerada bem cristalizada, pois o empilhamento é simétrico na direção do eixo cristalográfico  $c$ , apresentando um leve deslocamento em relação ao eixo  $a$  (HANNA et al., 2005). No segundo as folhas são empilhadas ao acaso, sendo considerada mal cristalizada e apresentando poucas substituições isomórficas. Quando ocorre, as substituições ocorrem do alumínio por ferro e/ou titânio. Esse tipo de caulinita apresenta maior plasticidade que na primeira sequência. Isso é explicado devido ao fato de a caulinita apresentar cristais de dimensão e espessura média menor (RIBEIRO; FERREIRA; LABRINCHA, 2003).

### 2.3. Caulim

O termo caulim deriva da palavra chinês kauling, que significa cume alto. É utilizado para denominar a rocha que contém a caulinita e também o produto resultante de seu beneficiamento. (LIMA, 2010; ARAÚJO et. al, 2012). É um material formado por silicatos de alumínio hidratado, cuja composição química é

$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ , sendo a caulinita e a haloisita seus principais constituintes. Porém também pode ocorrer a presença de outros do grupo caulinita: diquita, nacrita, folerita, anauxita, colirita e tuesita. O caulim pode conter outros elementos como impurezas, as quais podem atingir de 40% a 70% em volume do material extraído, sendo constituídas, de um modo geral, por areia, quartzo, palhetas de mica, grãos de feldspato, óxidos de ferro e titânio, etc. (CABRAL; FILHO; ARAÚJO, 2009).

Os depósitos de caulim podem ocorrer de duas formas, o primário, quando o caulim é resultado de alterações de rochas “in situ”, ou secundário, quando são formados pelo acúmulo de sedimentos em corpos de água. Os caulins secundários normalmente ostentam teores mais baixos de quartzo e mica, porém tendem a apresentar uma maior concentração de óxidos de ferro e titânio, que comprometem sua brancura. (BRISTOW, 1987).

O caulim é retirado da natureza através de extração e ocorrem associados a várias impurezas, não atendendo, dessa forma, às especificações de mercado. As impurezas, como óxidos de ferro e titânio, mica e feldspato, influenciam diretamente na cor e alvura do caulim comprometendo sua qualidade (LUZ E CHAVES, 2000). Para promover o seu melhor aproveitamento é necessário realizar operações de beneficiamento, as quais vão depender do uso a que se destina. Existem dois processos de beneficiamento; via seca e via úmida. (BURKHARD, 2018).

Suas principais aplicações atualmente são como material de enchimento no preparo de papel; como agente de cobertura para papel couché e na composição das pastas cerâmicas. Em menor grau é usado na fabricação de materiais refratários, plásticos, borrachas, tintas, adesivos, cimentos, inseticidas, pesticidas, produtos alimentares e farmacêuticos, catalisadores, absorventes, dentifrícios, clarificantes, fertilizantes, gesso, auxiliares de filtração, cosméticos, produtos químicos, detergentes e abrasivos, além de cargas e enchimentos para diversas finalidades. (CABRAL; FILHO; ARAÚJO, 2009).

A produção do caulim gera uma grande quantidade de rejeitos, uma vez que seu beneficiamento ainda é feito de forma bastante artesanal, o minério ser retirado de uma rocha com a presença de outros materiais e a indústria exigir um elevado grau de pureza em suas aplicações. Estima-se que a quantidade de rejeito produzido no seja em torno de 75% do material que chega na fábrica, principalmente na região do

Seridó nordestino onde o processo de pureza do material é ainda manual. (VIDAL et al, 2017).

A valorização do rejeito oriundo do beneficiamento de caulim como a utilização de resíduos minerais é importante tanto do ponto de vista social e ambiental, quanto do técnico e econômico, uma vez que proporciona: um uso eficiente dos recursos; valorização do resíduo; geração de novos empregos; redução dos custos com o seu descarte e redução dos impactos ambientais. (MENDONÇA et. al, 2017).

#### **2.4. Aplicações de rejeito de caulim na Engenharia Civil**

Burkhard (2018) desenvolveu argamassa geopolimérica a partir dos rejeitos da indústria de beneficiamento mineral (caulim). Seu estudo revelou que as argamassas apresentaram bom desempenho mecânico, algumas amostras alcançaram valores próximos a 40 MPa e também apresentaram uma boa propriedade de adesividade.

Rocha et al (2008) fez o reaproveitamento para a produção de argamassas para chapisco, assentamento, emboço e revestimento favorecendo a diminuição dos impactos ambientais provocados por seu descarte indiscriminado e agregando valor ao material, tal como advoga a abordagem ambiental do desenvolvimento sustentável.

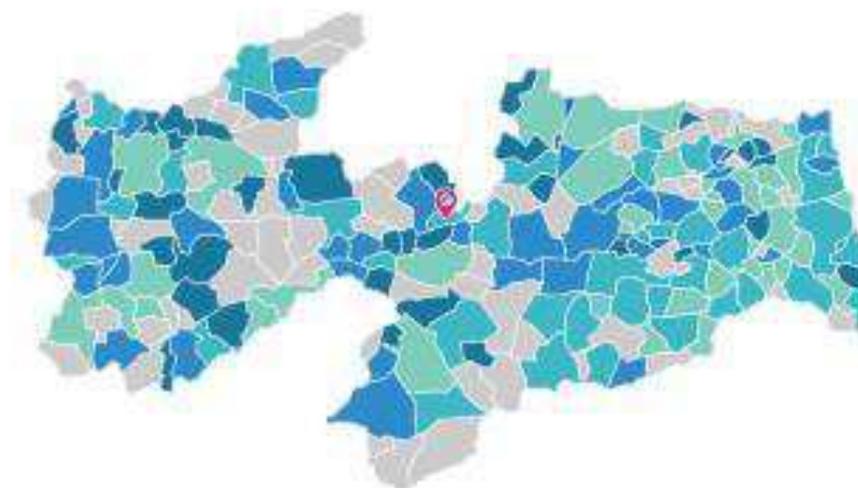
Oliveira et al (2020) apresentou em seu estudo que o uso de argilominerais é bastante propícia nas áreas de adsorção e fotocatalise heterogênea de forma consorciada, indicando que é um excelente exemplo da tecnologia moderna, permitindo aplicação nas mais variadas áreas da ciência e tecnologia, como por exemplo na engenharia civil.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1. Local de Estudo

O município do Junco do Seridó está localizado no Nordeste do Brasil, no estado da Paraíba. De acordo com os dados do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE, 2010), a cidade possui um território de 180 km<sup>2</sup> e no mesmo ano possuía 6.643 habitantes. É uma região de baixa pluviometria e de grande centro quantidades de minérios, sendo sua principal atividade econômica a extração e o beneficiamento de caulim e outros minerais e pedras, do qual foram coletadas amostras para a realização deste trabalho. A Figura 3 mostra onde está situado o município.

Figura 3 – Localização do município de Junco do Seridó – PB.



Fonte: IBGE (2021)

#### 3.2. Preparação das amostras e análises

Foram utilizadas duas amostras de rejeitos de caulins já beneficiados, denominados de Amostra 1 e Amostra 2. As amostras foram secas em estufa a uma temperatura média de 70°C e após, desagregadas, homogeneizadas em pilha e quarteadas. As amostras foram peneiradas em peneiras de 50 mesh, deixando-as

com a granulometria inferior a 74  $\mu\text{m}$  (peneira ABNT#200). Depois de tratadas, as amostras passaram pelas análises química, análise térmica de estabilidade e caracterização estrutural pela análise de Microscopia Eletrônica de Varredura, juntamente, com a espectroscopia de energia dispersa de raios-x para avaliar a presença de compostos de origem radioativa nos materiais, realizadas no laboratório Central Analítica da UFC.

As composições químicas das amostras analisadas em FRX foram obtidas em um espectrofotômetro de Raio X da marca Rigaku – ZSX mini II. As imagens da estrutura de Caulim foram obtidas em Microscópio Eletrônico de Varredura da marca Emitech modelo K550. As curvas de TG/DSC foram obtidas em termobalanças da marca Shimadzu, TA-50, operando em atmosfera de  $\text{N}_2$ , num fluxo de 20  $\text{mLmin}^{-1}$  em amostras com cerca de 6 mg.

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Tabela 1 são apresentados os resultados obtidos nas análises químicas das amostras do rejeito de caulim pelo FRX. Observa-se que os óxidos principais que compõem o rejeito são o  $\text{SiO}_2$  e o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , demonstrando que o referido material é composto por minerais que apresentam em sua constituição principalmente o alumínio e o silício que são os principais constituintes das argilas caulinitas, uma vez que os rejeitos apresentam basicamente a mesma característica do material de origem.

Tabela 1 - Composição química das amostras de Caulim.

Composto (%)	Amostra 1	Amostra 2
$\text{Al}_2\text{O}_3$	25,489	25,995
$\text{SiO}_2$	51,967	57,270
Cl	1,5266	0
$\text{K}_2\text{O}$	15,062	10,778
MnO	0,5134	0,2451
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	5,0386	5,4742
$\text{Rb}_2\text{O}$	0,4035	0,2376

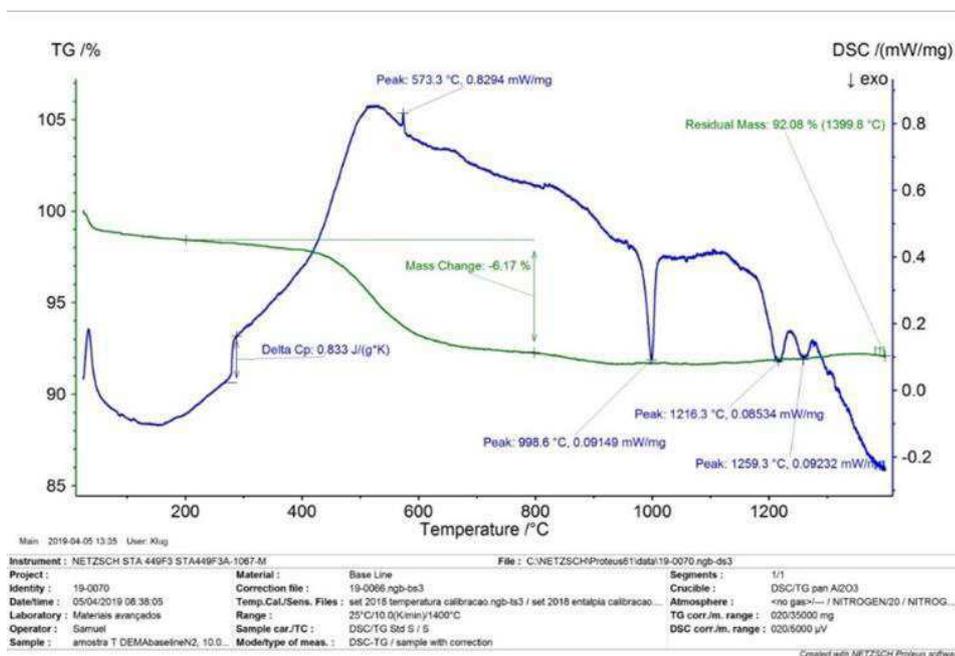
Fonte: Autor (2021)

De acordo com Araújo et. al (2012), esses valores se aproximam dos especificados na literatura de 46,5% m/m para o  $\text{SiO}_2$  e 39,5% m/m para o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , indicando que o caulim da região da Borborema –Seridó é essencialmente caulínítico. Neste trabalho soma dos percentuais de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  é de 85%, em média das duas amostras, superando o valor mínimo de 70% propostos pela C-618 ASTM e NBR 12653 ABNT, relativas a materiais com propriedades pozolânicas. O teor máximo de potássio, 15% m/m de  $\text{K}_2\text{O}$ , pode indicar a presença de mica como constituinte ou como impureza. (SANTOS et. al, 2010)

Da análise térmica TG podemos observar que nas duas amostras houve uma pequena perda de massa até 200°C, entre 200°C até 800°C foi onde houve a maior mudança de massa, sendo observada principalmente a partir dos 400°C, tendo 800°C o pico a partir do qual praticamente se estabilizou. Na primeira amostra, a perda foi na ordem de 8% m/m e na amostra 2 em torno de 11% m/m. De acordo com Araújo et.

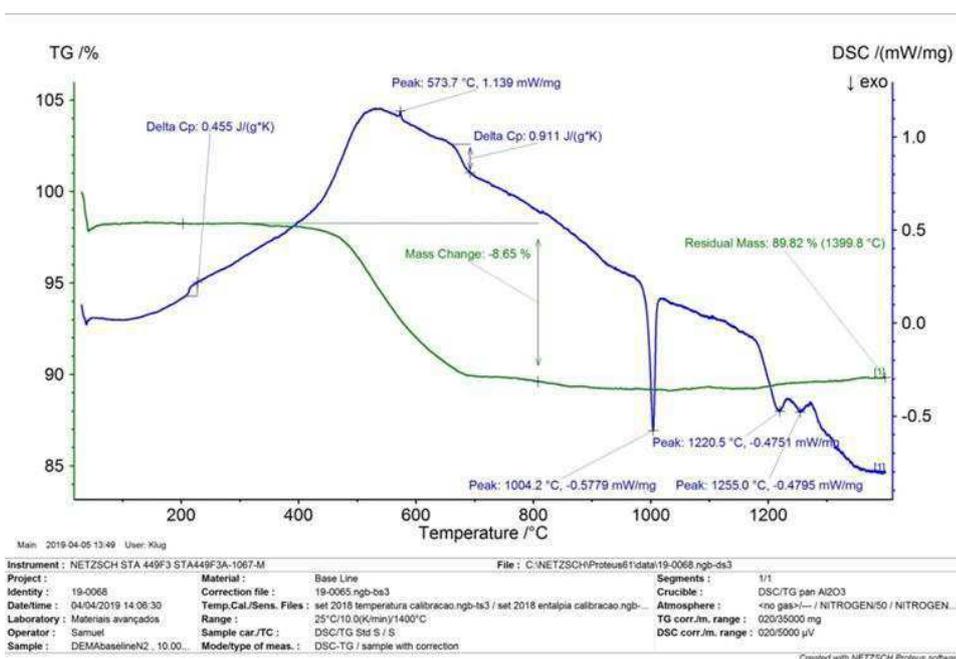
al (2012), a quantidade de água estrutural teórica da caulinita, que está em maior presença no caulim, é da ordem de 13,96% m/m, no qual as amostras tiveram resultados semelhantes. Pode-se observar a perda de massa nas amostras através da Figura 4 e Figura 5.

Figura 4 – Análise TG/DSC da amostra 1.



Fonte: Autor (2021)

Figura 5 - Análise TG/DSC da amostra 2.



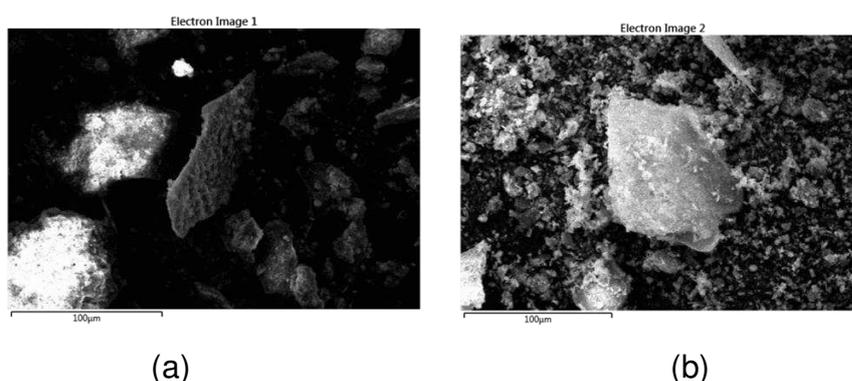
Fonte: Autor (2021)

Huang et. al (2019) em seu trabalho com caulim residual proveniente da extração de carvão na Turquia observaram que a perda de massa até 200 °C indica a remoção de água de minerais argilosos, e a perda de peso entre 450 e 650 °C está associada à desidroxilação da caulinita e illita, causando colapso da estrutura e maior capacidade de reação. Já Araújo et. al (2012) avaliaram três etapas de termodecomposição características deste material: a 76 °C ocorre a perda de água adsorvida; em torno de 500 °C, é iniciada a perda de água constitucional, apresentando perda máxima em 700 °C. Podemos observar que em ambos os trabalhos a perda de massa relacionada a temperatura estiveram em faixas próximas ao observado neste estudo.

Também através da Figura 4 e Figura 5 é possível analisar os picos endotérmicos e exotérmicos do processo. Podemos verificar um pico endotérmico próximo a 573°C e um pico exotérmico mais agudo próximo a 1000° C. Oliveira e Barbosa (2006) em seu trabalho mostraram uma curva característica do caulim com um pico endotérmico a aproximadamente 500°C caracterizando a transformação de caulinita em metacaulinita e um pico exotérmico mais agudo a 965°C provavelmente devido a transformação da metacaulinita em mulita.

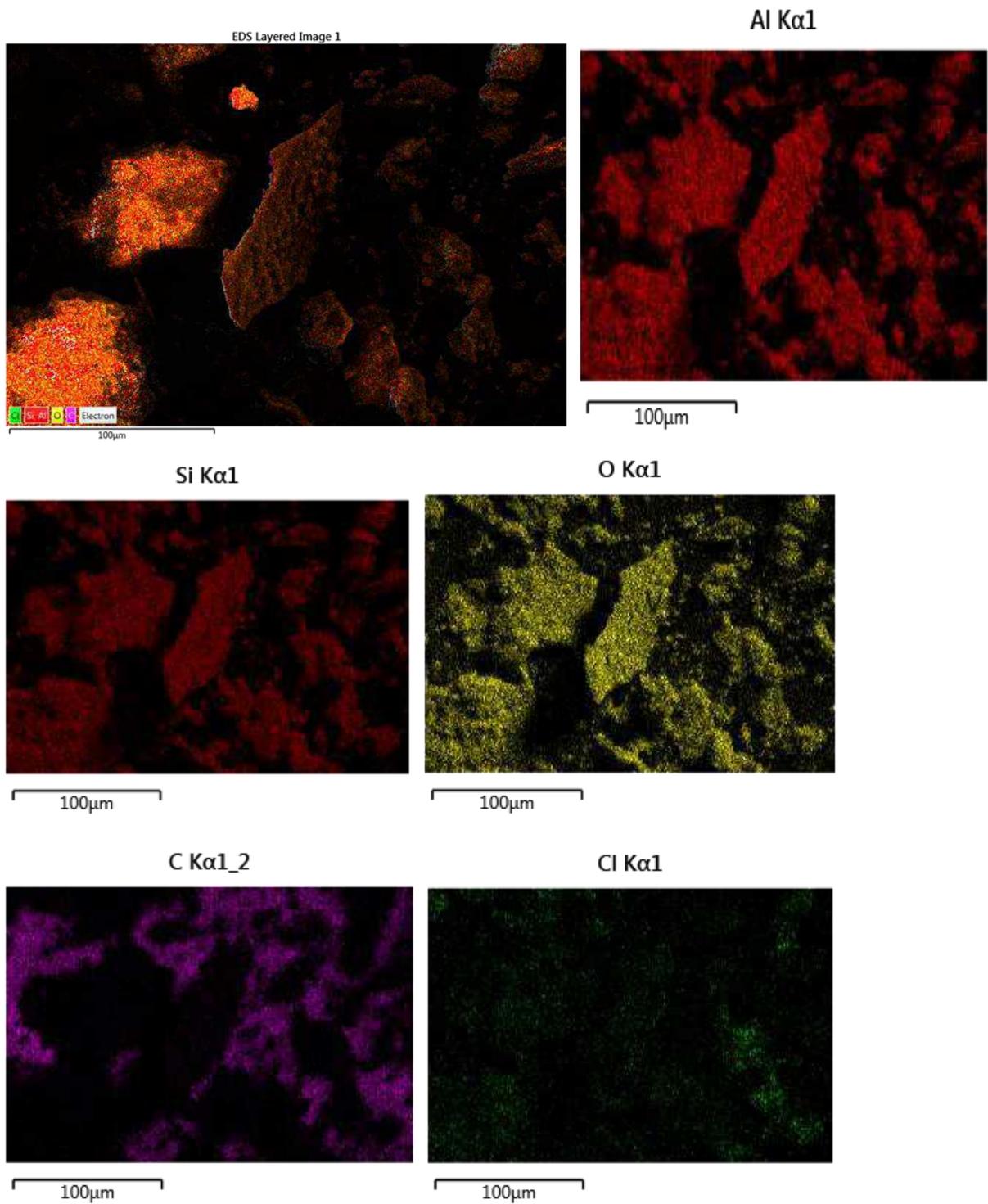
Na Figura 6, Figura 7 e Figura 8 podemos observar as imagens ao MEV acoplado ao EDS, no qual observa-se muitas partículas aglomeradas, de morfologia pseudo-hexagonal, com destaque para formas do tipo “booklets”, características do empilhamento dos cristais de caulinita. Maia et al (2007) encontrou o mesmo padrão em formato do tipo “booklets” em amostras de caulim da Amazônia.

Figura 6 – (a) Imagens ao MEV/EDS para amostra 1 e (b) Imagens ao MEV/EDS para amostra 2.



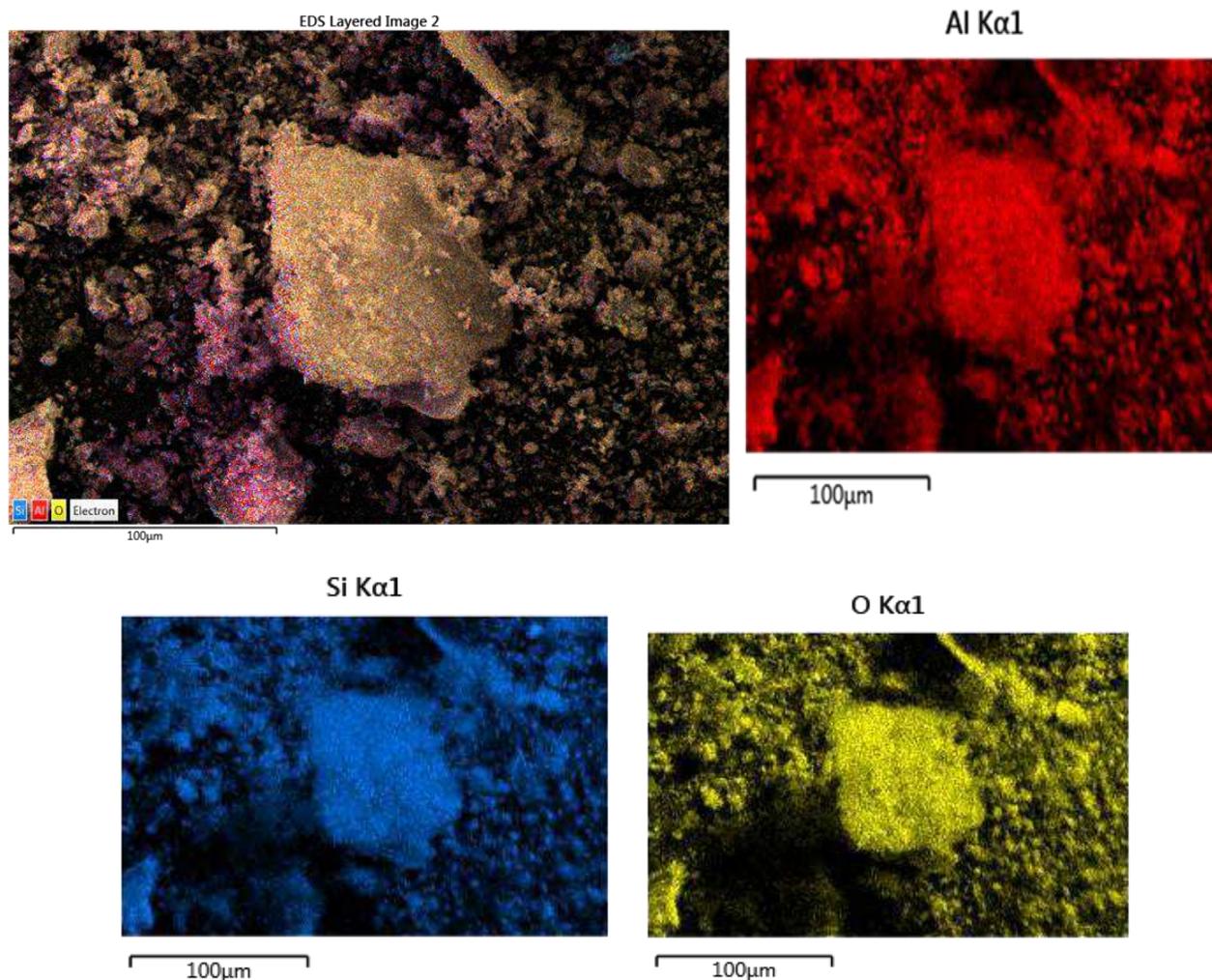
Fonte: Autor (2021)

Figura 7 – Imagens ao MEV/EDS da amostra 1 com seus componentes.



Fonte: Autor (2021)

Figura 8 – Imagens ao MEV/EDS da amostra 2 com seus componentes.

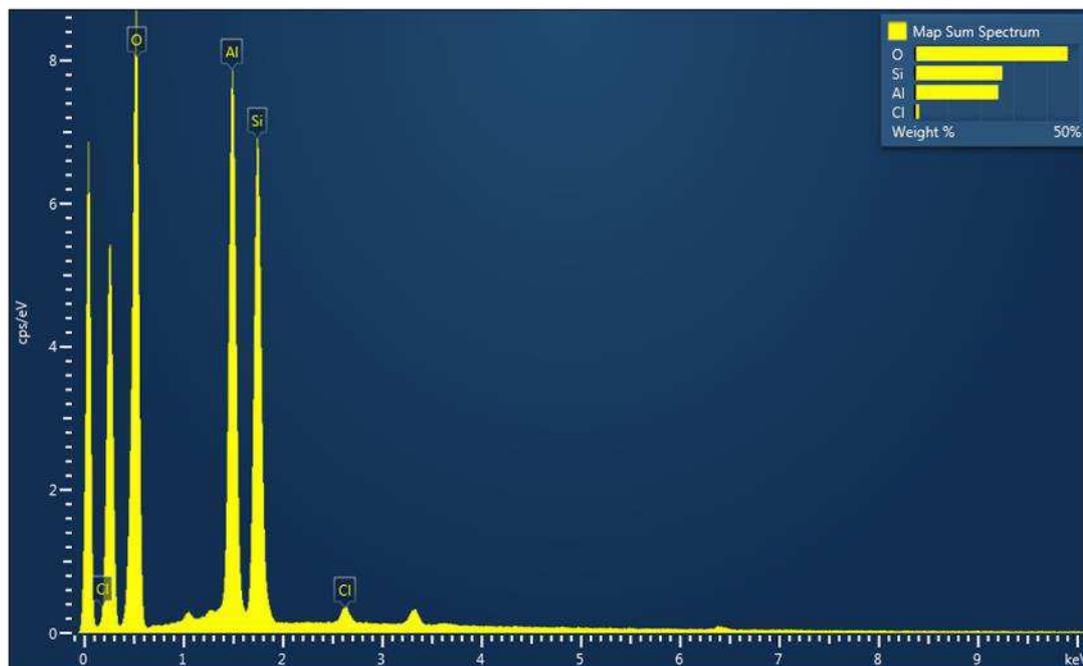


Fonte: Autor (2021)

Santos et. al (2010) em suas imagens ao microscópico eletrônico de varredura de algumas amostras de caulins apresentaram muitas partículas aglomeradas e sem formas definidas, porém em sua maioria em alguns casos é possível observar a morfologia bem definida de pseudo-hexagonal que a caulinita possui e se ressalta a presença de booklets.

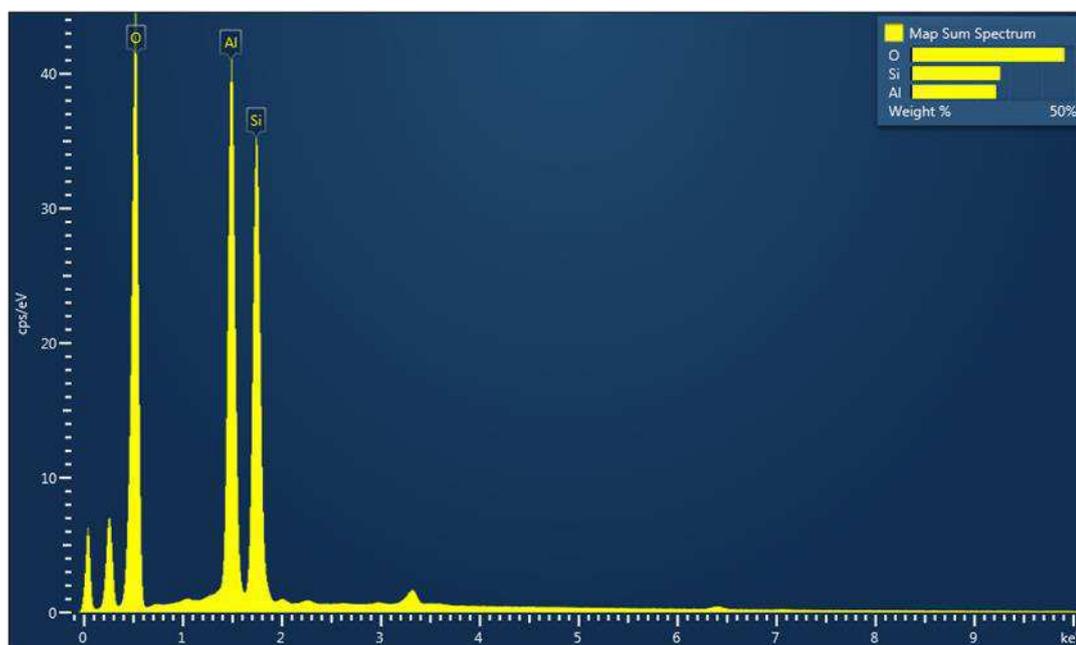
Nas análises por MEV/EDS observa-se resultados compatíveis com a composição química da caulinita. Podemos observar na Figura 9 e Figura 10, gráficos com picos de silício e alumínio e por conter somente o oxigênio somado aos outros dois cátions, acaba por definir como mineral do tipo 1:1, como é o caso da caulinita.

Figura 9 - Distribuição atômica semi-qualitativa da amostra 1 no EDS.



Fonte: Autor (2021)

Figura 10 - Distribuição atômica semi-qualitativa da amostra 2 no EDS.



Fonte: Autor (2021)

Ao analisar a composição dos elementos em forma de óxidos na Tabela 1 e a distribuição atômica através do MEV/EDS, o potássio, segundo a literatura, é o que pode vir a gerar alguma radioatividade, sendo assim, com a porcentagem em massa

de potássio, pode-se achar a porcentagem, também em massa, do potássio radioativo nas amostras. Para se obter tal porcentagem, multiplica-se a porcentagem (em massa) de potássio pela fração 0,0118/100, já que dos três isótopos naturais do potássio, somente o potássio-40 (40K) é radioativo, e ocorre numa proporção de 0,0118% (em gramas) em relação à massa total de potássio (Campos, 2003). A Tabela 2 apresenta a distribuição mássica do potássio encontrado nas amostras estudadas.

Tabela 2 - Distribuição mássica de potássio em % nas amostras

Amostras	Potássio (%)	Potássio Radioativo (%)
1	83,01	12,5
2	83,01	8,05

Fonte: Autor (2021)

Neste caso podemos observar que o material tem baixa concentração de material com potencial risco radioativo.

## 5. CONCLUSÕES

As análises demonstram que os resíduos de caulim analisado são essencialmente caulínítico, ou seja, tem a presença predominante de sílica e alumínio, corroborando com o observado na literatura, no qual os rejeitos apresentam características semelhantes ao material beneficiado que possui valor econômico. Na análise do MEV e EDS observou-se uma alta concentração de sílica, totalmente plausível, já que todas as rochas silicáticas e se pode concluir que a composição de todas as amostras analisadas não possuía nenhum vestígio de partículas que deem origens a radiação, exceto, talvez pelo potássio. Porém as taxas de potássio radioativo são muito inferiores ao que é considerado perigoso pela EPA dos Estados Unidos. Analisando-se a TG/DSC pode-se concluir que o material indica que as amostras analisadas possuem o teor de água compatível com o teórico, dessa forma é possível controlar as perdas de massa e as transformações das outras fases derivadas da caulinita.

Portanto, as amostras de resíduos apresentam características que permitem seu uso em diversos produtos e materiais, permitindo a redução dos rejeitos e dando uma destinação adequada de forma a evitar degradação ambiental decorrente do descarte irregular que comumente ocorre com este material.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAÚJO et. al. Caracterização Química de Caulins de Junco do Seridó-PB. *Cerâmica Industrial*, v. 17, n. 2, 2002.

Argilominerais propriedades e aplicações. PUC, 05 de outubro de 2011. Disponível em: <https://ecivilufes.files.wordpress.com/2011/08/argilominerais-propriedades-e-aplicac3a7c3b5es.pdf>. Acesso em: 20/09/2021.

As Riquezas Minerais da Paraíba. IBRAM, 18 de julho de 2010. Disponível em: <https://ibram.org.br/noticia/as-riquezas-minerais-da-paraiba/>. Acesso em: 15/09/2021.

BURKHARD, Alain Ramon. Utilização do rejeito do beneficiamento do caulim para ativação alcalina. 2018. 69 f. Monografia (Graduação em Engenharia Civil) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2018.

BRISTOW, C. M. *World Kaolins - Genesis, Explotation and Application*. *Industrial Minerals*, p. 45-87, 1987.

CABRAL, Eduardo da Silva; FILHO, Ednaldo Mendes Leite; ARAÚJO, Ronie Braz. *IMPACTOS AMBIENTAIS: Uma Abordagem das Atividades de Beneficiamento de Caulim na Região Borborema/Seridó na Paraíba*. Centro Científico Renascer – Enciclopédia Biosfera, v. 5, n.8, Goiânia, 2005.

CPRM, COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS. *Geologia e recursos minerais do Estado da Paraíba - Texto explicativo dos mapas geológico e de recursos minerais do estado da paraíba*. Recife, 2002.

GONÇALVES, P. S. *Influência do caulim nas características reológicas de esmaltes cerâmicos*. São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, 2003. 94 f. (Dissertação de Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais), 2003

HANNA, et. al. O uso das argilas esmectíticas da região de Francas, SP, como adsorventes de compostos petroquímicos. *Ciência e Engenharia*, v. 15, p. 59-66, 2005.

HUANG, T.; SHAOMIN, L.; LIU, Y.; LI, B. Optimization for the COD reduction and thermodynamics research of coal-series kaolin. *Environmental Earth Sciences, China*, v. 78, n. 363, p. 1-10, 2019.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pb/junco-do-serido>. Acesso em: 15/09/2021.

JESUS, Monique Freitas; DOS SANTOS, Maria Camina Coutinho; FREIRE, Avelino José. Potencialidades Minerais do Estado da Paraíba. In: CONIDIS. 2016, Campina Grande. Anais... Campina Grande, 2016.

Kaolin Market Size, Share & Trends Analysis Report By Application (Ceramics, Plastic, Pharmaceuticals & Medical, Paint & Coatings, Cosmetics, Fiber Glass, Paper, Rubber), By Region, And Segment Forecasts, 2019 - 2025. Grand View Research. Disponível em: [https://www.researchandmarkets.com/reports/4599557/kaolin-market-size-share-and-trends-analysis?utm\\_source=BW&utm\\_medium=PressRelease&utm\\_code=4x27nc&utm\\_campaign=1233534+-+Global+Kaolin+Market+Size%2c+Share+%26+Trends+Analysis+Report%2c+2019-2025&utm\\_exec=chdo54prd](https://www.researchandmarkets.com/reports/4599557/kaolin-market-size-share-and-trends-analysis?utm_source=BW&utm_medium=PressRelease&utm_code=4x27nc&utm_campaign=1233534+-+Global+Kaolin+Market+Size%2c+Share+%26+Trends+Analysis+Report%2c+2019-2025&utm_exec=chdo54prd). Acesso em: 10/09/2021.

KHAWMEE et. al. Surface charge properties of kaolinite from Thai soils. *Geoderma*, v. 192, p. 120-131, 2013.

LEITE et. al. Mineração de Caulim de Pequena escala em APL de Base Mineral – Novo Layout para sua Otimização. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 22, 2007, Ouro Preto. Anais... Minas Gerais, 2007.

LIMA, Rosa do Carmo de Oliveira. Diagnóstico dos impactos ambientais decorrentes do beneficiamento de caulim no município de Equador – RN. *Revista de Biologia e Ciências da Terra*, v. 10, n. 2, 2010.

LUZ, A.B., CHAVES, A. P. Tecnologia do Caulim: ênfase na indústria de papel. *Série Rochas Minerais Industriais*, v. 1, CETEM, 2000.

MAIA et. al. Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese de zeólita A. *Cerâmica*, v. 53, p. 319-324, 2007.

MENDONÇA et. al. Aproveitamento de resíduo de caulim na produção de blocos cerâmicos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GESTÃO AMBIENTAL, 8, 2017, Campo Grande. *Anais... Campo Grande*, 2017.

MORAES, Marcio Luiz Varela Nogueira de Moraes. Aproveitamento de resíduo de beneficiamento do caulim na produção de porcelanato cerâmico. 2007. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

MURRAY, H, H, (1986). Clays. In: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 5. ed. Weinheim: VHC, Verlagsgesellschaft, v.A7, pp.109-136

NASCIMENTO, Marcelo Rodrigues do; Diniz, Aécio Marlon Pereira; ARAÚJO, Mateus Herculano Pereira de Oliveira. Reaproveitamento do rejeito de caulim, de Junco do Seridó-PB, na síntese de zeólitas. *Revista Principia*, n. 23, 2013.

OLIVEIRA et. al. Caracterização de uma argila de vitória da conquista – Bahia, por análise térmica. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 19, 2010, Campos do Jordão. *Anais... São Paulo*, 2010.

OLIVEIRA, M. P., BARBOSA, N. P. Potencialidades de um caulim calcinado como material de substituição parcial do cimento portland em argamassas. *Revista Brasileira de Eng. Agríc. e Ambiental*, Campina Grande, v. 10, n. 2, p. 490-496, 2006.

OLIVEIRA et. al. O potencial do processo de fotocatalise heterogênea consorciado à adsorção para o tratamento de água com *Microcystis aeruginosa* e seus metabólitos. Revista DAE, V.69, n. 228, p. 76-88, 2020.

PÉREZ, et. al. Caracterização de argilas encontradas em solos de Terras Indígenas do RS com o auxílio da espectroscopia Mössbauer de <sup>57</sup>Fe. Cerâmica, v. 50, p. 115-121, 2004.

RAMALHO et. al. Caracterização de resíduos de caulim e granito para uso em massas cerâmicas – parte I. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 49, 2005, São Pedro. Anais... São Paulo, 2005.

RIBEIRO, M. J.; FERREIRA, A. A. L.; LABRINCHA, J. A. Aspectos fundamentais sobre a extrusão de massas de cerâmicas vermelhas. Cerâmica Industrial, v. 8, p. 37-42, 2003.

ROCHA et. al. Argamassas mistas para alvenaria utilizando resíduo de caulim - Parte I: comportamento mecânico. Revista Escola de Minas, v.61, n. 4, p. 505-512, 2008.

SANTOS et. al. Caracterização química, física e mineralógica de caulins de diferentes regiões do estado do Pará. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 54, 2010, Foz do Iguaçu. Anais... Foz do Iguaçu, 2010.

SANTOS et. al. Avaliação de Caulim Sedimentar do Estado do Pará como Matéria-Prima para o Setor Cerâmico. Parte I. Caracterização Físico-Química, v. 15, n. 5-6, 2010.

SILVA et. al. Estudos de beneficiamento e caracterização do caulim da região Borborema-Seridó. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 22, 2007, Ouro Preto. Anais... Minas Gerais, 2007.

.

SOEIRO, E.R., 2014. CAULIM [WWW Document]. Sum. Miner. - DNPM. URL [www.freedoniagroup.com/brochure/31xx/3147smwe.pdf](http://www.freedoniagroup.com/brochure/31xx/3147smwe.pdf)

VIDAL et. al. Recuperação de Caulim do Rejeito de Beneficiamento em Pequenas Empresa da Região do Seridó (RN-PB). In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, 27, Belém, 2017; Anais... Belém, 2017.