

Estudo da influência do tratamento termomecânico nas propriedades do resíduo de ardósia

Study of the influence of thermo-mechanical treatment on the properties of slate waste

Filipe Miranda Fuscaldi¹, Marlo Duarte¹, Ayrton Viana Costa², Abdias M. Gomes², White José dos Santos¹ 

¹Universidade Federal de Minas Gerais, Programa de Pós-graduação em Construção Civil. Av. Antônio Carlos, 6627, Pampulha, 31.270-901, Belo Horizonte, MG, Brasil.

²Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Engenharia de Materiais e Construção. Av. Antônio Carlos, 6627, Pampulha, 31.270-901, Belo Horizonte, MG, Brasil.

*e-mail: contato@filipefuscaldi.com.br, marloduarte.eng@gmail.com, ayrton@ufmg.br, abdays57@gmail.com, white.santos@dmc.ufmg.br

RESUMO

Este trabalho estuda o efeito da forma de tratamento termomecânico (calcinação e moagem) do resíduo de ardósia com foco na ativação das propriedades pozzolânicas. O programa experimental consistiu em avaliar as propriedades físicas, químicas, minerais e morfológicas do resíduo. O material foi cominuído por 1 hora e 45 minutos, peneirado e, em seguida, as amostras passando em 45 µm foram submetidas ao tratamento térmico, as quais foram expostas a temperatura 1000°C, mantendo-se constante por um período de até 5 horas e foram moídas novamente. As análises cristalográficas demonstraram que processo de calcinação gerou uma redução da cristalinidade pela diminuição dos picos e formação de um possível halo de amorfização. Os resíduos de ardósia após tratamento térmico, aumentaram o tamanho médio devido ao efeito de aglomeração pela fusão das partículas o que interferiu no efeito da ativação pozzolânicas, sendo que uma maior moagem garantiu um ótimo resultado de ativação, comprovando que a granulometria mais elevada interfere na reatividade do material. Ficou evidenciado que para ativação do resíduo de ardósia se faz necessária a utilização de moagem antes do processo de aquecimento (partículas menores de 45 µm) e após (partículas menores de 38 µm).

Palavras-chave: Resíduos de ardósia; Ativação mecânica; Ativação térmica; Reaproveitamento de resíduos.

ABSTRACT

This paper studies the effect of thermomechanical treatment (calcination and grinding) of slate waste focusing on the activation of pozzolanic properties. The experimental program consisted in evaluating the physical, chemical, mineral and morphological properties of the residue. The material was comminuted for 1 hour and 45 minutes, sieved, and then samples passing through 45 µm were subjected to heat treatment, which were exposed at 1000 °C temperature, remaining constant for up to 5 hours and were ground again. Crystallographic analyzes demonstrated that the calcination process generated a reduction in crystallinity by reducing the peaks and forming a possible amorphization halo. The slate waste after thermal treatment, increased the average size due to the effect of agglomeration by the melting of the particles, which interfered in the pozzolanic activation effect, and a greater grinding ensured an excellent activation result, proving that the higher granulometry interferes in the material reactivity. It was evidenced that for the slate residue activation it is necessary to use grinding before the heating process (particles smaller than 45 µm) and after (particles smaller than 38 µm).

Keywords: Slate waste; Mechanical activation; Thermal activation; Reuse of waste.

1. INTRODUÇÃO

O setor da mineração representa um dos pilares da economia brasileira, sendo que, segundo a ABIROCHAS [1], em 2021, o Brasil produziu 2,4 megatoneladas toneladas de rochas ornamentais, o que colocou o país entre os maiores exportadores mundiais. Dentre os principais estados que contribuem para esse número no país, Minas

Gerais se destaca. Conforme o relatório de Costa [2], o estado é o segundo maior em relação ao volume de extração e produção de rochas ornamentais, sendo o principal em termos de diversidade de tipos. Considerando as diferenças geomorfológicas das rochas ornamentais, existem diversas nomenclaturas como “granitos”, “mármore”, “quartzitos”, “arenitos”, “calcários”, “travertinos” e “ardósias”. A ardósia é o tipo de rocha ornamental de menor valor econômico e é composta sobretudo por rochas sedimentares ou metamórficas de composição pelítica de baixo grau metamórfico e com clivagem ardósiana [2].

Apesar dos benefícios proporcionados, a atividade de mineração desencadeia diversos impactos ambientais, sejam eles: a poluição dos solos, do ar, dos rios e lençóis freáticos, que podem comprometer os recursos hídricos, a poluição sonora das máquinas e equipamentos, o elevado índice de desperdício de matéria prima (aproveitamento industrial inferior a 15% do volume extraído no caso da ardósia), e a descaracterização dos terrenos, entre outros [3–6].

Análogo a este cenário, tem-se que o cimento Portland é um dos principais insumos da indústria da construção e um dos materiais mais consumidos no planeta. No Brasil, sua produção é expressiva, alcançando 60,8 milhões de toneladas em 2020 [7]. Entretanto, no seu processo produtivo, grandes impactos ambientais são gerados, principalmente devido às emissões de carbono (600kg por tonelada de cimento) [8]. Portanto, as adições minerais incorporadas aos materiais constituintes da fabricação de cimento contribuem para redução da poluição gerada, pelo menor consumo de cimento por quilo de argamassa ou concreto produzido.

Diversas pesquisas têm sido realizadas envolvendo o aproveitamento e incorporação de resíduos de ardósia (RA), como: OLIVEIRA [4] que avaliou o aproveitamento industrial de resíduos de ardósia como insumo mineral na fabricação de cimento; SILVA (2005) *apud* FEAM [9] e OLIVEIRA [4] que estudaram o RA após expansão térmica, percebendo que a ardósia expandida alcançou a pozolanicidade; resultado semelhante encontrado por FRÍAS *et al.* [10], que sugerem a ativação térmica da ardósia para sua reatividade (calcinação à 1000°C por 2 horas); PIMENTA [11], que patenteou o uso de misturas de RA como material pozolânico e escórias básicas em substituição parcial do clínquer; além de estudo que utilizam o RA junto com demais materiais provenientes de rochas ornamentais de marmorarias, sendo utilizados como adição filer [12] e como substituição parcial de cimento em argamassas [13] com resultados positivos no que tange às propriedades mecânicas e indicadores de durabilidade.

Neste contexto, observa-se que há um grande volume de RA sendo gerado, mas poucos estudos evidenciam o potencial do seu uso em materiais cimentícios, além de indícios de atividade pozolânica do material após tratamentos térmicos e mecânicos. Portanto, este trabalho propõe estudar as mudanças cristalográficas e microestruturais dos resíduos de mineradoras das ardósias até temperatura de calcinação à 1000°C, observando as mudanças ocorridas nas suas propriedades físicas, químicas, mineralógicas e grau de pozolanicidade antes e após o tratamento.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

Para esta pesquisa, utilizou-se resíduos de ardósia, na fração mais fina, coletados conforme NBR 10.007 [14] no pátio de uma empresa (Figura 1), situada na cidade de Papagaios/MG.

Utilizou-se cimento CP II E-32, cal hidratada CH I, Areia normal do Instituto de Pesquisa Tecnológica de São Paulo, Brasil e água potável da cidade de Belo Horizonte.

2.2. Programa experimental

Após a coleta, o resíduo foi mantido em estufa para secagem completa. Em seguida, o RA como coletado (nomeado “*in natura*”) foi caracterizado quanto sua massa unitária [15] e massa específica real [16].

A aplicação combinada de tratamentos térmicos e mecânicos amplia o efeito de ativação em partículas menores que 45 µm, bem como é capaz de potencializar a reatividade de materiais a menores temperaturas [17, 18]. Desta forma, para se aumentar a eficiência da reatividade, a amostra “*in natura*” foi moída. O processo de cominuição foi realizado por 1h e 45 min em um moinho de bolas (GROSCHOPP Germany, Nr 8330766, Wk 0167004, 1~Mot RPM 90–60, IP 23, 110/220 V, 1,6/0,8 A, 70W, 50Hz). Essa amostra, denominada “*in natura* moída”, foi então caracterizada pela sua massa específica real [16] e unitária (equipamento Bulk Density Haver), granulometria por difração à laser via úmida (equipamento CILAS Particle Size Analyzer 1190 L/D com água deionizada Milli-Q, com tempo de ultrassom de 60 minutos e Obscuração: 10), área superficial e porosidade (NOVA 1200e Surface Area & Pore Size Analyzer da Quantachrome Instruments, atmosfera N₂, modelo BET), além da microestrutura pela microscopia eletrônica de varredura (MEV – TESCAN VEJA 3 XMU).



Figura 1: Localização do pátio onde foram coletadas as amostras de ardósia – Papagaios/MG.

Fonte: GoogleMaps [19].

Somente o material moído passante na peneira de 45 μm foi submetido ao processo de calcinação em mufla (Fornos Lavoisier MOD 402 D, 220 Volts, 3960 Watts, com capacidade para 1200°C) com taxa de aquecimento de 10°C/min, até 1000°C, mantendo-se essa temperatura constante por um período de 2 ou 5 horas. O resfriamento foi feito de forma lenta para a amostra calcinada por 5h e de forma lenta ou brusca para a amostra calcinada por 2h. O resfriamento lento foi realizado por meio do desligamento da mufla e manutenção da amostra no seu interior até resfriamento completo (aproximação com a temperatura ambiente – $25 \pm 5^\circ\text{C}$). O resfriamento brusco foi feito inserindo-se, imediatamente após o tratamento térmico, o cadinho de ferro fundido com a amostra em um recipiente refratário com água e 2,5 kg de gelo, mantendo-se uma temperatura de aproximadamente 15°C, até estabilização em ($25 \pm 5^\circ\text{C}$). Após esse processo, a amostra precisou ser destorroada e moída novamente para desaglomeração de partículas, sendo levada a um moinho de panelas por 4 min. As amostras calcinadas (C1000 – 2h e C1000 – 5h) foram caracterizadas da mesma forma que a amostra “*in natura* moída”.

Para a análise da ativação do RA foram avaliadas a composição química por análises de óxidos totais por fusão com tetraborato de lítio e leitura da fluorescência de raios-X no aparelho Ray ny EDX-720 Energy dispersive X-Ray Spectrometer da Shimadzu; composição das fases cristalinas pela difratometria de raios-X (DRX), realizada no difratômetro PANalytical Empyrean com quantificação pelo método Rietveld; a termogravimetria do resíduo (*in natura* moída, C1000-2h, C1000-5h); e a atividade pozolânica pelo método do CHAPELLE modificado [20] das amostras e de materiais pozolânicos, como: sílica ativa (SA), metacaulim (M) e cinza de casca de arroz (CCA).

3. RESULTADOS

3.1. Propriedades físicas

A norma NBR 12653 [18] preconiza que para serem considerados materiais pozolânicos, o material retido na peneira 45 μm deve ser inferior à 20%. Após ser cominuído, o RA resultou em 26,2% de material retido nessa peneira, não atingindo, portanto, os requisitos da norma, mesmo após 1 hora e 45 minutos de moagem. Apesar disso, FRÍAS *et al.* [10], que trabalhou com o resíduo de ardósia ativado, alcançou bons resultados com partículas menores que 63 μm , e VILLA-CÓRDOBA *et al.* [21] que trabalhou com resíduos de ardósia ativados com amostras com no máximo 34% retida na peneira 45 μm , registraram que obtiveram êxito ao ativar o material através de expansão térmica. A Tabela 1 apresenta os resultados da granulometria do material.

Tabela 1: Análise D_{10} , D_{50} , D_{90} e Diâmetro médio das amostras de ardósia.

	IN NATURA MOÍDA	1000°C CALCINADA
D_{10} (μm)	1,57	47,47
D_{50} (μm)	9,86	56,58
D_{90} (μm)	70,6	73,09
D_{med} (μm)	23,90	58,78

Tabela 2: Massa específica real (γ_r), unitária (γ_u), área superficial (A_s) e porosidade (P).

	γ_r (g/cm ³)	γ_u (g/cm ³)	A_s (m ² /g)	P (cc/g)
Amostra “ <i>in natura</i> ” – sem moer	2,620	1,330	–	–
“ <i>In natura</i> ” – moída	2,490	0,758	5,754	0,017
1000° C calcinada	2,530	0,766	1,028	0,002

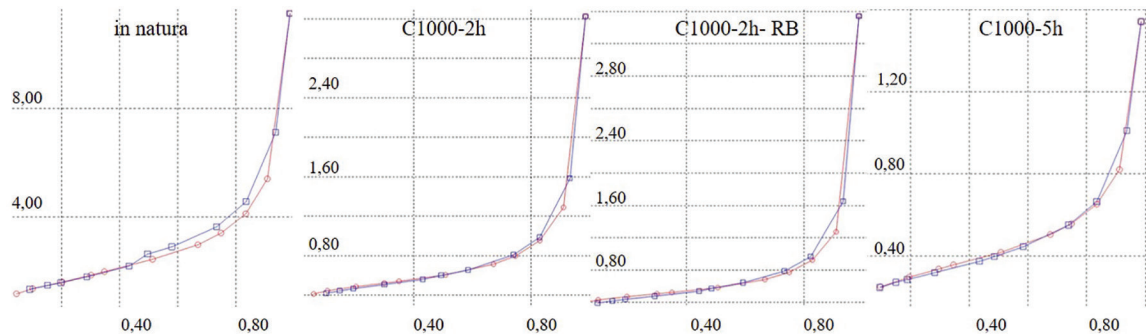


Figura 2: Gráfico das curvas de adsorção e dessorção das amostras no método BET.

Percebe-se que a amostra calcinada apresentou o diâmetro médio maior que da amostra “*in natura*” moída. Esta resultou em 50% de seu material inferior à 9,86 μm , o que corrobora os resultados encontrados por CATARINO *et al.* [22], onde a ardósia se adequou à confecção de telhas cerâmicas. Já para a amostra calcinada, o material apresenta 50% das partículas abaixo de 56,58 μm .

Conforme resultados da Tabela 2, observa-se ainda que o material como coletado (*in natura*) apresentou uma massa específica real levemente superior que os RA tratados, mecânica e termicamente. Isso pode estar associado à presença de alguns minerais que, nas amostras moídas e calcinadas, foram retirados pela segregação do material (inferior à 45 μm). Geralmente o processo de calcinação em temperaturas elevadas tende a gerar perda de material, contudo, observou-se um leve aumento da massa específica real da amostra calcinada em comparação com a amostra moída. Acredita-se que houve um rearranjo dos minerais da ardósia que, nesta condição, apresentaram uma nova densidade. Estes resultados são consistentes com os estudos de [23], nos quais ocorreram recristalização de novas fases após aquecimento a temperaturas acima de 900°C em argilas. Isto pode ter levado a massa específica unitária ser expressivamente reduzida após a moagem, mantendo-se aproximadamente a mesma após a calcinação. Possivelmente, a cominuição propiciou uma distribuição granulométrica mais contínua, reduzindo os vazios entre partículas.

Observa-se ainda na Tabela 2, que a área superficial da amostra calcinada a 1000°C sofreu uma queda de 82,13% em relação à amostra “*in natura*”, indicando efeito de aglomeração das partículas. Portanto, a moagem após a calcinação não foi eficiente para romper as aglomerações geradas pelos processos de aquecimento. Esse resultado é consistente com o da porosimetria, que demonstrou o fechamento dos poros com o processo de tratamento térmico. No caso da amostra moída, os resultados indicam que os poros se encontram na faixa entre 90 e 170 Å, o que os classifica como mesoporos, segundo a IUPAC. Nas isotermas, apresentadas na Figura 2, a redução da porosidade pode ser observada pela inexistência de histerese na amostra calcinada.

Nos gráficos de porosidade (Figura 2) percebe-se que existe uma histerese diferenciada entre as amostras “*in natura*”, indicando uma presença de poros, por outro lado, ao analisar os demais gráficos, percebe-se a semelhança apresentada pelas curvas das amostras calcinadas a 1000°C, tanto com resfriamento lento, quanto resfriamento brusco. Ao se analisar as curvas de porosidade das amostras calcinadas a 1000°C, em virtude do tempo de permanência, percebe-se que as curvas são similares em sua forma, entretanto, a curva relativa à amostra com tempo de permanência de 2 horas apresenta valores que alcançam valores de pico superiores aos encontrados na amostra de 5 horas, o que corrobora os dados apresentados na Tabela 1, onde mostra que o volume total de poros da amostra “*in natura*” corresponde a 0,017 cc/g e a calcinada a 1000°C a 0,002 cc/g.

3.2. Microestrutura

No MEV (Figura 3) as análises são realizadas sob o preceito de que os materiais mais densos, tem cores mais claras, logo, pode-se perceber uma variação de coloração na amostra “*in natura*” moída, que pode indicar

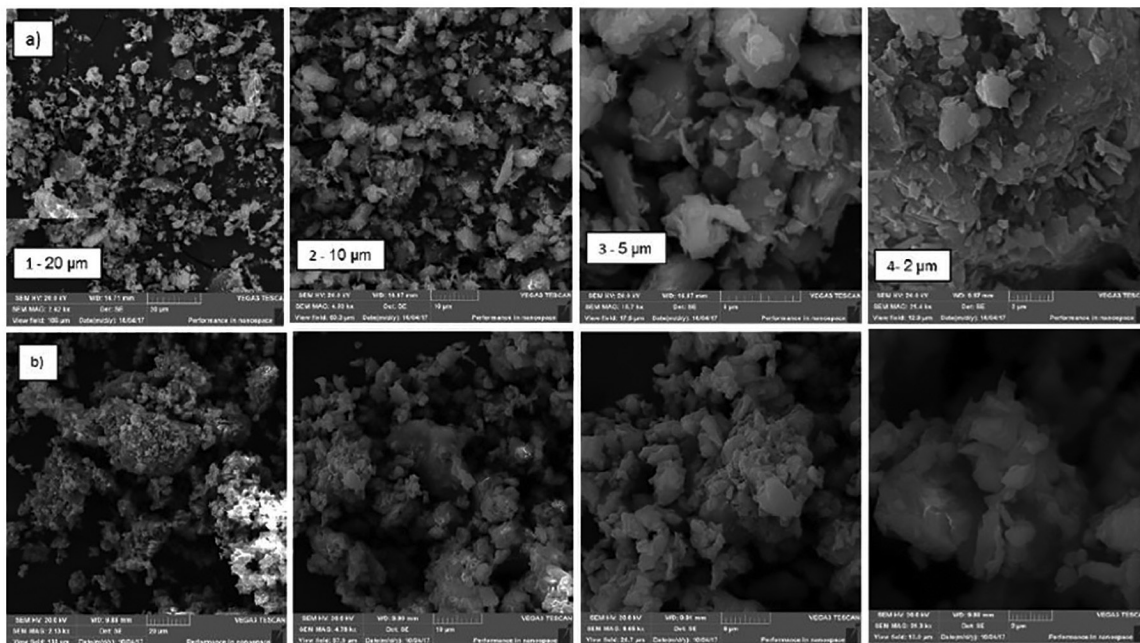


Figura 3: Imagens de microestrutura eletrônica de varredura (MEV): (a) *in natura* moída e (b) C1000 calcinada.

elementos com densidades maiores como a Moscovita (2,80~2,90 g/cm³), a Calcita (2,72 g/cm³), o Quartzo (2,65 g/cm³) ou até a Clorita (2,60~2,90 g/cm³), segundo valores típicos de densidade dos minerais apresentada por REBOLLEDO [24].

Observa-se nas escalas de 20 μm e 10 μm (Figura 3) que a amostra “*in natura*” moída apresenta partículas menores que as da amostra calcinada a 1000°C, corroborando os dados da Tabela 1 de que houve aglomerações dos grãos de ardósia após o aquecimento e o processo de moagem não fragmentou. As imagens ainda indicam que, na amostra calcinada à 1000°C, houve uma pequena mudança na morfologia. Sua microestrutura, que eram placas bem definidas no material “*in natura*”, se apresentou em forma de blocos, indicando a possibilidade de ocorrência de expansão após o tratamento térmico. Em escalas maiores, de 5 e 2 μm, é possível notar formas mais cúbicas, maior aglutinação, evidenciando que o material apresentou uma reestruturação, indicando logo uma possível amorfização.

3.3. Análise química e mineralógica

De acordo com a Tabela 3, a amostra “*in natura*” moída apresenta como principais elementos: silício, alumínio, ferro, potássio e manganês. Após o tratamento térmico, os resultados indicam a decomposição térmica do FeO, o composto que sofreu uma variação considerável, de 5,17% para menos de 0,14%, se oxidando parcialmente para a forma Fe₂O₃. Os outros compostos mantiveram a mesma faixa de valores que da amostra *in natura*.

Tabela 3: Composição química das amostras em %.

ANÁLISES	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	P ₂ O ₅	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	LOI
In natura	5,17	60,5	16,2	7,09	1,73	3,24	0,79	0,164	1,88	3,78	0,11	4,49
Calcinada 1000°C 5h	<0,14	63,2	16,9	7,41	1,80	3,39	0,82	0,168	1,95	4,01	0,12	0,38

Em relação às propriedades preconizadas pela NBR 12653 [18], a soma (SiO₂ + Al₂O₃ + FeO₃) deve ser maior que 50% para classe E, e maior que 70% para as classes N e C. O material em estudo atingiu 83,79% para a amostra “*in natura*” moída e 87,51% pós calcinação de 1000°C, ou seja, em ambos os casos foram superados os valores normativos. A norma ainda preconiza que os teores de álcalis disponíveis em Na₂O devem ser de até 1,5 % para todas as classes, entretanto, a amostra “*in natura*” moída e calcinada resultaram em teores de 1,88% e 1,95%, respectivamente. Isso demonstra um comprometimento do material, sobretudo para situações com agregados potencialmente reativos, aumentando a possibilidade de ocorrência de reação álcali-agregado.

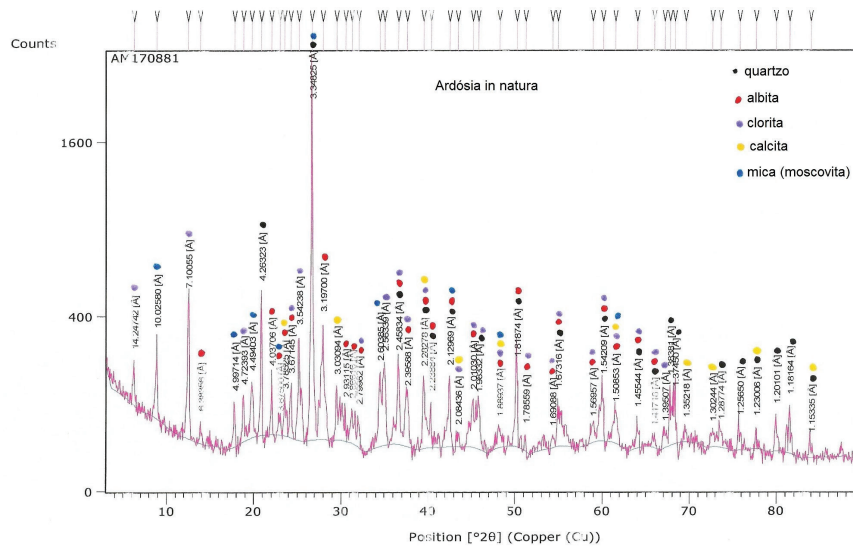


Figura 4: Amostra de ardósia moída *in natura*.

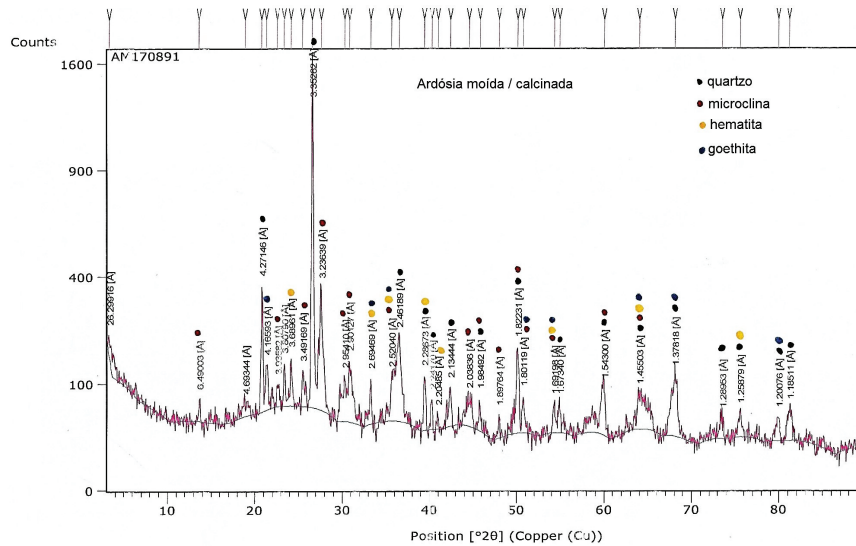


Figura 5: Amostra de ardósia moída calcinada a 1000°C por 5 horas.

O ensaio de difratometria de raios-X (DRX), cujos resultados são apresentados nas Figuras de 4 a 6, foram realizados no intuito da identificação de fases cristalinas e amorfas presentes nas amostras. Os resultados indicam que a amostra *in natura* moída (Figura 4) apresenta-se com elevada cristalinidade e que após o tratamento termomecânico (Figura 6) mesmo após 5 horas de exposição a 1000°C manteve esta cristalinidade, ocorrendo somente uma alteração dos arranjos cristalinos e formação novos cristais.

Os resultados para as fases cristalinas identificadas relativas ao resíduo da amostra ardósia “*in natura*”, apresentaram uma presença majoritária de Quartzo (SiO_2), com 32,4%, além de 27,4% de mica (moscovita) ($(\text{KNa})(\text{AlMgFe})_2(\text{Si}_3\text{Al}_{0,9}\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$), 19,5% de Albita ($\text{K}_{0,2}\text{Na}_{0,8}\text{AlSi}_3\text{O}_8$), 19,4% de Clorita ($\text{Mg}_{4,882}\text{Fe}_{0,22}\text{Al}_{1,881}\text{Si}_{2,95}\text{O}_{10}(\text{OH})_8$) e com menos quantidade, 1,2% de Calcita ($\text{Ca}(\text{CO}_3)$). O resíduo de ardósia moída calcinada a 1000° C por 5 horas teve como fases identificadas a Goethita, Hematita, Microclina e Quartzo. Esta amostra teve como fases cristalinas identificadas e quantificação em massa de 7,5% de Goethita ($\text{FeO}(\text{OH})$), 0,6% Hematita (Fe_2O_3), 55,4% de Microclina ($\text{K}_{0,94}\text{Na}_{0,06}\text{Al}_{1,01}\text{Si}_{2,99}\text{O}_8$) e 36,5 Quartzo (SiO_2). Parâmetros estatísticos: Gof 1,829 e Wrp de 0,254.

Quando se analisa o feito do choque térmico (Figura 6 em relação a Figura 5), constatou-se a redução (77%) da intensidade dos picos de cristalinidade do quartzo (de 2555 – *in natura* para 563 – 2 horas e choque térmico). Esses resultados também foram observados por FRIAS *et al.* [25] que demonstrou que o material fica menos cristalino com o aumento de temperatura. Neste trabalho, observou-se benefícios da realização do

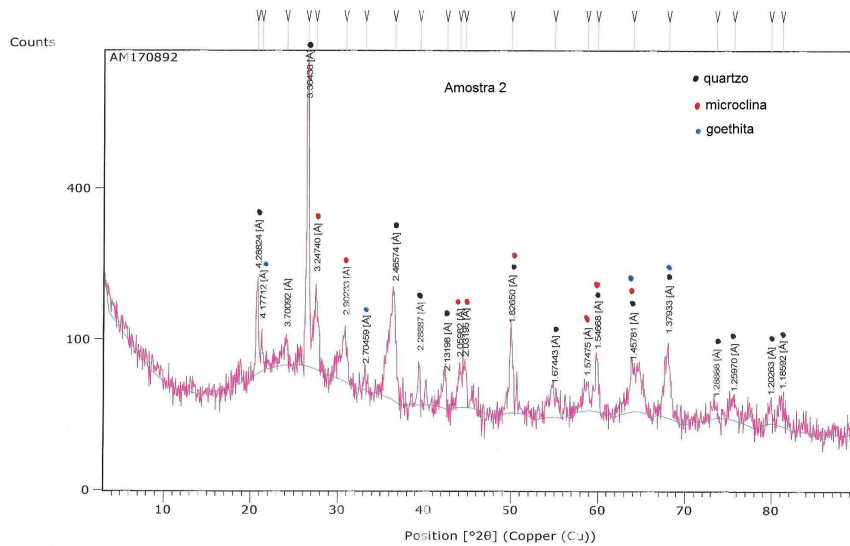


Figura 6: Amostra de ardósia moída calcinada a 1000°C por 2 horas resfriamento brusco da região periférica.

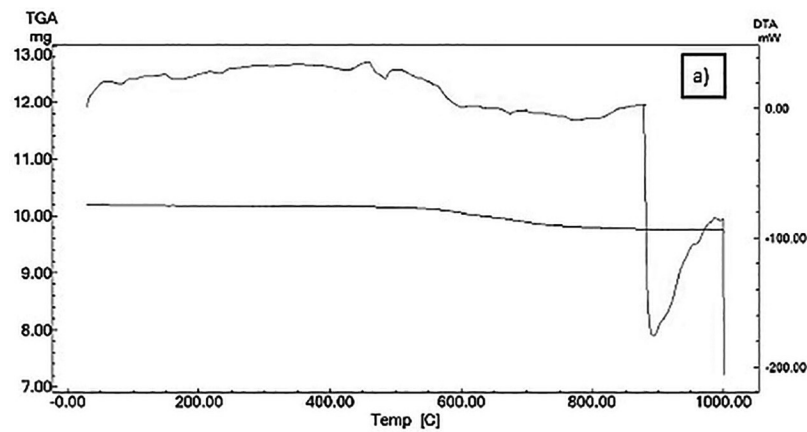


Figura 7: Resultados da análise termogravimétrica in natura.

choque térmico para garantir a rupturas das ligações mantendo o material amorfo e assim reativo. Percebe-se uma alteração da cristalografia dos minerais, sendo mantido o quartzo, contudo os demais albita, calcita, clorita e muscovita, deixaram de existir e surgiram os novos compostos: Goethita, hematita e microclina.

A presença de Goethita e da Hematita podem estar associadas a contaminação causado pelo cadinho de aço ou mesmo a presença de pequenos teores de ferros (vide Tabela 3) das ardósias que não foram detectáveis nas primeiras análises, contudo devido ao processo de aquecimento se tornaram mais evidentes. O efeito da contaminação pode ser observado ao analisar o material calcinado a 1000°C por 2 horas com resfriamento brusco que foi retirado de sua região mais próxima às paredes do cadinho, ou seja, da região periférica do resíduo, teve como fases cristalinas identificadas e quantificação em massa de 0,6% de Goethita (FeO(OH)), 62% de Microclina ($K_{0,94}Na_{0,06}Al_{1,01}Si_{2,99}O_8$) e 37,4 de Quartzo (SiO₂).

3.4. Análise térmica

As Figura 7 e 8 apresentam os resultados da análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA), da amostra *in natura* moída e da amostra calcinada à 1000°C, respectivamente. A partir desses resultados, é possível analisar a ocorrência de mudanças na massa das amostras, em função da temperatura, o que permite identificar possíveis transformações químicas ou físicas do material [26].

Na amostra “*in natura*”, a amostra inicial foi usada 10,2g e após o ensaio teve uma perda de massa de 4,87%, que condiz com o que foi apresentado no ensaio PPC e na análise química. Pode ser percebido que a ardósia “*in natura*” na faixa entre 500 a 750°C foi onde a curva mais se acentuou. Através da curva DTA é possível se observar picos endotérmicos na ordem dos 900°C sinalizando indícios de fusão, perda de massa da

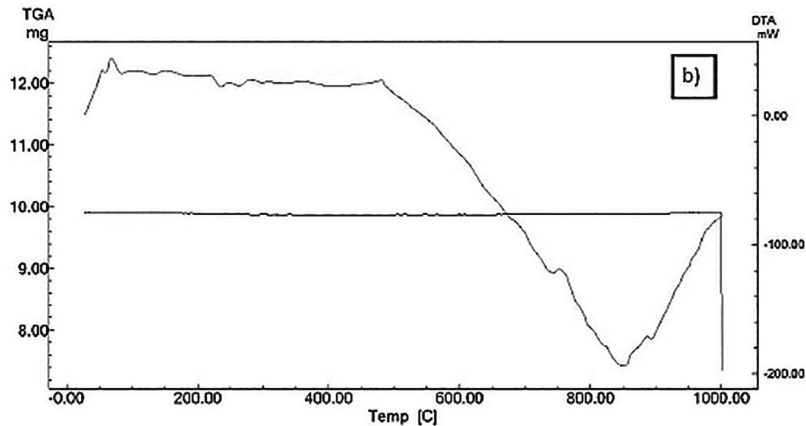


Figura 8: Resultados da análise termogravimétrica 1000°C calcinada.

amostra. Este pico endotérmico também pode ser encontrado na amostra calcinada (Figura 8) na mesma faixa de temperatura, porém é visto que o pico endotérmico se torna mais pronunciado demonstrando que o ataque térmico alterou os arranjos cristalinos corroborando os dados de difração de raios-X. A perda de massa desta amostra foi de 0,43%, coerente ao que foi apresentado na Tabela 3.

3.5. Análise da atividade pozolânica

O ensaio de Chapelle modificado foi realizado para a amostra *in natura* moída e calcinada. Segundo RAVERDY *et al.* [27] (1980), a classificação de material pozolânico é dada para materiais que são capazes de fixar mais 330 mg de hidróxido de cálcio por grama de material ensaiado [20, 26, 28, 29]. Nos resultados apresentados na Tabela 4, percebe-se que o RA C1000-5h obteve o índice de atividade pozolânica de 144,1 mg/g, não atingindo o mínimo para classificação da adição mineral pozolânica. Esse valor ainda foi inferior ao da amostra *in natura*, o que pode ter ocorrido devido a aglomeração de partículas, comprometendo o ensaio e por consequência reduzindo sua reatividade do material.

Tabela 4: Resultados obtidos com o Ensaio de Chapelle.

AMOSTRA	I (mg/g)
Ardósia – in natura	175,7
Ardósia – C1000 – 5h	144,1
Ardósia – C1000 – 2h	144,1
Ardósia – C1000 – 2h RB*	383,6
Ardósia – C1000 – 2h – RB**	446,4

* moagem de 30 minutos após calcinação; ** moagem de 1 horas após a calcinação.

Os resíduos mais finos possuem uma área superficial específica maior, apresentando melhor potencial para que a reação pozolânica aconteça [30]. Este fenômeno foi relatado nos estudos de CORDEIRO *et al.* [31], onde os resultados mostraram que na pozolanicidade o que importa é o tamanho das partículas quando analisados materiais cristalinos ricos em sílica. Para ROMANO, FUJII, SOUZA [32], BENEZET e BENHASSAINE [33] e BENEZET e BENHASSAINE [34] a redução do tamanho de partículas está diretamente relacionada com a reatividade do material devido a modificação da estrutura da superfície.

A Tabela 4 mostra ainda, que foi realizado uma moagem adicional, sendo que desta vez o resíduo foi submetido a um tempo de 2 horas com material “*in natura*”, e mais 30 minutos ou 1 hora após calcinado a 1000°C por 2 horas com resfriamento brusco. Neste novo ensaio a granulometria do resíduo de ardósia atingiu valores abaixo 38 µm, aumentando assim sua reatividade. É válido observar sua evolução, pois a amostra C1000-2h-RB atingiu 383,61 e 446,4 mg CaO/g representando ganho em relação a “*in natura*”, ambos superiores ao limite de 330 mg CaO/g [20, 26, 25, 27, 35, 36].

4. CONCLUSÕES

De acordo com a análise dos dados e a interpretação dos resultados alcançados neste trabalho, foi possível concluir pelos resultados apresentados na análise química, que indicaram que após a calcinação, a ardósia diminui seu índice de perda ao fogo, sofrendo alterações em sua estrutura dos compostos. A difratometria identificou

diferentes fases após o processo de calcinação, mostraram redução da cristalinidade pela diminuição dos picos e formação de um possível halo de amorfização. Principalmente no resíduo calcinado a 1000°C por 2 horas com resfriamento brusco que demonstrou ser bem eficiente para gerar a amorfização dos resíduos.

Em relação às características físicas, os resíduos de ardósia ao passar pelo tratamento térmico, aumentaram o tamanho médio de partículas em comparação com a amostra moída, indicando que o material se fundiu após tal tratamento, sugerindo que deva existir uma moagem eficiente de modo a tonar a partículas menores que 38µm. Isto interferiu no efeito da ativação pozolânica, no qual uma maior moagem garantiu um ótimo resultado de ativação, comprovando que a existência de partículas maiores pode interferir na reatividade do material devido a redução da área de contato.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ROCHAS ORNAMENTAIS. *Balanco das exportações e importações brasileiras de materiais rochosos naturais e artificiais de ornamentação e revestimento em 2021*, Brasília, ABIROCHAS, pp. 17, 2022.
- [2] COSTA, A.G., *Rochas ornamentais*. <http://recursomineralmg.codemge.com.br/substancias-minerais/rochas-ornamentais/#ard%C3%B3sia>, acessado em outubro de 2022.
- [3] FRÍAS, M., VIGIL DE LA VILLA, R., GARCÍA, R., *et al.*, “The influence of slate waste activation conditions on mineralogical changes and pozzolanic behavior”, *Ceram. Soc.*, v. 96, n. 7, pp. 2276–2282, 2013. doi: <http://dx.doi.org/10.1111/jace.12387>.
- [4] OLIVEIRA, E. C., “*Comportamento de misturas ternárias constituídas de cimento Portland, ardósia e escória de alto forno finamente moídas e sem uso de aditivos dispersantes*”, D.Sc. Thesis, Universidade Federal de Ouro Preto, 2017.
- [5] FERNANDES, R.C., ARAUJO, R., “Mineração no Brasil: crescimento econômico e conflitos ambientais”, In: Guimarães, P.E., Cebada, J.D.P. *Conflitos Ambientais na Indústria Mineira e Metalúrgica: o passado e o presente*, Rio de Janeiro, CETEM/CICP, pp. 65–88, 2016.
- [6] MECHI, A., SANCHES, D.L., “Impactos ambientais da mineração no Estado de São Paulo”, *Estudos Avançados*, v. 24, n. 68, pp. 209–220, 2010.
- [7] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. *Vendas de cimento em 2020*. ABCP. <https://abcp.org.br/vendas-de-cimento-crescem-11-em-2020/>, acessado em novembro de 2022.
- [8] CARVALHO, M.B.M., BLUMENSCHNEIN, R.N., “Produção de cimento: impactos à saúde e ao meio ambiente”, *Sustentabilidade em Debate*, v. 3, n. 1, pp. 75–96, 2012. doi: <http://dx.doi.org/10.18472/Sust-Deb.v3n1.2012.7199>.
- [9] FUNDAÇÃO ESTADUAL DO MEIO AMBIENTE, *Plano de ação para sustentabilidade do setor de rochas ornamentais – Ardósia em Papagaios*, Belo Horizonte, FEAM, 2014, pp. 128, 3 Vol.
- [10] FRÍAS, M., VIGIL DE LA VILLA, R., GARCÍA, R., *et al.*, “The influence of slate waste activation conditions on mineralogical changes and pozzolanic behavior”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 96, n. 7, pp. 2276–2282, 2013. doi: <http://dx.doi.org/10.1111/jace.12387>.
- [11] PIMENTA, F.T., “*Ardósia em Cimentos Pozolânicos*”, BR PI 1003671-7 A2, 7 jun. 2010.
- [12] ALMADA, B.S., MELO, L.S., DUTRA, J.B., *et al.*, “Influence of the heterogeneity of waste from wet processing of ornamental stones on the performance of Portland cement composites”, *Construction & Building Materials*, v. 262, pp. 120036, 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120036>.
- [13] SCHUAB, M.R., COSTA, V.M., FREIRE, A.S., *et al.*, “Study of mechanical and durability properties of mortars using slate waste”, *International Journal of Developmental Research*, v. 10, pp. 36089–36095, 2020. doi: <https://doi.org/10.37118/ijdr.18833.05.2020>.
- [14] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 10.007. Amostragem de resíduos sólidos*, Rio de Janeiro, Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2004.
- [15] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR NM 45 Agregados – Determinação da massa unitário e dos teores de vazios de ar*, Rio de Janeiro, Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2006.
- [16] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *NBR 9776 Agregados – Determinação da massa específica de agregados miúdos por meio de frasco de Chapman*, Rio de Janeiro, Associação Brasileira de Normas Técnicas, 1987.
- [17] BALEK, V., PÉREZ-MAQUEDA, L.A., POYATO, J., *et al.*, Effect of grinding on thermal reactivity of ceramic clay minerals”, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 88, n. 1, pp. 87–91, 2007. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s10973-006-8093-1>.

- [18] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *NBR 12653 Materiais pozolânicos — Requisitos*. Rio de Janeiro, Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2015.
- [19] GOOGLE. *Google Maps*. <https://www.google.com/maps/search/PATIO+DE+ARDOSIA,+PAPA-GAIO,+MG/@-19.4407603,-44.7397047,1104m/data=!3m1!1e3>
- [20] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15895. *Materiais Pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método Chappelle modificado*. Rio de Janeiro, Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2010.
- [21] VILLA-CÓRDOBA, T., LOPES-PALACIOS, J. A., JIMENEZ-REYES, M., *et al.*, “Characterization of slate ornaments from Teotihuacan by nuclear and conventional techniques”, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, v. 292, pp. 1249–1258, 2012. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s10967-012-1648-7>.
- [22] CATARINO, L., SOUSA, J., MARTINS, I.M., *et al.*, “Ceramic products obtained from rock wastes”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 143–144, pp. 843–845, 2003. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00341-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00341-8).
- [23] D’ELIA, A., PINTO, D., ERAMO, G., *et al.*, “Effects of processing on the mineralogy and solubility of carbonate-rich clays for alkaline activation purpose: mechanical, thermal activation in red/ox atmosphere and their combination”, *Cement and Concrete Composites*, v. 152, pp. 9–21, 2017. doi: <https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.11.036>.
- [24] REBOLLEDO, J.F.R., 2017, *ENSAIO NO4: Determinação da massa específica dos sólidos*, Brasília, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília.
- [25] FRÍAS, M., VIGIL DE LA VILLA, R., GARCÍA, R., *et al.*, “Scientific and technical aspects of blended cement matrices containing activated slate wastes”, *Cement and Concrete Composites*, v. 48, pp. 19–25, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.01.002>.
- [26] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 12653. Materiais Pozolânicos – Requisitos*. Rio de Janeiro, Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2015.
- [27] RAVERDY M., BRIVOT F., PAILLERE A.M., DRON, R. “Appreciation de l’activite pouzzolanique des constituants secondaires”, In: 7th Int. Congr. Chem. Cem. Paris, 1980.
- [28] JULIANA, J. G, CALMON, J. L., VIEIRA, G. L., *et al.*, “Tratamento térmico da lama do beneficiamento de rochas ornamentais: aplicação como pozolana em matrizes cimentícias”, *IBRACON Structures and materials Journal*, v. 8. n. 2, pp. 100–123 Abr. 2015. doi: <https://doi.org/10.1590/S1983-41952015000200004>.
- [29] BARLUENGA, G., HERNÁNDEZ-OLIVARES, F., Self-levelling cement mortar containing grounded slate from quarrying waste”, *Construction & Building Materials*, v. 24, n. 9, pp. 1601–1607, 2010. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.02.033>.
- [30] TOLEDO, J.F., “*Estudo da reatividade do resíduo de ardósia como adição em matrizes cimentícias*”, Monografia de Graduação, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2016.
- [31] CORDEIRO, G.C., TOLEDO FILHO, R.D., TAVARES, L.M., *et al.*, “Pozzolanic activity and filler effect of sugar cane bagasse ash in Portland cement and lime mortars”, *Cement and Concrete Composites*, v. 30, n. 5, pp. 410–418, 2008. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2008.01.001>.
- [32] ROMANO, R.C.O., FUJII, A.L., SOUZA, R.B., *et al.*, “Acompanhamento da hidratação de cimento Portland simples com resíduo de bauxita”, *Cerâmica*, v. 62, n. 363, pp. 215–223, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132016623632039>.
- [33] BENEZET, J.C., BENHASSAINE, A., “The influence of particle size on the pozzolanic reactivity of quartz powders”, *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, n. 103, pp. 26–29, 1999.
- [34] BENEZET, J.C., BENHASSAINE, A., “Contribution of different granulometric populations to powder reactivity”, *Particuology*, v. 7, n. 1, pp. 39–44, 2009. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.partic.2008.07.023>.
- [35] HOPPE FILHO, J., GOBBI, A., PEREIRA, E., *et al.*, “Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte I): Índice de atividade pozolânica (IAP) com cal, difração de raios-X (DRX), termogravimetria (TG/DTG) e Chappelle modificado”, *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 22, n. 3, pp. e11872, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620170003.0206>.
- [36] ZIPF, M.S., PINHEIRO, I.G., CONEGERO, M.G., “Simplified greywater treatment systems: slowfilters of sand and slate waste followed by granular activated carbon”, *Journal of Environmental Management*, v. 176, pp. 119–127, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.03.035>. PubMed PMID: PMid:27045540.