



UNIVERSIDADE DO SUL DE SANTA CATARINA

JULIANA DEMÉTRIO FLORES

**ESTUDO DA CONVERSÃO DO SULFATO DE CÁLCIO DI-HIDRATADO EM
HEMI-HIDRATADO ATRAVÉS DA ANÁLISE DE DIFERENTES TEMPERATURAS
DE DESIDRATAÇÃO**

Tubarão

2020

JULIANA DEMÉTRIO FLORES

**ESTUDO DA CONVERSÃO DO SULFATO DE CÁLCIO DI-HIDRATADO EM
HEMI-HIDRATADO ATRAVÉS DA ANÁLISE DE DIFERENTES TEMPERATURAS
DE DESIDRATAÇÃO**

Relatório de Estágio Obrigatório apresentado
ao Curso de Engenharia Química da
Universidade do Sul de Santa Catarina como
requisito parcial à obtenção do título de
bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Marcos Marcelino Mazzucco, Dr.

Coorientador: Prof. Alessandro de Oliveira Limas, Ms.

Tubarão

2020

JULIANA DEMÉTRIO FLORES

**ESTUDO DA CONVERSÃO DO SULFATO DE CÁLCIO DI-HIDRATADO EM
HEMI-HIDRATADO ATRAVÉS DA ANÁLISE DE DIFERENTES TEMPERATURAS
DE DESIDRATAÇÃO**

Este Relatório de Estágio Obrigatório foi julgado adequado à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia Química da Universidade do Sul de Santa Catarina.

Tubarão, 3 de dezembro de 2020.

Professor e orientador Marcos Marcelino Mazzucco, Dr.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Professor e coorientador Alessandro de Oliveira Limas, Ms.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Prof. Francielen Kuball Silva, Dra.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Prof. Jair Juarez João, Dr.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Prof. Richard Faraco Amorim, Ms.
Universidade do Sul de Santa Catarina

Dedico este trabalho à pessoa que dedicou sua vida inteiramente a mim: minha mãe, porto-seguro, melhor amiga, confidente, meu orgulho e maior exemplo de dedicação e doação ao próximo.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus pela dádiva da vida e por me conceder forças e sabedoria para a execução e conclusão deste trabalho.

Gratidão imensa a minha família que me incentivou e apoiou a cada passo desta trajetória, compreendendo minha falta e se orgulhando de cada pequena conquista. Sem vocês nada disso faria sentido. Foi tudo por vocês e para vocês.

Aos meus amados amigos Thaís Gomes, Fernanda Borges, Jéssica Antônio e Wagner Inácio por compreenderem minha ausência durante este ano e sonharem meus sonhos junto comigo.

Agradeço à Ellen Duarte Ruiz, minha fiel parceira de curso, companheira de todos estes anos de engenharia, por todas as horas de estudo e ensinamentos compartilhados. Sou grata aos demais colegas parceiros de curso: Brenda Gaidzinski, Bárbara Menegaz, Bruna Dacoregio, Flávia Lopes, Eduarda Freitas, Amanda Mendes, Amanda Kaori e a todos os outros que passaram por minha jornada acadêmica de alguma forma.

Agradeço a todos os meus colegas de trabalho que compartilharam comigo todas as angústias e alegrias até a finalização deste relatório, em especial ao Astor Ferreira e ao Vinicius Costa. Ao Eduardo Silva e Silva, Jussara Almeida, Otávio Moraes, Juliana Gonçalves e John Murtha, meu muito obrigada por toda parceria e compreensão nesta etapa.

Agradeço ao meu supervisor de estágio, Sr. Julio Cesar Santin por todo conhecimento repassado e por todas as horas de conversas, ensinamentos e compreensão. Ao Sr. Manoel Ferreira meu muito obrigado pela oportunidade de estágio e por acreditar em mim para desenvolver esta pesquisa.

Por fim, agradeço aos meus mestres. Primeiramente gostaria de agradecer a minha professora do ensino fundamental Bruna Souza, que foi uma das primeiras pessoas a enxergar meu potencial e me incentivar a conquistar uma bolsa de estudos. Aos meus mestres da graduação, em especial: Prof^o Mazzucco, Prof^o Jonathan, Prof^o Diogo, Prof^o César Renato, Prof^a Suzana, Prof^o Wilson, Prof^o Domingos, Prof^a Maria Lúcia, Prof^a Maria Ana e Prof^o Alessandro pelos 5 anos dedicados à minha formação profissional e pessoal, como engenheira química, bem como cidadã do mundo.

A todos que não citei, mas que de alguma forma contribuíram para a conclusão deste sonho, meus mais sinceros agradecimentos.

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota” (Madre Teresa de Calcutá).

RESUMO

O fosfogesso, sulfato de cálcio hidratado oriundo do processo de produção de ácido fosfórico, é um coproduto industrial com potencial de reutilização elevado, podendo ser utilizado como fertilizante, na fabricação de cerâmicas, cimento etc. Devido ao seu volume de produção ser elevado e sua forma mais comum de armazenamento ser a céu aberto, busca-se alternativas para tornar seu uso viável e eficiente, de forma a transformar esse passivo ambiental em um ativo. Para alguns usos, o fosfogesso precisa ser transformado em seu estado hemi-hidratado, devido às suas propriedades de pega e endurecimento, por exemplo. Assim, o estudo das temperaturas de desidratação para tornar sua aplicação eficiente é de suma importância, tanto do ponto de vista econômico quanto ambiental. Logo, buscou-se estudar as diversas temperaturas de desidratação do sulfato de cálcio di-hidratado, a fim de quantificar sua conversão em sulfato de cálcio hemi-hidratado, e de estabelecer uma correlação com a resistência mecânica do produto reidratado. Esta última não se fez possível devido às diversas variáveis não controladas. Além disso, analisou-se instrumentalmente o material, buscando confirmar os testes realizados em escala laboratorial e propor, inicialmente, uma faixa de trabalho para escala industrial.

Palavras-chave: Fosfogesso. Temperatura. Desidratação.

ABSTRACT

Phosphogypsum, calcium sulphate hydrate from the phosphoric acid production process, is an industrial co-product with a high reuse potential and can be used as a fertilizer, in the manufacture of ceramics, cement etc. Because its production volume is high and its most common form of storage is in the open, alternatives are sought to make its use viable and efficient, in order to transform this environmental liability into an asset. For some uses, phosphogypsum needs to be transformed into its hemihydrate state, due to its setting and hardening properties, for example. Thus, the study of dehydration temperatures to make their application efficient is of paramount importance, both from an economic and environmental point of view. Therefore, we sought to study the various dehydration temperatures of calcium sulfate dihydrate, in order to quantify its conversion into hemihydrate calcium sulfate, and to establish a correlation with the mechanical resistance of the rehydrated product. The latter was not made possible due to the various uncontrolled variables. In addition, the material was instrumentally analyzed, seeking to confirm the tests performed on a laboratory scale and initially proposing a working range for the industrial scale.

Keywords: Phosphogypsum. Temperature. Dehydration.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Processo de produção de P_2O_5 e geração do resíduo fosfogesso	16
Figura 2 – Balança medidora de resistência	22
Figura 3 – (A) Fosfogesso <i>in natura</i> ; (B) Fosfogesso após a secagem; (C) Fosfogesso seco após peneiramento	23
Figura 4 – Curva de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo entre 120°C e 170°C em placa de Petri.	25
Figura 5 – Curva de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo entre 120°C e 170°C em cadinho.	26
Figura 6 – Representação do corpo de prova com marcação de diâmetros e altura (vista lateral)	28
Figura 7 – Preparação para os testes de resistência mecânica: (A) etapa I; (B) etapa II.	28
Figura 8 – Amostras de fosfogesso desidratado da produção	32

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Massas molares.....	24
Tabela 2 – Porcentagem de água evaporada de 120°C a 170°C em placa de Petri.....	24
Tabela 3 – Porcentagem de água evaporada em 180°C a 300°C	27
Tabela 4 – Resistência mecânica em placa de Petri.....	29
Tabela 5 – Resistência mecânica em cadinho	29
Tabela 6 – Resultado DRX fosfogesso seco	31
Tabela 7 – Resultado DRX fosfogesso desidratado.....	31

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	OBJETIVOS.....	13
2.1	OBJETIVO GERAL	13
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	13
3	JUSTIFICATIVA E PROBLEMA	14
4	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
4.1	FOSFOGESSO	15
4.1.1	Fosfogesso e o meio ambiente	16
4.2	SECAGEM.....	17
4.3	CALCINAÇÃO	17
4.4	HIDRATAÇÃO E TEMPO DE PEGA	18
4.5	DUREZA E RESISTÊNCIA MECÂNICA	19
5	METODOLOGIA	20
5.1	PREPARO DAS AMOSTRAS	20
5.2	DESIDRATAÇÃO	20
5.2.1	Desidratação de 120°C a 170°C	20
5.2.2	Desidratação de 180°C a 300°C	21
5.3	TESTES DE HIDRATAÇÃO	21
5.4	TESTES DE RESISTÊNCIA MECÂNICA	21
5.5	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA.....	22
5.6	DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X.....	22
6	RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
6.1	SECAGEM.....	23
6.2	DESIDRATAÇÃO	23
6.2.1	Desidratação de 120°C a 170°C	24
6.2.2	Desidratação de 180°C a 300°C	27
6.3	TESTE DE HIDRATAÇÃO	27
6.4	TESTE DE RESISTÊNCIA MECÂNICA	28
6.5	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA.....	30
6.6	DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X.....	30
6.6.1	Fosfogesso seco	31
6.6.2	Fosfogesso desidratado	31

6.7 ACOMPANHAMENTO PRELIMINAR EM ESCALA INDUSTRIAL	32
7 CONCLUSÃO	33
REFERÊNCIAS.....	34
APÊNDICES	36
APÊNDICE A – Porcentagem de água evaporada de 120°C a 170°C em cadinho	37
APÊNDICE B – Amostras após desidratação de 120°C a 170 °C	38
APÊNDICE C – Testes de hidratação.....	39
APÊNDICE D – Preparação para os testes de resistência mecânica: etapa I.....	40
APÊNDICE E – Preparação para os testes de resistência mecânica: etapa II	41
APÊNDICE F – Após os testes de resistência mecânica	42
APÊNDICE G – Gráficos de barras para resistência mecânica	43
ANEXOS	44
ANEXO A – Tabela de exigências físicas do gesso para construção civil	45
ANEXO B – Análise termogravimétrica: fosfogesso <i>in natura</i>	46
ANEXO C – Difrátogramas de raios-X.....	47
ANEXO D – Difrátogramas diferenciais: refinamento de Rietveld	48

1 INTRODUÇÃO

A geração de coprodutos industriais é uma realidade eminente mundialmente. Para a redução do passivo ambiental que esses resíduos se tornam, busca-se a cada dia alternativas de reuso desses subprodutos. A indústria de ácido fosfórico, por exemplo, gera como coproduto em seu processo produtivo o fosfogesso, sulfato de cálcio hidratado, que, muitas vezes, não possui destinação correta.

O fosfogesso, devido à grande quantidade produzida, é o mais importante dos resíduos de gesso e o surgimento da conscientização de empresas, indústrias e da população em geral, a respeito da minimização de sua geração revela-se mais essencial a cada dia (CANUT, 2006).

Estudos relacionados ao uso deste material, para as mais diversas aplicações, são de elevada importância, visando a diminuição desse passivo ambiental através de sua transformação em um ativo. Assim, agrega-se valor a um coproduto, gerando impactos positivos tanto ambientais quanto econômicos.

Uma das aplicações do fosfogesso é na indústria cerâmica, porém para este uso é necessário que ocorra sua desidratação através do processo de aquecimento térmico, que dependendo de sua temperatura de operação, sintetiza produtos com características físicas diferentes.

2 OBJETIVOS

Serão elencados os objetivos deste relatório.

2.1 OBJETIVO GERAL

Quantificar a perda de água livre (umidade) e de cristalização (hidratação) no processo de desidratação do fosfogesso (sulfato de cálcio di-hidratado).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Elaborar curvas de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo em diferentes temperaturas, entre 120°C e 170°C;
- b) Encontrar uma correlação entre a temperatura de desidratação do fosfogesso e a resistência mecânica do produto reidratado;
- c) Propor a faixa de temperatura de operação do secador.

3 JUSTIFICATIVA E PROBLEMA

O fosfogesso é um coproduto gerado em grande quantidade pelas indústrias fosfateiras e o estudo de formas para sua utilização é de grande importância ambiental. Seu uso é amplo na agricultura como fertilizante e condicionador de solo e o estudo de sua aplicabilidade na indústria cerâmica é a cada dia mais difundido.

O fosfogesso, no caso em questão, é acondicionado em pilhas a céu aberto em sua forma di-hidratada, porém, quase sempre, para ser utilizado como insumo na indústria cerâmica é necessário que ocorra a desidratação para transformação em sulfato de cálcio hemi-hidratado, através da perda água de hidratação.

Um diferencial no controle de qualidade do produto seria fornecer uma informação numérica da perda de água, visto que este fator influenciará grandemente no desempenho do sulfato de cálcio hemi-hidratado no processo em que será aplicado posteriormente, interferindo em parâmetros como tempo de pega e resistência mecânica. Para que uma metodologia de análise rápida e de baixo custo seja obtida, primeiramente deve-se estudar o comportamento do produto em diferentes temperaturas e relacioná-las com alguns aspectos físicos, como a resistência mecânica.

Visto isso, surge a questão: **Como obter uma medição quantitativa da conversão do sulfato de cálcio di-hidratado em hemi-hidratado a fim de conhecer o comportamento do produto em diferentes temperaturas e propor uma faixa de operação para o secador?**

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Serão descritos os principais conceitos relacionados com o presente estudo.

4.1 FOSFOGESSO

O gesso pode ser obtido de diversas formas: natural ou sintética, via processo químico, como subproduto ou resíduo, sendo que esses últimos podem ser denominados de gessos químicos, a citar: borogesso, fluorgesso, dessulfogesso titanogesso e fosfogesso (CANUT, 2006). A gipsita é um mineral que pode ser utilizado de duas maneiras, em sua forma natural ou calcinada, sendo o seu estado calcinado conhecido comercialmente como gesso (BATISTA; NAKAMURA, 2018). O gesso é classificado como resíduo classe B, que são aqueles recicláveis para outras destinações, bem como plásticos, papel, papelão, metais, vidros, madeiras e embalagens vazias de tintas imobiliárias (CONAMA, 2015).

Objetivando a preservação das jazidas naturais de gesso e obtenção de um produto mais acessível, o uso do resíduo fosfogesso vem se tornando uma alternativa de substituição do gesso natural (gipsita) (CANUT, 2006; SCHADECK, 2017). O fosfogesso é o sulfato de cálcio hidratado que apresenta a mesma fórmula química da gipsita, possuindo propriedades físicas e químicas semelhantes (BORGES, 2011; CANUT, 2006; LIMA, 2019).

Segundo Canut (2006) o fosfogesso é referenciado na literatura técnica de várias maneiras, a citar: subproduto de gesso, gesso químico, resíduo de gesso, gesso agrícola e gesso sintético, sendo obtido a partir da fabricação de ácido fosfórico. É gerado na proporção de 4 a 6 toneladas para cada tonelada de ácido fosfórico produzido pela indústria de fertilizantes (BATISTA; NAKAMURA, 2018; CANUT, 2006). Este coproduto recebe esse nome por conter resíduos de fósforo em sua composição, em proporções que variam de 0,7% a 0,9% (NUERNBERG, RECH e BASSO, 2005 *apud* LIMA, 2019). A Figura 1 ilustra o processo de produção de ácido fosfórico.

Figura 1 – Processo de produção de P_2O_5 e geração do resíduo fosfogesso



Fonte: CANUT, 2006; PEREIRA, 2010.

A reação entre a rocha fosfática e o ácido sulfúrico pode ocorrer através de três diferentes processos: di-hidratado, hemidratado e hemi di-hidratado (CANUT, 2006). O processo di-hidratado é amplamente utilizado em todo o mundo, pois apresenta um custo relativamente baixo (CHANG e MANTELL, 1990 *apud* LIMA, 2019).

4.1.1 Fosfogesso e o meio ambiente

O fosfogesso é um coproduto sintetizado em grandes volumes nas indústrias de produção de fertilizantes, e a sua apropriada utilização evitará danos ambientais nas grandes áreas onde, geralmente, é acondicionado (CANUT, 2006).

Apenas 15% da produção mundial de fosfogesso é reciclada ou reutilizada como corretor de solo ou material de construção. O restante, ou seja, 85% são descartados diretamente no solo sem nenhum tipo de tratamento (BATISTA; NAKAMURA, 2018; SILVA; GIULIETTI, 2010; TAYIBI *et al.*, 2009).

No Brasil são reciclados em torno de 50% do fosfogesso, sendo o excedente acomodado em pilhas. Há, basicamente, três maneiras distintas de realizar o descarte deste coproduto: retorno à mina de extração de fosfato, empilhamento em áreas próximas às unidades de produção e descarregamento em rios e oceanos. Sendo que esta última vem caindo em desuso, devido ao impacto causado às localidades próximas ao descarte (SILVA; GIULIETTI, 2010).

Diferentes impactos ambientais podem ocorrer, de acordo com a forma de disposição do fosfogesso. Os impactos causados pela disposição deste coproduto no solo, por exemplo, podem abranger: poeiras, águas ácidas das lagoas de decantação, infiltração no solo e presença de impurezas. As impurezas podem incluir Al, P, F, Si, Fe, Mg, Mn, além de elementos traços (Ba, Cr, Se, Co, As, Zr, Cu, Pb, Zn, Ag, Ni, Cd, V, Cd, Sr, Hg), terras raras (Y, La, Ce, Nd, Sm,

Eu, Yb, Lu) e certos radionuclídeos naturais (U e Th). Outro ponto a ser considerado é o impacto visual das enormes pilhas de fosfogesso (SILVA; GIULIETTI, 2010).

4.2 SECAGEM

De acordo com Ferreira, Sousa e Carneiro (2019), o teor de água livre refere-se à umidade do material, indicando sua forma de armazenamento. No fosfogesso, o teor de água livre depende do tempo levado para drenagem nas pilhas e das condições de armazenamento (coberto ou a céu aberto, por exemplo), e pode ser determinado pela secagem do material em uma temperatura de, no máximo 60°C, evitando assim perda da água de hidratação (LIMA, 2019; PEREIRA, 2010).

4.3 CALCINAÇÃO

A calcinação é um processo endotérmico que se refere ao tratamento térmico de qualquer substância no estado sólido, possuindo elevada importância industrial na produção de diversos materiais, como cal, gesso, cimento, alumina, etc. (CAMPOS *et al.*, 2018).

De acordo com Canut (2006, p. 31) “a calcinação é o processo de aquecimento térmico pelo qual a gipsita é desidratada.” Neste processo o material é submetido a uma faixa de temperatura entre 140°C a 160°C, quando se deseja obter o hemidrato (sulfato de cálcio hemi-hidratado) (BARBOSA *et al.*, 2014; BATISTA; NAKAMURA, 2018; CANUT, 2006; GRACIOLI, 2016).

Segundo Canut (2006), a Equação 1 representa a transformação da gipsita (sulfato de cálcio di-hidratado) em bassanita (sulfato de cálcio hemi-hidratado), e refere-se a sua desidratação parcial.



Já a anidrita III ou anidrita solúvel pode ser obtida nas faixas de temperaturas de 160°C a 250°C e pode conter água de cristalização em baixo teor. Já a calcinação em temperaturas entre 250°C a 800°C transforma a anidrita III em anidrita II (CaSO₄). Por fim, a anidrita I (CaSO₄) só é obtida em temperaturas superiores a 800°C (CANUT, 2006).

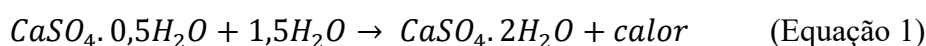
De acordo com o processo de calcinação da gipsita, tem-se variedades distintas de hemidrato conhecidas como gesso beta (β) ou alfa (α) (BATISTA; NAKAMURA, 2018;

CAMPOS *et al.*, 2018; SCHADECK, 2017). De acordo com Canut (2006), o gesso conhecido como hemidrato beta (β) é obtido através de calcinação a seco sob pressão atmosférica ou baixa pressão, e é utilizado na indústria da construção civil, cerâmica e de modelagem. Já o hemidrato alfa (α) é obtido com a calcinação em autoclave, em alta pressão, passando por uma modificação morfológica e dentre suas aplicações estão a utilização para matrizes na indústria cerâmica, ortopedia, odontologia e na indústria automobilística (BALTAR *et al*, 2003 *apud* CANUT, 2006).

Schadeck (2017), em seus estudos, constatou que a temperatura de beneficiamento para obtenção de hemidrato a partir do sulfato de cálcio di-hidratado presente no fosfogesso é de 150°C. Porém, segundo Batista e Nakamura (2018), a composição do fosfogesso sofre variação conforme seu processo de geração e presença de impurezas. Logo, de acordo com o tipo de fosfogesso estudado e analisado poderá haver alteração neste valor de temperatura.

4.4 HIDRATAÇÃO E TEMPO DE PEGA

O fenômeno de hidratação do gesso ocorre a partir do contato deste com a água. Então, o gesso dissolve-se, formando uma solução supersaturada de íons SO_4^{2-} e Ca^{2+} , ocasionando uma reação química exotérmica e ocorrendo a formação de cristais de dihidrato. A hidratação do gesso pode ser observada através da reação química expressa pela Equação 2 (CANUT, 2006).



Em relação a pega do gesso, sua velocidade está intrinsecamente relacionada com dois fatores: temperatura e tempo de calcinação. O material super cozido, por exemplo, composto predominantemente de sulfato de cálcio anidrito, não possui pega (CANUT, 2006).

A relação água/gesso é o parâmetro de maior interferência na cinética da reação de hidratação e, por conseguinte, na pega do gesso. De acordo com Antunes (1999) *apud* Canut (2006, p. 37), “quanto maior a quantidade de água de amassamento, maior o intervalo de tempo necessário para saturar a solução.”

Os tempos de início e fim de pega, para as diferentes classificações do gesso para construção civil, constam na NBR 13207 e podem ser vistos no Anexo A.

Atualmente não existem normas específicas para o uso do fosfogesso (BATISTA; NAKAMURA, 2018; CANUT, 2006). Assim, de acordo com Canut (2006, p. 49), “a falta de

normatização e prescrições técnicas referentes ao resíduo fosfogesso, aliada à sua similaridade com o gesso induz com que as normas técnicas referentes focadas no gesso sejam consultadas e acessadas quando se trata de avaliar o resíduo.”

4.5 DUREZA E RESISTÊNCIA MECÂNICA

Dias e Cincotto (1995) *apud* Ferreira, Sousa e Carneiro (2019) explicam a respeito das propriedades do gesso em seu estado endurecido, elucidando que a importância da determinação da dureza é justificada pela indispensabilidade da avaliação das qualidades mecânicas do revestimento e a sua capacidade de receber acabamentos.

Canut (2006, p. 43), aduz que “resistência dos pré-moldados e produtos à base de gesso consiste da manutenção de integridade das mesmas quando submetidas a esforços, sejam eles de tração, compressão, cisalhamento ou até mesmo impacto e desgaste.”

A NBR 12129 aduz sobre a aparelhagem requerida para determinação da dureza e da resistência a compressão para o gesso, sendo que ambos os equipamentos são tipos de prensas de ensaio específicas para cada propriedade mecânica citada.

5 METODOLOGIA

Será descrita a metodologia utilizada em todos os testes, desde o preparo das amostras até os métodos utilizados por laboratórios terceiros para realização de análises instrumentais.

5.1 PREPARO DAS AMOSTRAS

Pesou-se 3 kg de fosfogesso *in natura*, que foi previamente moído em moinho de martelos e posteriormente desintegrado ainda mais com auxílio de um pistilo, e levou-se à secagem em estufa à 55°C por 48 horas. Ao término deste período, pesou-se novamente para cálculo do teor de umidade e peneirou-se a amostra em malha de 1 mm de abertura. A amostra preparada foi utilizada para todos os ensaios e análises efetuadas.

5.2 DESIDRATAÇÃO

Foram efetuados testes de desidratação do fosfogesso seco em diferentes temperaturas. Os ensaios foram divididos em duas sessões de experimentos, sendo que a primeira sessão objetivou a construção de uma curva de perda de água do material ao longo do tempo, variando as temperaturas de 120°C a 170°C e na segunda sessão utilizou-se temperaturas superiores, variando de 180°C a 300°C. Para ambos os experimentos utilizou-se cadinho, balança analítica, espátula de alumínio e dessecador. Além desses materiais, para os testes com temperaturas entre 120°C e 170°C usou-se placas de Petri e estufa e para os testes entre 180°C e 300°C utilizou-se uma mufla.

5.2.1 Desidratação de 120°C a 170°C

Pesou-se 5g de fosfogesso seco, com auxílio de uma balança analítica e de uma espátula de alumínio, em placas de Petri e cadinhos de porcelana, em duplicata.

Colocou-se em uma estufa os dois cadinhos, na temperatura de 120°C, deixou-se 10 minutos, colocou-se no dessecador durante 10 minutos para resfriamento e posterior pesagem. O procedimento foi repetido durante 180 minutos de aquecimento, totalizando 360 minutos de experimento. O referido experimento foi repetido por duas vezes, para as temperaturas de 120°C, 130°C, 140°C, 150°C, 160°C e 170°C. Simultaneamente, realizou-se o experimento utilizando-se duas placas de Petri nas mesmas condições descritas anteriormente.

Os dados coletados, da variação de massa ao longo do tempo, foram convertidos em quantidade de água evaporada e construiu-se curvas de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo em todas as temperaturas estudadas.

5.2.2 Desidratação de 180°C a 300°C

Pesou-se 5g de fosfogesso seco, com auxílio de uma balança analítica e uma espátula de alumínio em cadinhos de porcelana, em duplicata. Colocou-se os cadinhos na mufla, na temperatura de 180°C e deixou-se por 2 horas. Após a desidratação, colocou-se no dessecador durante 2 horas para resfriamento e posterior pesagem. O procedimento foi repetido para as temperaturas de 200°C, 220°C, 240°C, 260°C, 280°C e 300°C.

Os dados coletados da variação de massa nos tempos iniciais e finais foram convertidos em quantidade de água evaporada.

5.3 TESTES DE HIDRATAÇÃO

Para as temperaturas de 120°C a 170°C efetuou-se testes de hidratação do fosfogesso desidratado. Para tal, pesou-se 4 g de fosfogesso e 4 g de água em um copo de plástico, que serviu como molde para a produção dos corpos de prova. Com auxílio de uma espátula, misturou-se o fosfogesso com a água formando uma pasta. Deixou-se em repouso por 45 minutos e desenformou-se, quando possível, os corpos de prova.

5.4 TESTES DE RESISTÊNCIA MECÂNICA

Após o decorrer dos 45 minutos, desenformou-se (caso ocorresse o endurecimento) e pesou-se os corpos de prova, para as amostras desidratadas entre 120°C e 170°C. Em cada corpo de prova marcou-se o centro e aplicou-se uma força, através de um êmbolo acoplado a uma balança medidora da resistência (Figura 2) e mediu-se a força necessária para a quebra do corpo de prova, em quilograma-força. As etapas de preparação para os testes de resistência mecânica foram divididas em etapa I e II, sendo que na primeira desenformou-se o corpo de prova e na segunda marcou-se seu centro com auxílio de uma régua.

Figura 2 – Balança medidora de resistência



Fonte: A autora, 2020.

5.5 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

A análise termogravimétrica (TGA) foi efetuada pelo laboratório Central Analítica da USP em uma amostra de fosfogesso *in natura*. A faixa de temperatura analisada variou de 0°C a 950°C com taxa de aquecimento de 0,1°C/min.

5.6 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

O estudo foi realizado pelo Laboratório de Caracterização Tecnológica (LCT) da USP, através do método do pó, empregando-se o difratômetro de raios-X com detector sensível a posição. A identificação das fases cristalinas foi obtida por comparação do difratograma da amostra com os bancos de dados PDF2 do ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) e ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*). Já a quantificação das fases foi efetuada pelo método de Rietveld utilizando as estruturas cristalinas do ICSD. Uma das amostras a ser analisada foi desidratada a 150°C e a outra seca à 55°C.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados e discussões dos experimentos e análises laboratoriais são apresentados a seguir.

6.1 SECAGEM

A quantidade de água evaporada após 48 horas de secagem em estufa foi de 13,75% na temperatura de 55°C. Esta etapa objetivou a completa remoção da água de umidade contida no fosfogesso. A fim de homogeneizar a amostra, peneirou-se em malha de 1 mm de abertura, obtendo-se um pó fino e uniforme. Todas as etapas de preparação da amostra podem ser visualizadas na Figura 3.

Figura 3 – (A) Fosfogesso *in natura*; (B) Fosfogesso após a secagem; (C) Fosfogesso seco após peneiramento



Fonte: A autora, 2020.

6.2 DESIDRATAÇÃO

Partindo dos valores das massa molares constantes na Tabela 1, calculou-se a quantidade de água evaporada teórica no processo de conversão do sulfato de cálcio di-hidratado em sulfato de cálcio hemi-hidratado, chegando-se ao valor de 15,68%, de acordo com a relação estequiométrica. Além disso, as faixas de temperatura para a desidratação foram escolhidas baseando-se nas literaturas anteriormente citadas.

Tabela 1 – Massas molares

Composto	Fórmula química	Massa molar
Sulfato de cálcio	CaSO ₄	136,14 g/mol
Sulfato de cálcio di-hidratado	CaSO ₄ .2H ₂ O	172,14 g/mol
Sulfato de cálcio hemi-hidratado	CaSO ₄ .0,5H ₂ O	145, 14 g/mol
Água	H ₂ O	18 g/mol

Fonte: A autora, 2020.

6.2.1 Desidratação de 120°C a 170°C

Os resultados de perda de água para a desidratação em placa de Petri e cadinho foram obtidos através da média dos 4 experimentos realizados em cada temperatura. Segundo Martins (2013, p.1) “o desvio padrão é uma medida que só pode assumir valores não negativos e quanto maior for o seu valor, maior será a dispersão dos dados”. Ou seja, quanto mais próximo de zero for o resultado, maior a homogeneidade das informações, e os resultados obtidos apontam uma elevada homogeneidade para a água evaporada entre os dados coletados, sendo que o maior desvio padrão encontrado foi de 1,5%, no tempo de 20 minutos para a temperatura de 150°C. Os valores de média (X) do percentual de água evaporada e desvio padrão (S) em placa de Petri para o conjunto de dados dos 4 experimentos, em cada tempo e temperatura, podem ser observados na Tabela 2.

Tabela 2 – Porcentagem de água evaporada de 120°C a 170°C em placa de Petri

t (min)	% água evaporada											
	120°C		130°C		140°C		150°C		160°C		170°C	
	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	0,15	0,08	0,87	0,26	3,03	0,55	4,51	1,00	6,63	1,22	8,57	0,91
20	0,64	0,19	2,69	0,59	6,18	0,84	8,87	1,50	11,33	1,35	13,50	0,49
30	1,39	0,32	4,66	0,75	9,20	0,66	11,92	1,34	14,22	1,09	16,01	0,53
40	2,42	0,37	6,53	0,88	11,28	0,57	13,77	1,09	15,91	0,83	17,22	0,39
50	3,39	0,38	8,21	1,10	12,70	0,54	14,87	0,83	16,84	0,52	17,76	0,22
60	4,54	0,42	9,80	1,40	13,70	0,48	15,73	0,73	17,36	0,29	17,89	0,18
70	5,72	0,55	10,94	1,41	14,38	0,38	16,28	0,64	17,68	0,13	17,99	0,11
80	6,84	0,70	11,82	1,44	14,97	0,36	16,72	0,56	17,84	0,10	18,02	0,16
90	7,91	0,73	12,46	1,35	15,28	0,47	17,05	0,46	17,83	0,09	18,04	0,15
100	8,87	0,78	13,01	1,30	15,63	0,55	17,22	0,37	17,91	0,13	18,08	0,10
110	9,73	0,75	13,50	1,20	15,86	0,64	17,34	0,30	17,96	0,18	18,07	0,08
120	10,46	0,67	13,77	1,09	16,05	0,65	17,36	0,22	18,04	0,17	18,08	0,07
130	11,10	0,60	14,00	1,06	16,22	0,62	17,41	0,16	18,04	0,17	18,03	0,08
140	11,64	0,56	14,20	1,05	16,37	0,59	17,46	0,17	18,06	0,14	18,06	0,08

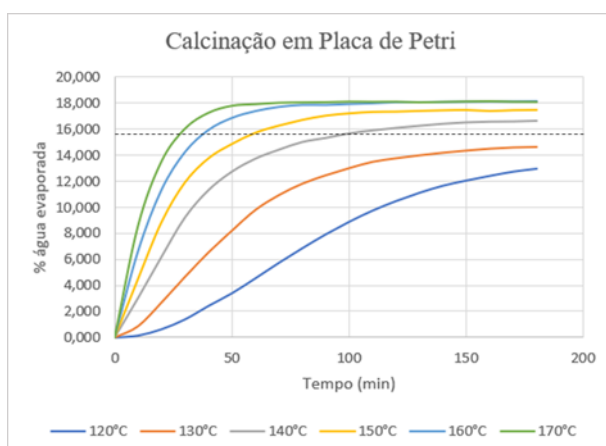
150	12,04	0,50	14,36	1,02	16,48	0,59	17,48	0,13	18,09	0,16	18,09	0,08
160	12,39	0,45	14,51	1,01	16,53	0,56	17,41	0,11	18,10	0,12	18,11	0,09
170	12,72	0,38	14,60	0,97	16,55	0,63	17,47	0,15	18,10	0,07	18,07	0,08
180	12,94	0,35	14,64	1,02	16,60	0,61	17,49	0,10	18,12	0,11	18,06	0,08

Fonte: A autora, 2020.

Com o valor de água evaporado teórico calculado, avaliou-se a perda de água ao longo do tempo para cada temperatura estudada. Evidenciou-se que nas temperaturas de 120°C e 130°C não ocorreu a conversão à sulfato de cálcio hemi-hidratado durante o tempo de estudo, já que as porcentagens no tempo 180 minutos apresentaram valores de 12,94% e 14,64%, respectivamente. Já na faixa de temperatura compreendida entre 140°C e 170°C comprovou-se a conversão, já que em todas as temperaturas dessa faixa, ocorreu perda de água superior a 15,68%. Porém observa-se que o tempo de desidratação para estas temperaturas deve ser inferior a 180 minutos, visto que o percentual de perda de água necessário para conversão de fosfogesso di-hidratado em hemi-hidratado é de 15,68%, porcentagem essa que foi atingida nos tempos de 110, 60, 40 e 30 minutos (em destaque na Tabela 2) para as temperaturas de 140°C, 150°C, 160°C e 170°C, respectivamente.

A Figura 4 mostra a curva de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo, em todas as temperaturas de estudo, em placa de Petri. Observa-se que as curvas resultantes da desidratação entre 140°C a 170°C, respeitados os tempos de conversão, evidenciam essas temperaturas como adequadas para conversão do produto estudado e nas condições estudadas.

Figura 4 – Curva de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo entre 120°C e 170°C em placa de Petri.



Nota: a linha pontilhada refere-se ao valor de perda de água teórica, ou seja, 15,68%.

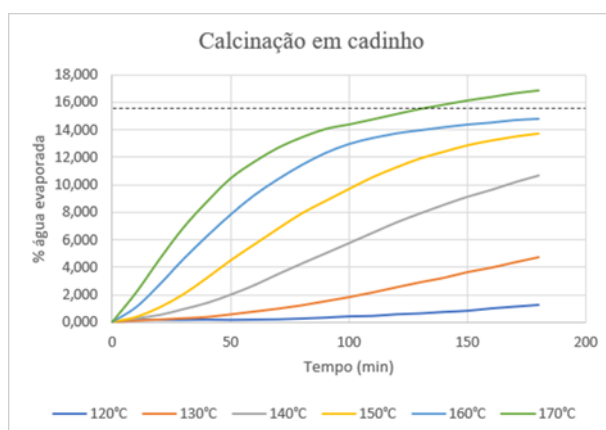
Fonte: A autora, 2020.

Os resultados para a desidratação em cadinho também foram obtidos através da média (X) dos 4 experimentos e podem ser observados no Apêndice A que também mostra o desvio padrão (S) encontrado entre os experimentos, em cada temperatura.

A Figura 5 mostra a curva de perda de água ao longo do tempo em cadinho, com destaque para a curva de 170°C, na cor verde, que foi a única que alcançou a marcação de perda de água teórica (15,68%).

O Apêndice B ilustra todas as amostras obtidas após a desidratação entre 120°C e 170°C em placa de Petri e cadinho.

Figura 5 – Curva de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo entre 120°C e 170°C em cadinho.



Nota: a linha pontilhada refere-se ao valor de perda de água teórica, ou seja, 15,68%.

Fonte: A autora, 2020.

Pode-se observar que há uma diferença significativa entre a desidratação em cadinho e placa de Petri. Este fato deve-se a área superficial dos dois recipientes. A placa de Petri possui uma área superficial maior, logo a água contida no fosfogesso evapora com maior facilidade do que no cadinho, que apresenta uma abertura menor e uma maior camada de produto, o que dificulta a evaporação da água.

Partindo desse diferencial, é possível pontuar que o fenômeno de evaporação, que ocorre no secador usado no processo industrial da referida empresa, é similar ao processo físico que ocorre na placa de Petri, visto que o mesmo acontece através de movimento rotatório no equipamento da linha de produção.

6.2.2 Desidratação de 180°C a 300°C

Os resultados obtidos evidenciaram que a perda de água encontrada nas faixas de temperatura de 180°C a 300°C, no tempo de 2 horas e nas condições do estudo, é superior a perda de água teórica para conversão do fosfogesso di-hidratado em hemi-hidratado, ou seja, 15,68 %, em todas as temperaturas estudadas. Os resultados apresentam-se na Tabela 3.

Tabela 3 – Porcentagem de água evaporada em 180°C a 300°C

Temperatura (°C)	Cadinho (n°)	% água evaporada	Média água evaporada (%)
180	1	17,88	17,90
	2	17,92	
200	1	18,40	18,39
	2	18,38	
220	1	18,46	18,45
	2	18,44	
240	1	18,50	18,53
	2	18,56	
260	1	18,48	18,51
	2	18,54	
280	1	19,06	18,96
	2	18,86	
300	1	19,06	19,09
	2	19,12	

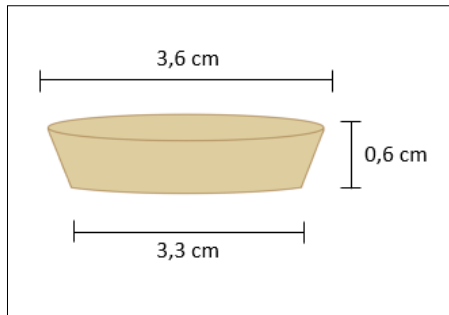
Fonte: A autora, 2020.

De acordo com Canut (2006), nessas faixas de temperaturas testadas pode ter ocorrido a formação de anidrita III (160°C – 250°C) ou anidrita II (250°C – 800°C). Para essas temperaturas, notou-se uma coloração mais avermelhada do que as obtidas nos testes de desidratação entre 120°C e 170°C.

6.3 TESTE DE HIDRATAÇÃO

Ao entrar em contato com a água, o fosfogesso se reidrata, formando uma pasta, e quando ocorre a conversão do dihidrato em hemidrato, ele endurece após alguns minutos. Ao fim da mistura do gesso com a água a pasta ficou depositada no fim do copo plástico, iniciando a formação do corpo de prova que foi testado posteriormente. O corpo de prova, ao fim do processo de reidratação, apresentou medidas aproximadas que podem ser vistas na Figura 6. O apêndice C traz o registro fotográfico de todas as amostras submetidas à hidratação.

Figura 6 – Representação do corpo de prova com marcação de diâmetros e altura (vista lateral)



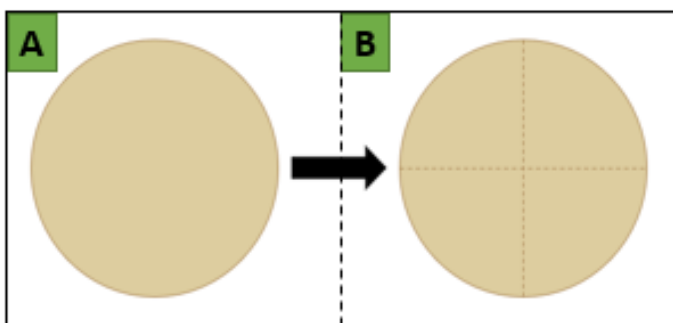
Fonte: A autora, 2020.

Segundo NBR 13207 (1994), o tempo final de pega deverá ser de até 45 minutos. Logo, este foi o tempo parametrizado para realização dos testes de hidratação, visto que não se objetivou a determinação do tempo de pega e sim apenas a tentativa da elaboração de um teste rápido para uso interno do controle de qualidade.

6.4 TESTE DE RESISTÊNCIA MECÂNICA

Decorridos os 45 minutos de repouso da pasta de fosfogesso, iniciou-se as etapas de preparação para os testes de resistência mecânica. Na etapa I, desenformou-se os corpos de prova, obtendo-se corpos sólidos em formato similar a uma moeda, que podem ser vistos no Apêndice D. Na etapa II, o centro do corpo de prova foi demarcado a fim de que a força do êmbolo da balança medidora de resistência fosse distribuída uniformemente em toda a superfície e o registro fotográfico desta etapa está disposto no Apêndice E. A representação das etapas de preparação para os testes de resistência mecânica consta na Figura 7.

Figura 7 – Preparação para os testes de resistência mecânica: (A) etapa I; (B) etapa II.



Fonte: A autora, 2020.

Pelo fato de o laboratório utilizado não possuir equipamento específico para os ensaios de dureza e resistência mecânica descritos na norma para gesso, foi utilizado o equipamento

disponível, uma balança medidora de resistência, que fornece resultados em quilograma-força. Os resultados de resistência mecânica obtidos, após a submissão dos corpos de prova à compressão apresentam-se na Tabela 4 e Tabela 5 para placa de Petri e cadinho, respectivamente, bem como podem ser visualizados os valores de média, desvio padrão e coeficiente de correlação de Pearson resultantes do tratamento estatístico. Já o registro fotográfico dos corpos de prova após os testes de resistência mecânica, encontram-se no Apêndice F.

Tabela 4 – Resistência mecânica em placa de Petri

Resistência mecânica em Placa de Petri (kgf)						
Temperatura	P1	P2	P3	P4	Média	Desvio Padrão
120	3,053	3,119	1,741	2,767	2,670	0,638
130	3,436	3,136	3,972	3,507	3,513	0,346
140	4,921	5,799	3,564	3,703	4,497	1,061
150	4,466	5,036	3,700	2,247	3,862	1,208
160	1,568	2,269	3,960	3,996	2,948	1,223
170	3,266	3,494	2,311	5,055	3,532	1,138
r (Pearson)	-0,227	-0,060	0,167	0,625		

Fonte: A autora, 2020.

Tabela 5 – Resistência mecânica em cadinho

Resistência mecânica em Cadinho (kgf)						
Temperatura	C1	C2	C3	C4	Média	Desvio Padrão
120	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
130	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
140	1,748	1,722	0,659	0,628	1,189	0,630
150	3,803	2,854	3,469	4,259	3,596	0,591
160	4,159	5,259	3,189	4,100	4,177	0,847
170	5,716	3,996	5,045	2,959	4,429	1,209
r (Pearson)	0,977	0,922	0,945	0,815		

Fonte: A autora, 2020.

O coeficiente de Pearson, também denominado coeficiente de correlação ou correlação para os pares de variáveis, determina o grau de relação entre duas variáveis, sendo um número que varia entre -1 e 1 e que expressa o grau de dependência entre duas variáveis quantitativas. Quando negativo, indica que uma variável diminui com o aumento da outra, já quando positivo expressa que uma variável aumenta com o aumento da outra (JOHNSON; WICHERN, 2007 *apud* LORDELO *et al.*, 2018). Segundo Figueiredo Filho *et al.* (2014, p.69), “quanto mais perto

de 1 mais forte é o nível de associação linear entre as variáveis. Quanto mais perto de zero, menor é o nível de associação.”

Em se tratando de cadinho, o valor do coeficiente demonstrou, no geral, uma correlação classificada como forte entre temperatura e resistência mecânica. Já para a placa de Petri, que é o experimento que mais se aproxima do fenômeno que ocorre no secador industrial, com o cálculo do coeficiente de correlação de Pearson, encontrou-se uma correlação classificada como fraca (distante de 1). Logo, evidenciou-se que os dados não são conclusivos para apontar uma correlação entre a temperatura de desidratação e a resistência mecânica do corpo de prova.

Para melhor visualização dos resultados, os dados foram transformados em gráficos de barras, que podem ser vistos no Gráfico 1 do Apêndice G para placa de Petri e no Gráfico 2 também do Apêndice G para cadinho.

6.5 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA

A análise termogravimétrica, na qual uma amostra de fosfogesso *in natura* foi submetida, apresentou resultados satisfatórios no aspecto de conhecer o comportamento do produto ao longo do tempo, em uma faixa de temperaturas muito mais ampla do que as testadas em bancada, porém insatisfatória para a análise da temperatura de conversão do sulfato de cálcio di-hidratado em hemi-hidratado. Este resultado deve-se ao fato que o pico na temperatura de 118,05°C, possivelmente de perda de água livre, apresentou-se demasiadamente longo, impedindo a correta leitura dos demais pontos, a citar: conversão de sulfato de cálcio di-hidratado em hemi-hidratado, de anidrita III em anidrita II e de anidrita II em anidrita I.

É possível observar um pequeno pico na faixa de temperatura entre 350°C e 370°C, aproximadamente, que, muito possivelmente, representa a conversão de anidrita III em anidrita II. Já para conversão de sulfato de cálcio di-hidratado em hemi-hidratado observa-se apenas um pequeno “tremor” nas linhas, o que inviabiliza a avaliação precisa dos resultados. O resultado da análise pode ser observado no Anexo B.

6.6 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

O difratograma (cor vermelha), no qual foram assinaladas as linhas de difração correspondentes às fases identificadas (cores distintas), pode ser visualizado na Figura 1 do Anexo C para o fosfogesso seco e na Figura 2 do Anexo C para a amostra desidratada à 150°C.

Já os difratogramas diferenciais obtidos através do refinamento por Rietveld constam no Anexo D, na Figura 1 e Figura 2 para o fosfogesso seco e desidratado, respectivamente.

6.6.1 Fosfogesso seco

Os resultados obtidos na difratometria de raios-X para o fosfogesso seco constam na Tabela 6.

Tabela 6 – Resultado DRX fosfogesso seco

ICDD	Mineral	Fórmula Química	% estimada
01-074-1433	Gipsita	$\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot (\text{H}_2\text{O})_2$	100
01-085-0798	Quartzo	SiO_2	pp
98-003-3984	Bassanita	$\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot (\text{H}_2\text{O})_{0,5}$	pp
01-087-2481	Clintonita	$\text{Ca}(\text{Al}_{3,48}\text{Fe}_{0,11}\text{Mg}_{2,21})\text{Si}_{1,2}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	pp

Nota: pp = possível presença (teor inferior a 1%)

Fonte: Análise de difratometria de raios-X realizada pelo laboratório de caracterização mineralógica (LCT) da Universidade de São Paulo, 2020.

Os resultados obtidos evidenciaram que o material utilizado para os testes de desidratação era constituído 100% por gipsita, ou seja, sulfato de cálcio di-hidratado, estando em concordância com o resultado esperado, visto que a amostra preparada havia perdido apenas água de umidade.

6.6.2 Fosfogesso desidratado

A amostra para efetuação da análise de raios-X foi desidratada a 150°C, por tratar-se da temperatura média de transformação do sulfato de cálcio di-hidrato em hemi-hidrato, conforme literaturas consultadas e de estudos promissores anteriores. Os resultados obtidos para o fosfogesso desidratado constam na Tabela 7.

Tabela 7 – Resultado DRX fosfogesso desidratado

ICDD	Mineral	Fórmula Química	% estimada
98-003-3984	Bassanita	$\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot (\text{H}_2\text{O})_{0,5}$	99
01-085-0798	Quartzo	SiO_2	1
01-074-1433	Gipsita	$\text{Ca}(\text{SO}_4) \cdot (\text{H}_2\text{O})_2$	pp
01-087-2481	Clintonita	$\text{Ca}(\text{Al}_{3,48}\text{Fe}_{0,11}\text{Mg}_{2,21})\text{Si}_{1,2}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	pp

Nota: pp = possível presença (teor inferior a 1%)

Fonte: Análise de difratometria de raios-X realizada pelo laboratório de caracterização mineralógica (LCT) da Universidade de São Paulo, 2020.

Através do resultado obtido evidenciou-se que na temperatura de 150°C, 99% da amostra transformou-se em fosfogesso hemi-hidratado (bassanita). Assim, constatou-se que nessa temperatura, que se encontra dentre as faixas de temperatura onde foi evidenciada a conversão através de testes de bancada (140°C – 170°C), ocorre a conversão do sulfato de cálcio di-hidratado em hemi-hidratado.

6.7 ACOMPANHAMENTO PRELIMINAR EM ESCALA INDUSTRIAL

Foi realizado um acompanhamento preliminar da produção observando as temperaturas de funcionamento do secador, e observou-se que o equipamento consegue produzir em tempo razoável, na temperatura de 150°C ($\pm 5^\circ\text{C}$). A desidratação foi comprovada através dos testes de hidratação, que resultaram em produtos sólidos ao final do tempo de 45 minutos, conforme Figura 8.

Figura 8 – Amostras de fosfogesso desidratado da produção



Fonte: A autora, 2020.

Porém, mesmo com esta constatação inicial em escala industrial, deve-se efetuar um acompanhamento mais prolongado, a fim de obter uma maior precisão dos resultados. Além disso, futuramente, pode-se efetuar uma avaliação da viabilidade econômica referente ao aumento da temperatura do secador, visando realizar a operação de desidratação em menos tempo. O estudo e avaliação do tipo de secador utilizado no processo de desidratação parcial também é de grande valia para continuidade desse trabalho.

7 CONCLUSÃO

Com o presente trabalho foi possível estudar e analisar, a partir de diferentes métodos, a temperatura de desidratação do fosfogesso. Através de experimentos laboratoriais, construiu-se curvas, em seis temperaturas distintas, de perda de água do fosfogesso ao longo do tempo, comparou-se as perdas de água de hidratação com o percentual teórico calculado, evidenciando-se uma faixa de temperaturas de conversão do produto.

Além disso, efetuou-se testes de hidratação e resistência mecânica em todas as amostras do produto desidratado, de 120°C a 170°C, demonstrando que não foi possível estabelecer uma correlação precisa, diante ao número de experimentos realizados e de variáveis fora de controle, entre as temperaturas de desidratação e a resistência mecânica. Assim, deve-se efetuar estudos posteriores controlando variáveis como qualidade da água e estabilidade da energia elétrica da estufa, para o possível desenvolvimento de uma correlação entre resistência mecânica e temperatura.

Elucida-se também que, com embasamento técnico-científico, uma faixa de temperatura, para o equipamento industrial utilizado na empresa onde realizou-se o estágio, foi proposta, sendo esta de 140°C a 170°C. Por meio da análise de difratometria de raios-X, apontou-se que quando o produto é desidratado em 150°C, ocorre 99% da sua conversão em bassanita (sulfato de cálcio hemi-hidratado). Partindo deste resultado, fez-se um teste preliminar em secador rotatório industrial, na temperatura de 150°C ($\pm 5^\circ\text{C}$) alcançando-se resultados satisfatórios.

Logo, evidenciou-se a importância de estudar as temperaturas de desidratação do fosfogesso a fim de evitar perdas desnecessárias de energia e/ou de produto fora de especificação, tratando-se de escala industrial. Além disso, este estudo poderá servir como base para a formulação de uma metodologia de análise do laboratório de controle de qualidade, com a finalidade de fornecer aos clientes um valor numérico da perda de água do produto.

REFERÊNCIAS

ABNT. NBR 13207. **Gesso para construção civil**. 1 ed. Rio de Janeiro, 1994.

ABNT. NBR 12129. **Gesso para construção: determinação das propriedades mecânicas**. 1 ed. Rio de Janeiro, 1991.

BARBOSA, A. A. *et al.* Caracterização química, mecânica e morfológica do gesso obtido do pólo do Araripe. **Cerâmica**, [S.L.], v. 60, n. 356, p. 501-508, dez. 2014. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000400007>. Disponível em: <https://www.scielo.br/pdf/ce/v60n356/v60n356a07.pdf>. Acesso em: 08 set. 2020.

BATISTA, Aline Cristina; NAKAMURA, Fernanda Satiko. **Viabilidade técnica da utilização de diferentes proporções de gesso e fosfogesso como material de construção**. 2018. 67 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2018. Disponível em: http://repositorio.roca.utfpr.edu.br/jspui/bitstream/1/9797/1/CT_COECI_2018_1_01.pdf. Acesso em: 19 ago. 2020.

BORGES, Renata Coura. **Caracterização química e radiológica do fosfogesso de Imbituba-SC e aspectos ambientais do uso na recuperação de solos agrícolas**. 2011. 231 f. Tese (Doutorado) - Curso de Geociências, Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2011. Disponível em: <https://app.uff.br/riuff/handle/1/6057>. Acesso em: 23 out. 2020.

CAMPOS, Antonio Rodrigues de *et al.* Calcinação. In: LUZ, Adão Benvindo da; FRANÇA, Silvia Cristina Alves; BRAGA, Paulo Fernando Almeida. **Tratamento de minérios**. 6. ed. Rio de Janeiro: Cetem/mctic, 2018. p. 727-752. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/2186>. Acesso em: 31 ago. 2020.

CANUT, Mariana Moreira Cavalcanti. **Estudo da viabilidade do uso do resíduo fosfogesso como material de construção**. 2006. 154 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-Graduação em Construção Civil, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006. Disponível em: https://repositorio.ufmg.br/bitstream/1843/ISMS-6X6R77/1/disserta__o_final1.pdf. Acesso em: 13 set. 2020.

CONAMA. **Resolução N° 469, de 29 de Julho de 2015**. [S.I.], 30 jul. 2015.

FERREIRA, Fernanda Cavalcanti; SOUSA, José Getulio Gomes de; CARNEIRO, Arnaldo Manoel Pereira. Caracterização mecânica do gesso para revestimento produzido no Polo Gesso do Araripe. **Ambiente Construído**, [S.L.], v. 19, n. 4, p. 207-221, dez. 2019. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212019000400352>. Disponível em: <https://www.scielo.br/pdf/ac/v19n4/1678-8621-ac-19-04-0207.pdf>. Acesso em: 13 set. 2020.

FIGUEIREDO FILHO, Dalson Britto *et al.* Desvendando os Mistérios do Coeficiente de Correlação de Pearson: O retorno. **Leviathan**, [S.I.], v. 8, n. 1, p. 66-95, abr. 2014. Disponível em: <https://www.revistas.usp.br/leviathan/article/view/132346/128489>. Acesso em: 25 nov. 2020.

GRACIOLI, Bruna. **Influência da temperatura de calcinação do fosfogesso no desempenho de cimentos supersulfatados**. 2016. 109 f. Dissertação (Mestrado em

Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, 2016. Disponível em: <http://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/1769>. Acesso em: 13 set. 2020.

LIMA, Monalisa Toledo de. **Influência da adição de Gesso e Fosfogesso no Tempo de Pega do Cimento Portland**. 2019. 51 f. Monografia (Especialização) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2019. Disponível em: https://www.monografias.ufop.br/bitstream/35400000/2080/3/MONOGRRAFIA_Influ%C3%AanciaAdi%C3%A7%C3%A3oGesso.pdf. Acesso em: 13 set. 2020.

LORDELO, Lidiane Mendes Kruschewsky *et al.* Análise Fatorial por Meio da Matriz de Correlação de Pearson e Policórica no Campo das Cisternas. **E&S Engineering And Science**, [S.L.], v. 7, n. 1, p. 58-70, 1 abr. 2018. Universidade Federal de Mato Grosso. <http://dx.doi.org/10.18607/es201875266>. Disponível em: <https://periodicoscientificos.ufmt.br/ojs/index.php/eng/article/view/5266>. Acesso em: 25 nov. 2020.

MARTINS, Maria Eugénia Graça. Desvio padrão amostral. **Revista de Ciência Elementar**, [S.I.], v. 1, n. 1, p. 1-1, out. 2013. Disponível em: https://www.fc.up.pt/pessoas/jfgomes/pdf/vol_1_num_1_18_art_desvioPadraoAmostrai.pdf. Acesso em: 20 nov. 2020.

PEREIRA, Raquel Ramos. **Incorporação do fosfogesso como substituto do gesso natural no processo de fabrico de cimento Portland**. 2010. 135 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química e Bioquímica, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2010. Disponível em: https://run.unl.pt/bitstream/10362/8533/1/Pereira_2010.pdf. Acesso em: 20 nov. 2020.

SCHADECK, João Domingos. **Análise comparativa entre as características químicas do gesso e do fosfogesso após beneficiamento térmico**. 2017. 51 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Civil, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2017. Disponível em: <http://repositorio.roca.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/9068>. Acesso em: 13 set. 2020.

SILVA, Roberto Mattioli; GIULIETTI, Marco. Fosfogesso: geração, destino e desafios. In: CETEM. **Agrominerais para o Brasil**. Rio de Janeiro: 2010. p. 125-144. Disponível em: <https://www.cetem.gov.br/agrominerais/novolivro/cap7.pdf>. Acesso em: 19 set. 2020.

TAYIBI, Hanan *et al.* Environmental impact and management of phosphogypsum. **Journal Of Environmental Management**, [S.L.], v. 90, n. 8, p. 2377-2386, jun. 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2009.03.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301479709000784>. Acesso em: 20 nov. 2020.

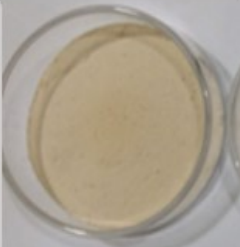
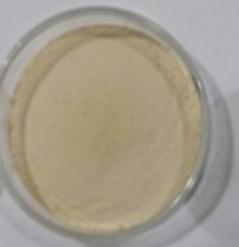
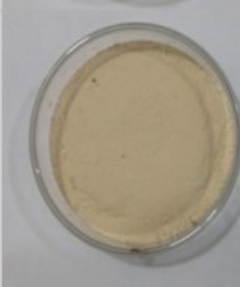
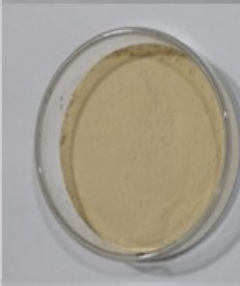
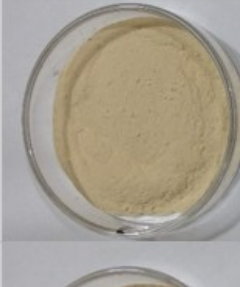
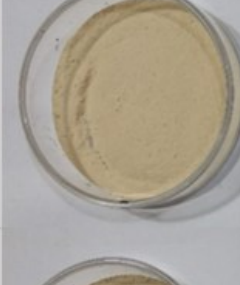
APÊNDICES

APÊNDICE A – Porcentagem de água evaporada de 120°C a 170°C em cadinho

t (min)	% água evaporada											
	120°C		130°C		140°C		150°C		160°C		170°C	
	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S	X	S
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	0,15	0,07	0,11	0,02	0,27	0,09	0,36	0,05	1,06	0,26	2,12	0,61
20	0,16	0,06	0,18	0,02	0,50	0,12	1,06	0,11	2,72	0,32	4,57	0,79
30	0,16	0,05	0,27	0,06	0,93	0,19	2,01	0,09	4,56	0,48	6,85	0,69
40	0,17	0,07	0,36	0,12	1,39	0,20	3,22	0,12	6,24	0,54	8,74	0,54
50	0,15	0,05	0,55	0,17	2,00	0,23	4,50	0,21	7,81	0,47	10,44	0,50
60	0,17	0,05	0,76	0,25	2,69	0,21	5,66	0,39	9,22	0,47	11,65	0,40
70	0,19	0,05	0,97	0,33	3,50	0,23	6,82	0,44	10,39	0,35	12,66	0,29
80	0,25	0,09	1,21	0,51	4,27	0,27	7,93	0,42	11,42	0,39	13,42	0,22
90	0,32	0,09	1,51	0,60	5,01	0,28	8,83	0,46	12,29	0,35	14,03	0,11
100	0,42	0,05	1,81	0,64	5,76	0,32	9,72	0,53	12,95	0,30	14,36	0,09
110	0,45	0,06	2,16	0,75	6,52	0,35	10,58	0,56	13,39	0,32	14,73	0,05
120	0,57	0,07	2,53	0,79	7,27	0,34	11,29	0,57	13,72	0,29	15,11	0,07
130	0,63	0,10	2,90	0,83	7,94	0,31	11,94	0,56	13,95	0,24	15,49	0,18
140	0,75	0,09	3,22	0,87	8,56	0,36	12,43	0,49	14,17	0,25	15,79	0,18
150	0,83	0,10	3,64	0,93	9,15	0,37	12,90	0,41	14,36	0,28	16,10	0,31
160	1,01	0,10	3,96	0,98	9,65	0,37	13,25	0,42	14,50	0,26	16,35	0,31
170	1,15	0,11	4,36	0,98	10,21	0,37	13,54	0,32	14,68	0,29	16,63	0,35
180	1,28	0,14	4,73	1,03	10,70	0,37	13,76	0,25	14,78	0,33	16,83	0,36

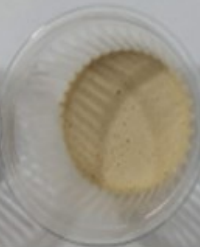
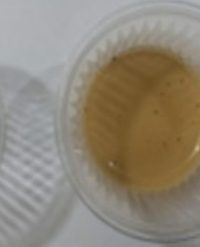
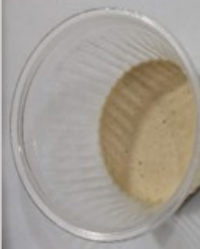
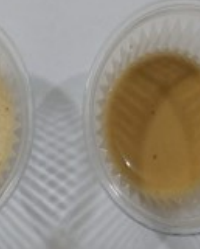
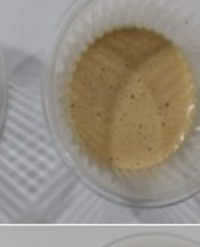
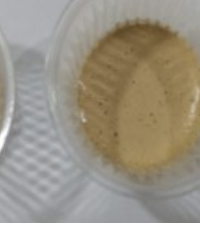
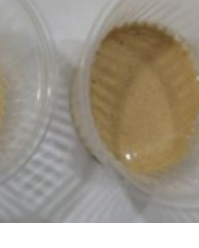
Fonte: A autora, 2020.

APÊNDICE B – Amostras após desidratação de 120°C a 170 °C

T (°C)	Placa Petri 1	Placa Petri 2	Cadinho 1	Cadinho 2
120 °C				
130 °C				
140 °C				
150 °C				
160 °C				
170 °C				

Fonte: A autora, 2020.

APÊNDICE C – Testes de hidratação

T (°C)	Placa Petri 1	Placa Petri 2	Cadinho 1	Cadinho 2
120 °C				
130 °C				
140 °C				
150 °C				
160 °C				
170 °C				

Fonte: A autora, 2020.

APÊNDICE D – Preparação para os testes de resistência mecânica: etapa I

T (°C)	Placa Petri 1	Placa Petri 2	Cadinho 1	Cadinho 2
120 °C				
130 °C				
140 °C				
150 °C				
160 °C				
170 °C				

Fonte: A autora, 2020.

APÊNDICE E – Preparação para os testes de resistência mecânica: etapa II

T (°C)	Placa Petri 1	Placa Petri 2	Cadinho 1	Cadinho 2
120 °C				
130 °C				
140 °C				
150 °C				
160 °C				
170 °C				

Fonte: A autora, 2020.

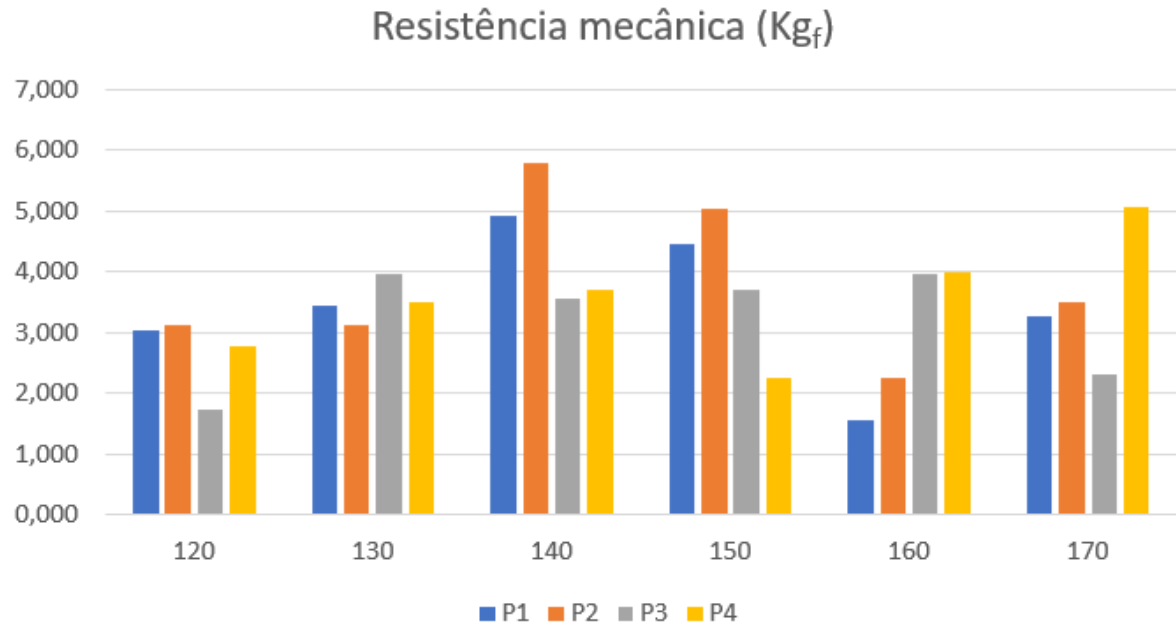
APÊNDICE F – Após os testes de resistência mecânica

T (°C)	Placa Petri 1	Placa Petri 2	Cadinho 1	Cadinho 2
120 °C				
130 °C				
140 °C				
150 °C				
160 °C				
170 °C				

Fonte: A autora, 2020.

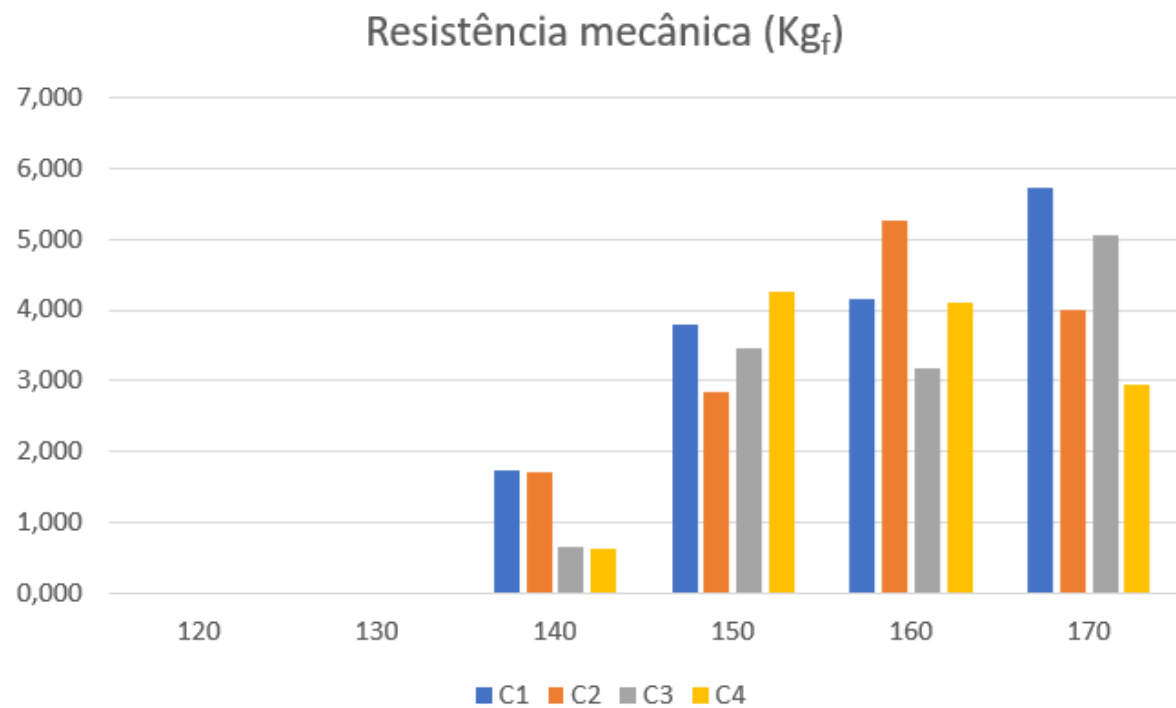
APÊNDICE G – Gráficos de barras para resistência mecânica

Figura 1 – Representação da resistência mecânica em placa de Petri por gráfico de barras



Fonte: A autora, 2020.

Figura 2 – Representação da resistência mecânica em cadinho por gráfico de barras



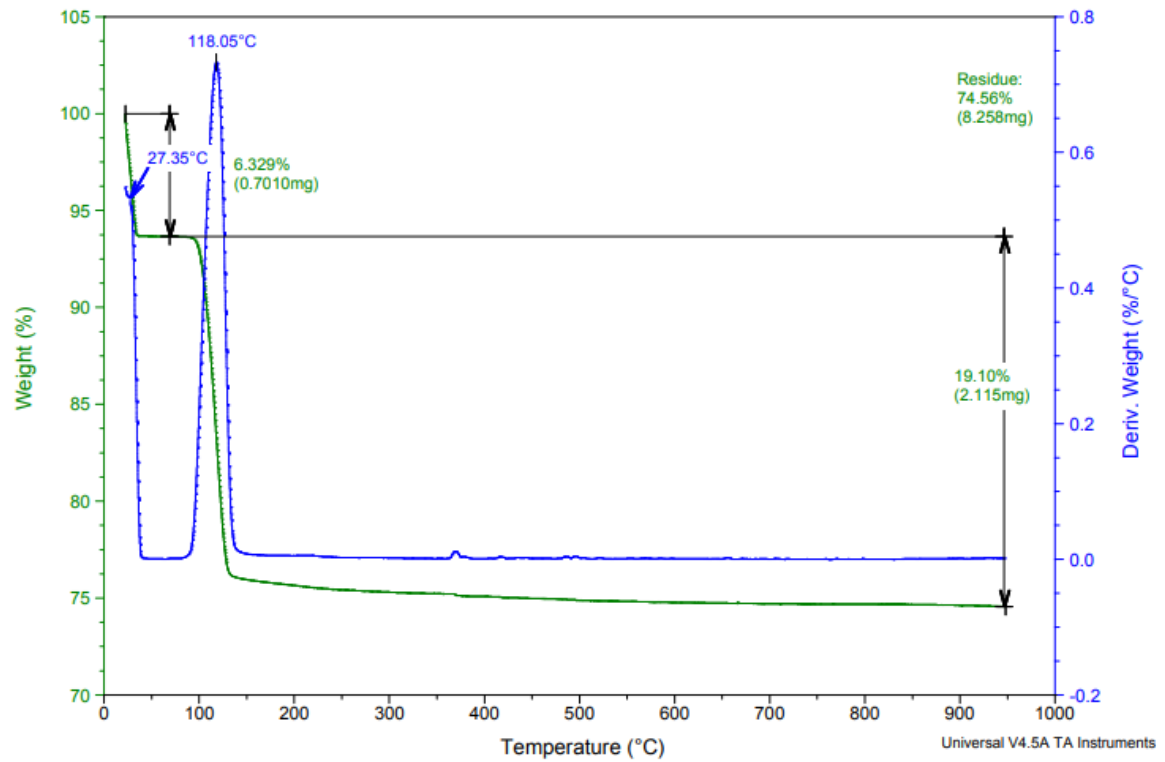
Fonte: A autora, 2020.

ANEXOS

ANEXO A – Tabela de exigências físicas do gesso para construção civil

Classificação do gesso	Tempo de pega (min) (NBR 12128)		Módulo de finura
	Início	Fim	(NBR 12127)
Gesso fino para revestimento	>10	>45	< 1,10
Gesso grosso para revestimento	>10	>45	> 1,10
Gesso fino para fundição	4 - 10	20 - 45	< 1,10
Gesso grosso para fundição	4 - 10	20 - 45	> 1,10

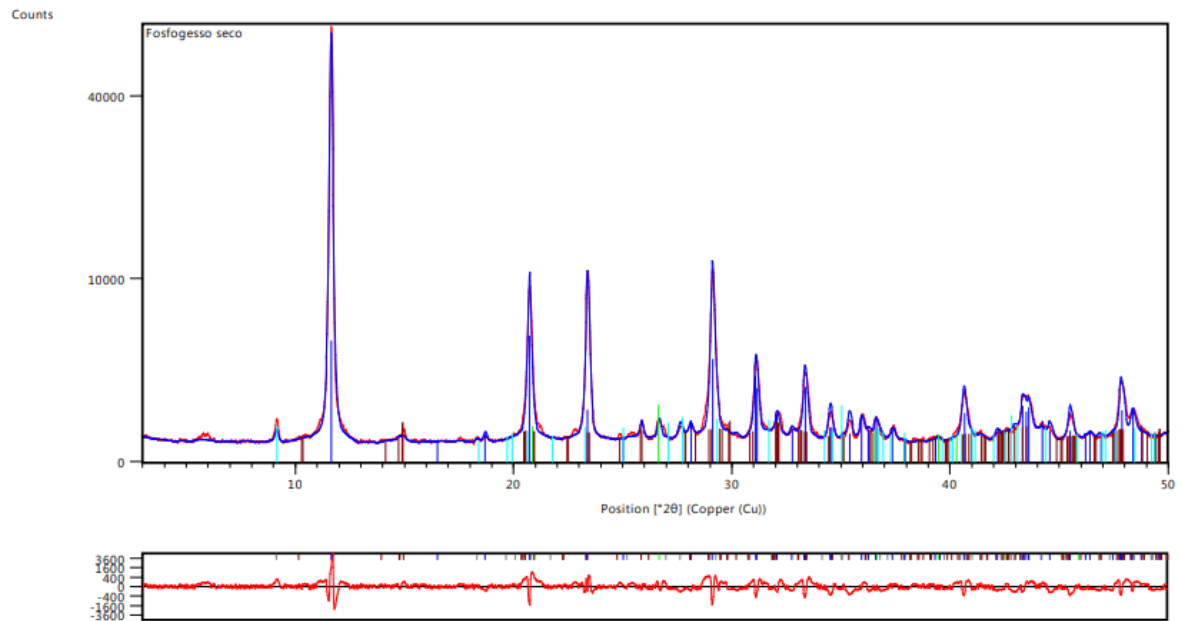
Fonte: ABNT, 1994.

ANEXO B – Análise termogravimétrica: fosfogesso *in natura*

Fonte: Análise termogravimétrica realizada pelo laboratório Central Analítica da Universidade de São Paulo, 2020.

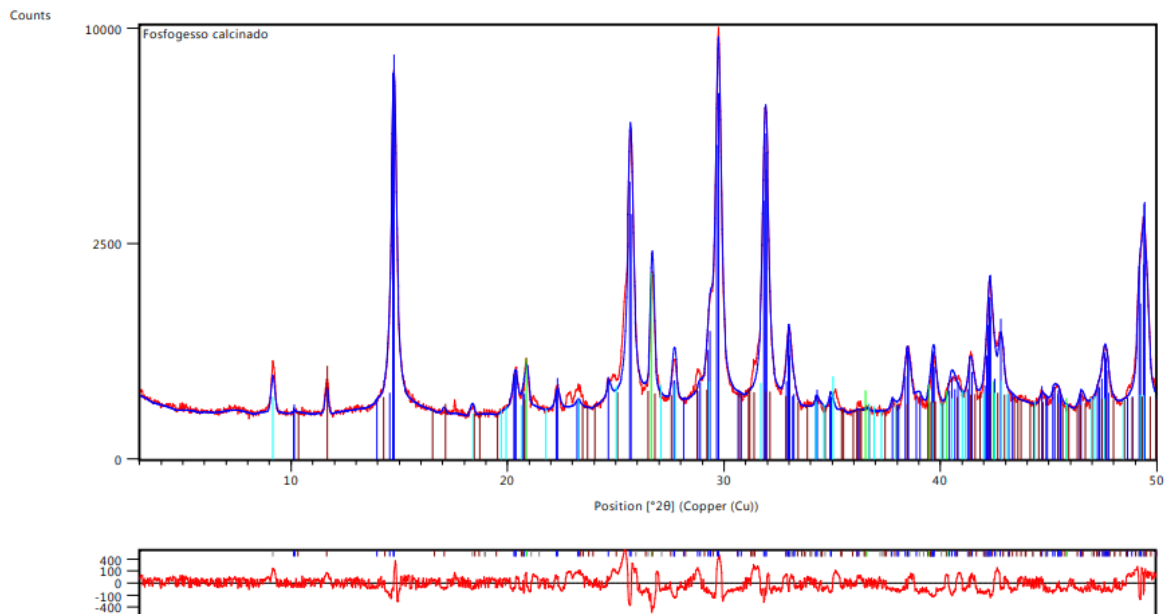
ANEXO C – Difratomogramas de raios-X

Figura 1 – Difrátograma de raios-X do fosfogesso seco



Fonte: Análise de difratometria de raios-X realizada pelo laboratório de caracterização mineralógica (LCT) da Universidade de São Paulo, 2020.

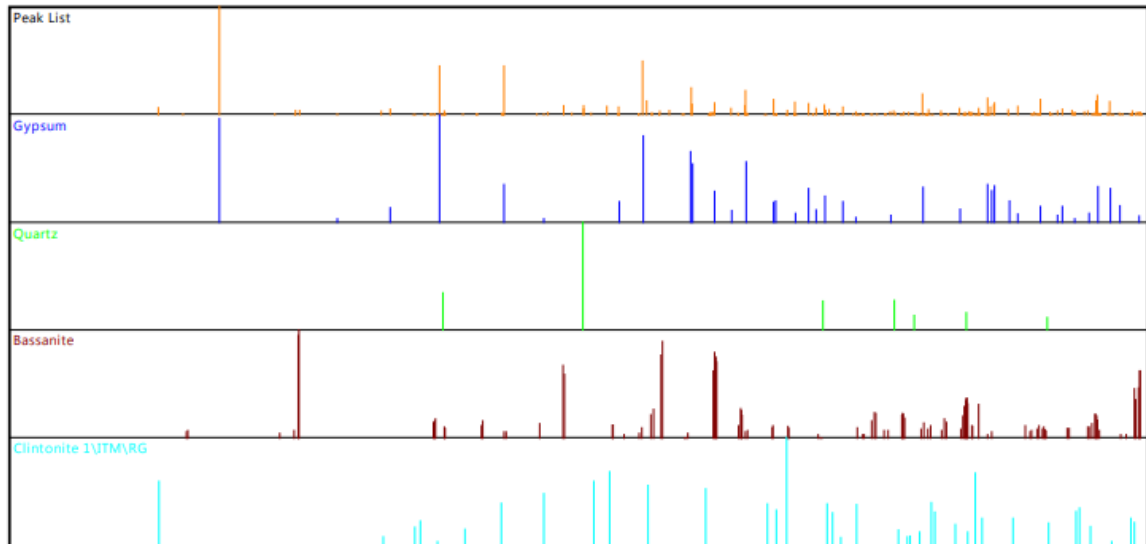
Figura 2 – Difrátograma de raios-X do fosfogesso desidratado à 150°C



Fonte: Análise de difratometria de raios-X realizada pelo laboratório de caracterização mineralógica (LCT) da Universidade de São Paulo, 2020.

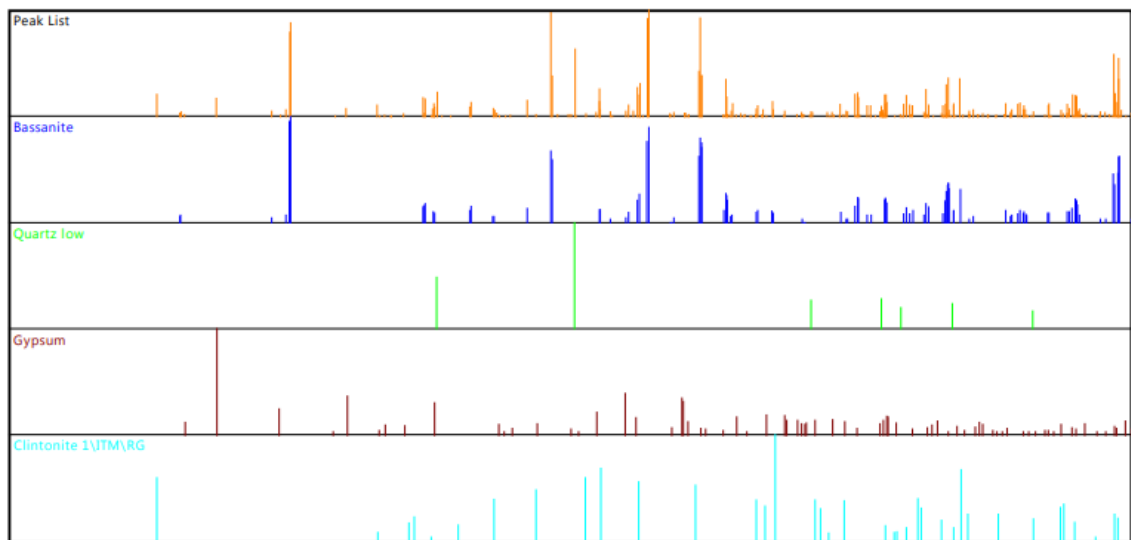
ANEXO D – Difratomogramas diferenciais: refinamento de Rietveld

Figura 1 – Fases identificadas no fosfogesso seco



Fonte: Análise de difratometria de raios-X realizada pelo laboratório de caracterização mineralógica (LCT) da Universidade de São Paulo, 2020.

Figura 2 – Fases identificadas no fosfogesso desidratado à 150°C



Fonte: Análise de difratometria de raios-X realizada pelo laboratório de caracterização mineralógica (LCT) da Universidade de São Paulo, 2020.