



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MINAS

**CARACTERIZAÇÃO E ESTUDO DE ROTA DE
PROCESSAMENTO DA GIPSITA ALABASTRO VISANDO A
OBTENÇÃO DE GESSO TIPO BETA**

FELIPE DE SOUSA MARTINS

Recife

2024

FELIPE DE SOUSA MARTINS

**CARACTERIZAÇÃO E ESTUDO DE ROTA DE
PROCESSAMENTO DA GIPSITA ALABASTRO VISANDO A
OBTENÇÃO DE GESSO TIPO BETA**

Trabalho de conclusão apresentado ao curso de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Pernambuco como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Minas.

Orientador: Prof. Dr. Pedro Luiz Guzzo

Recife

2024

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através
do programa de geração automática do SIB/UFPE

Martins, Felipe de Sousa.

Caracterização e estudo de rota de processamento da gipsita alabastro visando a obtenção do gesso tipo beta. / Felipe de Sousa Martins. - Recife, 2024.

47 p. : il., tab.

Orientador(a): Pedro Luiz Guzzo

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Engenharia de Minas - Bacharelado, 2024.

Inclui referências.

1. Moagem. 2. Alabastro. 3. Microestrutura. 4. Decomposição Térmica. 5. Polo Gesseiro do Araripe. I. Guzzo, Pedro Luiz. (Orientação). II. Título.

620 CDD (22.ed.)

FELIPE DE SOUSA MARTINS

**CARACTERIZAÇÃO E ESTUDO DE ROTA DE
PROCESSAMENTO DA GIPSITA ALABASTRO VISANDO A
OBTENÇÃO DE GESSO TIPO BETA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Universidade Federal de Pernambuco, no Centro de Tecnologia e Geociências, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Minas, conferida pela Comissão Examinadora formada pelos professores e profissional da área:

Aprovado em: 22/10/2024

Comissão Examinadora:

Examinador: Prof. Dr. Pedro Luiz Guzzo

Examinador: Prof. Dr. Áureo Octavio Del Vecchio Machado

Examinador: Prof. M. Sc. Filipe Brito Marinho de Barros

Examinador: Eng. João Lucas de Oliveira Barbosa

Recife

2024

DEDICATÓRIA

In memoriam

A minha bisavó Idália Rosa da Silva

(1925-2024)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pela vida, pela jornada que tem me concedido até o presente, e por ter dado forças, para manter-me firme e fiel aos valores aos quais acredito.

Ao professor Pedro Guzzo, pelo acolhimento no âmbito acadêmico, inicialmente por meio das disciplinas, depois pela oportunidade na iniciação científica, e posteriormente se tornou como um pai, a verdadeira definição de orientador não apenas para o estudo, mas para a vida. Ao professor Filipe Brito, pelo acompanhamento e apoio da jornada científica mesmo antes de se tornar professor. E aos professores do Departamento de Engenharia de Minas pelas aulas ministradas. Especialmente aos professores: Artur Assis, Áureo Machado, Júlio Cesar, Márcio Luiz, Marinésio Pinheiro, e José Carlos.

Aos integrantes do Laboratório de Tecnologia Mineral – LTM (local este onde estive a maior parte do tempo nos últimos 3 anos) por todo apoio e orientação dentro e fora do universo acadêmico. Destino um agradecimento especial aos colegas Mateus Idelfonso e Carlos Diogo e aos técnicos Marcelo Gomes e Vanessa Lima pela incomensurável colaboração e apoio para a realização deste trabalho. Ao Marcelo Gomes um agradecimento mais que especial, pois ao longo deste tempo, entre muitas conversas inenarráveis se tornou um verdadeiro amigo. Aos amigos graduandos que juntos sofremos e juntos nos alegamos. Destaco o amigo/irmão João Vitor (Jv) por cursar ~90% das disciplinas do ciclo profissional ao meu lado. E aos amigos Bruno Lopes, Eriwelton Ricardo, João Amorim, Lucas Coutinho, Lucas Fernandes, Maria Denise, Maria Júlia, Mirella Alcoforado e Zélia Maria.

Aos meus pais Adriana Sousa e Carlos Martins por todo o apoio e segurança, sendo para mim um exemplo. E aos meus avós Ana Rosa e Manoel Fernandes pela criação, por me ensinar o caminho em que devo andar e me acompanhar nas decisões difíceis, mesmo com o coração apertado, me deixar partir rumo ao desconhecido e buscar melhores oportunidades. Aos meus avós Ana Adélaide e Florisvaldo Martins pelo suporte e confiança. A minha avó Idália Rosa (*In memoriam*), que faleceu em abril deste ano, aos 98 anos.

A minha noiva e futura esposa Elaine Silva pelo companheirismo, por me aguentar e esperar por todo esse tempo. Ainda que distante (1310 km), esteve comigo nos momentos mais tristes, e também nos mais felizes.

Aos meus irmãos Rian Sousa, Murilo Sousa, Ellen Victoria e Victor Emanuel pelo encorajamento, respeito, admiração e amizade. A minha prima Paloma Sousa por ser um ano mais velha está sempre um passo a frente sendo minha referência de determinação e disciplina. Por fim, agradeço a todos os meus familiares, que me ajudaram emocional e financeiramente. São tantos que não há como citar cada um, mas sem vocês eu não teria conseguido concluir mais essa etapa. Em breve terão o terceiro à concluir a graduação e o primeiro engenheiro da família. A todos a minha eterna gratidão.

A paz de Deus!

“É só uma taça vazia”
(O Fabuloso Hudson Hornet)

RESUMO

A gipsita é um mineral industrial amplamente utilizado na indústria da construção civil e na agricultura, tendo a sua principal aplicação na produção do gesso. No Polo Gesseiro do Araripe (PGA), a variedade de gipsita *johnson* (hábito granular) é utilizada para a produção do gesso. Enquanto a variedade alabastro não vem sendo aplicada industrialmente devido ao seu hábito fibroso. Atualmente a produção do gesso (tipo β) é realizada segundo a rota moagem-calcinação da gipsita. Desta forma, este estudo tem objetivo de identificar a rota de processamento mais adequada para a obtenção de gesso tipo β , avaliando as rotas direta e inversa (calcinação-moagem) a partir de finos da gipsita alabastro e da gipsita tipo *johnson*, ambas de alta pureza. Além disso, buscou-se avaliar o impacto do hábito cristalino nos processos de moagem, calcinação e recristalização da gipsita. Alíquotas na granulometria $75 \times 105 \mu\text{m}$ foram empregadas nas duas rotas. A moagem foi realizada em moinhos de bolas com potes de porcelana e corpos moedores de alumina por 3 horas à 70 rpm e a calcinação em forno tipo mufla à 145 °C. Foram realizados ensaios de compressão uniaxial para determinar a resistência mecânica de corpos de prova produzidos com os gessos obtidos segundo as duas rotas. Diferentes técnicas foram empregadas para acompanhar as modificações granulo-estruturais em função das etapas de processamento: (i) tamanho de partícula por espalhamento laser; (ii) análise morfológica, por microscopia eletrônica de varredura; (iii) análise estrutural, por difração de raios X e espectroscopia infravermelho; (iv) decomposição térmica por análises termodiferencial e termogravimétrica. Foi observado que a moagem fina uniformizou o hábito cristalino das duas variedades de gipsita. Intensa aglomeração de ultrafinos ocorreu quando a calcinação precedeu a moagem. Ambas as rotas levaram à satisfatória decomposição térmica das gipsitas e a produção do gesso (bassanita). A rota inversa poderia ser considerada apenas para o alabastro pois menores tamanho de partícula foram atingidos. Ensaios de resistência à compressão mostraram que a tensão média de ruptura para todos os gessos produzidos variou entre 16 e 18 MPa; superior ao gesso comercial (15 MPa) testado. Conclui-se que o hábito fibroso da gipsita alabastro não compromete a rota de processamento convencional; tampouco a microestrutura e a resistência do gesso recristalizado.

Palavras-chave: Moagem, Alabastro, Microestrutura, Decomposição Térmica, Polo Gesseiro do Araripe

ABSTRACT

Gypsum is an industrial mineral widely used in building construction and agriculture, with its main application being in the production of plaster of Paris. At the *Polo Gesseiro do Araripe* (PGA), the Johnson gypsum variety (granular habit) is used for the production of plaster. While the alabaster variety is not applied industrially due to its fibrous habit. Currently, the production of plaster (type β) is carried out according to the grinding-calcination route of gypsum. This study aims to identify the most appropriate processing route to obtain β type plaster, evaluating the direct and reverse routes (calcination-grinding) for alabaster and Johnson grains, both of them with high purity. In addition, it was investigated the effect of evaluate the impact of the crystalline habit on the processes of grinding, calcination and recrystallization of gypsum. In 75x105 μm granulometry were used in both routes. Grinding was carried out in ball mills with porcelain pots and alumina grinding bodies for 3 hours at 70 rpm and calcination in muffle furnace at 145 °C. Uniaxial compression tests were performed to determine the mechanical strength of specimens produced with the plasters obtained according to the different routes. Different techniques were employed to analyse the granular and structural modifications as a function of the processing steps: (i) particle size by laser scattering; (ii) morphological analysis, by scanning electron microscopy; (iii) structural analysis, by X-ray diffraction and infrared spectroscopy; (iv) thermal decomposition by thermodifferential and thermogravimetric analyses. It was observed that fine grinding reduced significantly the crystalline habit of the two varieties of gypsum. Intense agglomeration of ultrafines occurred when calcination preceded grinding. Both routes led to the satisfactory thermal decomposition of gypsum and the production of plaster (bassanite). The reverse route could be considered only for alabaster because smaller particle sizes were reached. Compressive strength tests showed that the average breaking stress for all plasters produced ranged between 16 and 18 MPa; slightly higher compared to commercial plaster (15 MPa) tested in the same conditions. It was concluded that the fibrous habit of alabaster did not affect the conventional processing and the microstructure and resistance of the recrystallized gypsum.

Keywords: fine grinding, alabaster, microstructure, thermal decomposition, Sedimentary Bassin of Araripe (Brazil)

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Célula unitária cristalina da gipsita.....	15
Figura 2 – Difrátogramas característicos das fases gipsita, bassanita (gesso) e anidrita.....	16
Figura 3 – Rota de processamento convencional da gipsita até o gesso.	17
Figura 4 - Blocos de gipsita (a) alabastro e (b) <i>johnson</i> empregados.	21
Figura 5 – (a) Vista superior do moinho bolas, (b) Pote de porcelana (1,8 L), (c) Tipos de corpos moedores utilizados no estudo.	23
Figura 6 – Molde com volume reduzido (20x20x20 mm) (a) e molde padronizado (50x50x50 mm) segundo a NBR 13207-3 usado como suporte (b).....	25
Figura 7 – Prensa hidráulica manual.	26
Figura 8 - Massas produzidas de gipsita <i>johnson</i> durante a preparação das amostras.	28
Figura 9 – Curvas de distribuição granulométrica da alimentação e dos produtos dos ensaios unitários e conjuntos de moagem e calcinação das alíquotas de gipsita alabastro e <i>johnson</i>	29
Figura 10 - Micrografias eletrônicas das amostras de gipsita alabastro e <i>johnson</i> empregadas nos ensaios de moagem e calcinação (alimentação).	31
Figura 11 – Micrografias eletrônicas das amostras de gipsita alabastro e <i>johnson</i> após os ensaios únicos de moagem (3 h) e calcinação.....	32
Figura 12 – Micrografias eletrônicas de detalhes das amostras de gipsita alabastro e <i>johnson</i> após ensaios de moagem-calcinação e calcinação-moagem.....	33
Figura 13 – Difrátogramas de raios X da alimentação e produto das etapas de moagem e calcinação das gipsitas alabastro (a) e <i>johnson</i> (b) para as granulometrias 75x105 μm	34
Figura 14 – Espectros infravermelho da alimentação e produto dos ensaios de moagem e calcinação das gipsitas alabastro (a, b) e <i>johnson</i> (c, d).....	34
Figura 15 – Curvas das análises térmicas ATD-TG das gipsitas alabastro (a) e <i>johnson</i> (b) da alimentação e os respectivos produtos de cada ensaio de moagem e calcinação.	35
Figura 16 – Imagem dos corpos de prova após adequação das superfícies.....	36
Figura 17 – Defeitos volumétricos característicos observados nos corpos de prova.	37
Figura 18 – Evolução da variação relativa da temperatura da pasta durante a reação exotérmica de transformação do gesso (bassanita) em gipsita.	38
Figura 19 – Corpos de prova que apresentaram mais fraturas após o ensaio de compressão.	39
Figura 20 – Difrátogramas de raios X obtidos dos gessos utilizados para confecção dos corpos de prova (a) e após a hidratação do gesso formando a gipsita recristalizada (b).	40
Figura 21 – Espectros de infravermelho característicos da gipsita moída, da bassanita (gesso) e da gipsita recristalizada nas faixas do IV médio (a) e distante (b). Amostra: alabastro.	41
Figura 22 – Espectros de infravermelho obtidos dos gessos utilizados para confecção dos corpos de prova (a, b) e após hidratação do gesso formando gipsita recristalizada (c, d).....	42
Figura 23 – Curvas de decomposição térmicas obtidos dos gessos utilizados para confecção dos corpos de prova (a) e após hidratação do gesso formando gipsita recristalizada (b).	43
Figura 24 - Micrografias eletrônicas de fragmentos dos corpos de prova após ensaio de compressão.	43

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Reações de decomposição térmica da gipsita até 400 °C.....	16
Tabela 2 – Faixas e quantidades das alíquotas remanescentes do trabalho de Idelfonso (2021).	22
Tabela 3 – Dimensões e carga de corpos moedores de alumina empregados durante a preparação das amostras e comparação com o volume do pote de porcelana.....	23
Tabela 4 – Síntese dos ensaios de moagem e calcinação realizados com as amostras de gipsita.	24
Tabela 5 – Resultados das análises granulométricas das alíquotas de gipsita alabastro e <i>johnson</i> após as etapas moagem-calcinação e calcinação-moagem.	30
Tabela 6 – Resultados quantitativos das análises térmicas ATD-TG das gipsitas.	36
Tabela 7 – Parâmetros físicos dos corpos de prova e resultados dos ensaios de compressão. Média e desvio-padrão referente a três corpos de prova ensaiados.....	40

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	13
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
2.1 Estrutura e Propriedades da Gipsita	14
2.2 Rota de Processamento da Gipsita	17
2.3 Moagem de Alta Energia.....	18
2.4 Hidratação e Propriedades Mecânicas do Gesso	19
3. MATERIAIS E MÉTODOS	21
3.1 Procedência das Amostras	21
3.2 Preparação de Alíquotas	22
3.3 Ensaio de Moagem e Calcinação	23
3.4 Confeccção dos Corpos de Prova e Ensaio de Compressão	24
3.5 Caracterização Dimensional e Morfológica	26
3.6 Caracterização Estrutural e Térmica	27
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
4.1 Ciclos de Moagem para Complementação das Alíquota da Alimentação	28
4.2 Influência da Rota de Processamento.....	29
4.2.1 Análise Dimensional e Morfológica	29
4.2.2 Análise Estrutural	33
4.2.3 Análise da Decomposição Térmica.....	35
4.3 Resistência à Compressão	36
4.3.1 Avaliação da Qualidade dos Corpos de Prova	36
4.3.2 Cinética da Hidratação e Tensão de Ruptura dos Corpos de Prova.....	37
4.2.3 Caracterização da Gipsita Recristalizada	40
5 CONCLUSÃO	44
REFERÊNCIAS	45

1. INTRODUÇÃO

A gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) é o sulfato mais comum na crosta terrestre, podendo se formar nos evaporitos, em depósitos de sal marinho, ou pela reação entre ácido sulfúrico e rochas carbonáticas em depósitos oxidados de sulfetos. Sua principal propriedade é a higroscopicidade, ou seja, a capacidade de reagir facilmente com a água. *In natura*, a gipsita é utilizada para corrigir a acidez do solo e na fabricação de cimento Portland pois contribui para retardar o tempo de pega das pastas cimentícias. Quando desidratada à ~ 130 °C, a gipsita perde exatamente 1,5 moléculas de água estrutural gerando um hemi-hidrato ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) metaestável passível de ser reidratado denominado bassanita (gesso). Quando aquecida logo acima de 150 °C, a bassanita transforma-se em anidrita III (CaSO_4); fase cristalina desprovida da propriedade de reidratação (Dana; Hurlbut, 1976; Barthelmy, 2014). A fase bassanita é comercialmente conhecida como gesso, com vasta aplicação na produção de blocos, acartonados, revestimentos para construção civil, moldes para a indústria metalúrgica, dentre várias outras aplicações (Baltar et al. 2008; Tino 2016). Devido à pequena diferença de temperatura entre as transformações do sistema gipsita-bassanita-anidrita, há interesse contínuo em aprimorar os processos de beneficiamento deste mineral-minério tendo em vista a crescente necessidade de eficiência energética, a exaustão dos depósitos de alto teor e a influência das propriedades intrínsecas do mineral-minério (minerais acessórios; concentração de metálicos; hábito e textura; resistência mecânica) nos parâmetros de processamento (granulometria, temperatura de calcinação, tempo de residência, etc).

O Polo Gesseiro do Araripe (PGA), localizado no oeste do estado de Pernambuco, é responsável por 95% da produção de gipsita e $\sim 80\%$ da produção de gesso consumido no Brasil. As variedades de gipsita mais conhecidas (*rapadura*, *cocadinha*, *estrelinha*, *alabastro* e *johnson*) são regionalmente denominadas em função da tonalidade (cor) e textura dos blocos lavrados que, de forma grosseira, refletem a pureza (teor) do mineral-minério. Comparado com outras ocorrências, o nível de pureza do minério produzido no PGA é alto, variando de 85 a 98%. A variedade mais pura (*johnson*) corresponde a não mais que 10% dos $\sim 3,5$ milhões de toneladas/ano lavrados anualmente (Oliveira et al. 2012; Santos et al. 2019; Souza et al. 2020). O alabastro é outra variedade de alta pureza que se caracteriza pelo hábito fibroso. No membro Ipubi da Formação Santana (Bacia Sedimentar do Araripe), a ocorrência do alabastro se dá nas fraturas que cortam as espessas camadas de gipsita (Oliveira et al., 2012; Tino, 2016). Apesar da pureza, o alabastro não é utilizado industrialmente no PGA para produção de gesso. Segundo informações locais, a pequena quantidade extraída ($\sim 5\%$ da produção total) e o hábito fibroso

inviabilizam o seu processamento. Resultados de trabalhos anteriores do nosso grupo mostraram que o hábito fibroso do alabastro tem efeito secundário sobre a distribuição granulométrica resultante da moagem ultrafina realizada em moinhos planetário e a jato (Guzzo et al. 2022; Idelfonso, 2023). Também foi verificado que a produção de ultrafinos com $d_{90} < 10 \mu\text{m}$ foi alcançada com relativa facilidade com o emprego do moinho a jato; apresentando-se como uma alternativa para a moagem da gipsita em escala industrial se ajustada as condições de alimentação do moinho.

No intuito de avançar no estudo da viabilidade técnica para processamento do alabastro, o presente estudo teve por objetivo avaliar a influência do hábito cristalino na moagem fina ($< 100 \mu\text{m}$), empregando o moinho de bolas, e na calcinação das variedades alabastro e *johnson*. Ensaio nas rotas direta (moagem-calcinação) e inversa (calcinação-moagem) foram seguidos de amplo conjunto de medidas de tamanho de partícula, morfologia, decomposição térmica e análise estrutural por difração de raios X e espectros de infravermelho. O produto de cada rota de processamento foi empregado para confecção de corpos de prova para ensaios de resistência à compressão visando correlacionar uma propriedade de interesse prático para os produtores de gesso com as propriedades microestruturais e o hábito cristalino original das duas variedades de gipsita estudadas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Estrutura e Propriedades da Gipsita

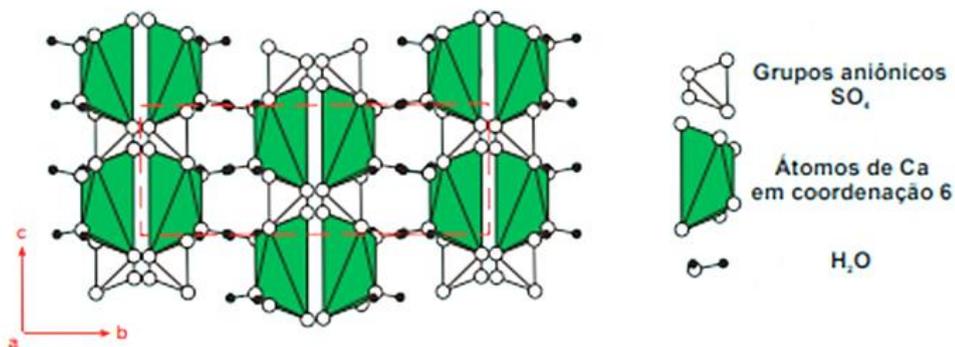
A gipsita é um mineral da classe dos sulfatos, é um sulfato de cálcio di-hidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) que possui em sua composição química 32,5 % de CaO, 46,6 % de SO_3 e 20,9 % de H_2O . A cristalização ocorre no sistema monoclinico, classe prismática 2/m, grupo espacial $C2/c$, cuja combinação de um eixo de rotação de ordem 2 é correspondente a um plano de simetria. Com relação à sua célula unitária, é constituída por quatro grupos aniônicos SO_4^{2-} em forma de tetraedro, quatro íons Ca^{2+} e oito moléculas de H_2O . Os parâmetros da célula unitária são: $a = 6,284 \text{ \AA}$; $b = 15,200 \text{ \AA}$; $c = 6,523 \text{ \AA}$; com $\alpha = \gamma = 90^\circ$ e $\beta = 113,83^\circ$ (Barthelmy, 2014). A Figura 1 mostra a estrutura da gipsita.

Como visto a estrutura da gipsita é formada por pares de camadas (1:1), perpendiculares ao plano (010) compostas por cátions Ca^{2+} e grupos aniônicos SO_4^{2-} . Entre as camadas de Ca^{2+} e SO_4^{2-} estão as moléculas de água que fazem as ligações entre ânions e cátions, paralelas ao plano (010). As moléculas de água estão ligadas através de pontes de hidrogênio (H) com os

oxigênios (O) do grupo sulfato. Cada cátion Ca^{2+} está coordenado a 6 oxigênios de grupos tetraédricos de SO_4^{2-} e a duas moléculas de água. A débil ligação entre as moléculas de água e os sulfatos e a distância entre as camadas formadas por Ca^{2+} e SO_4^{2-} possibilita que as moléculas de água tenham mobilidade a temperaturas inferiores a $200\text{ }^\circ\text{C}$ (Fukami *et al.*, 2015). O deslocamento das moléculas de água no interior da estrutura cristalina da gipsita ocorre em duas etapas de acordo com a temperatura de aquecimento. Na primeira etapa, quando a gipsita é aquecida até $\sim 160\text{ }^\circ\text{C}$, das oito moléculas de água presentes na célula unitária seis adquirem energia suficiente para romper as ligações químicas e evaporam. Quando a temperatura ultrapassa $\sim 180\text{ }^\circ\text{C}$, as moléculas restantes adquirem energia superior à energia das ligações químicas e também saem da estrutura cristalina. Essa peculiaridade explica a ocorrência das etapas de desidratação parcial e total, resultando na formação do gesso ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) e da anidrita (CaSO_4), respectivamente (Mandal; Mandal, 2002; Prasad *et al.*, 2005).

Entre as principais propriedades físicas e mecânicas da gipsita destacam-se: dureza 2 na escala de Mohs, massa específica entre $2,34$ a $2,47\text{ g/cm}^3$, resistência à tração entre $1,60$ a $5,20\text{ MPa}$, módulo de Young entre $18,1$ a $46,8\text{ MPa}$ e coeficiente de Poisson entre $0,19$ a $0,32$. Quanto ao seu brilho, pode ser vítreo, sedoso e nacarado. A coloração varia entre os tipos do mineral podendo ser branco, incolor, cinza, amarelo, castanho e vermelho. Essas variações estão relacionadas à presença de impurezas e/ou minerais acessórios. O hábito da gipsita varia entre fibroso, granular, lamelar e prismático. Apresentando quatro planos de clivagem, quais sejam: $\{010\}$, $\{100\}$, $\{011\}$ e $\{001\}$ (Klein; Dutrow, 2012; Tino, 2016 *apud* Bell, 1994).

Figura 1 – Célula unitária cristalina da gipsita.



Fonte: Adaptado (Schofield *et al.*, 1996).

O interesse industrial pela gipsita é atribuído à sua característica peculiar que consiste na facilidade de desidratação e reidratação. A gipsita através de um processo simples de aquecimento intitulado calcinação, perde $\frac{3}{4}$ da água de constituição e converte-se em um sulfato hemi-hidratado denominado gesso ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) que, ao ser misturado com água, pode ser

moldado e trabalhado antes de endurecer e adquirir consistência mecânica da forma estável reidratada (Baltar; Bastos; Luz, 2008). Os eventos relacionados à decomposição térmica da gipsita quando aquecida até 400 °C são sumarizados na Tabela 1. Observa-se que a desidratação da gipsita dá origem à bassanita (gesso) e à anidrita. A bassanita e a anidrita III formadas após a desidratação da gipsita são metaestáveis a temperatura ambiente. A bassanita dificilmente é encontrada na natureza devido à sua alta higroscopicidade, que após absorver umidade do ar volta a ser gipsita. A anidrita, mesmo sendo higroscópica, é encontrada com maior frequência que a bassanita, sendo explorada para a produção de gesso agrícola.

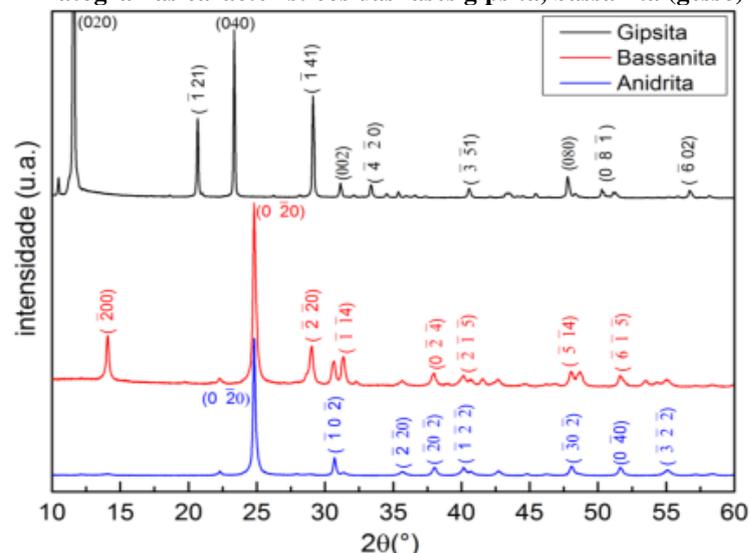
A Figura 2 mostra os difratogramas de raios X característicos da gipsita, bassanita e anidrita. O difratograma da gipsita se diferencia dos difratogramas da bassanita e da anidrita, principalmente, pela ausência do pico relacionado ao plano (0 $\bar{2}$ 0) característico da anidrita e da bassanita e pela presença do pico referente aos planos de difração (020) característico da gipsita. Na bassanita tem destaque o pico de difração referente aos planos ($\bar{2}$ 00) e (0 $\bar{2}$ 0). O difratograma da anidrita é semelhante ao da bassanita. A diferença é a ausência de alguns picos de difração que são observados na bassanita, como por exemplo o pico associado ao plano ($\bar{2}$ 00). As informações desses padrões de difração de raios X serão usadas posteriormente para verificar se a moagem induz alterações estruturais nas amostras estudadas.

Tabela 1 - Reações de decomposição térmica da gipsita até 400 °C.

Acidente térmico	Natureza	Temperatura	Reação
1°	Endotérmica	160 °C	Gipsita (CaSO ₄ .2H ₂ O) → Bassanita (CaSO ₄ .1/2H ₂ O)
2°	Endotérmica	180 °C	Bassanita (CaSO ₄ .1/2H ₂ O) → Anidrita III (CaSO ₄)
3°	Exotérmica	350 °C	Anidrita III (CaSO ₄) → Anidrita II (CaSO ₄)

Fonte: Baltar, Bastos e Luz (2008).

Figura 2 – Difratogramas característicos das fases gipsita, bassanita (gesso) e anidrita.



Fonte: Adaptado (Tino, 2016).

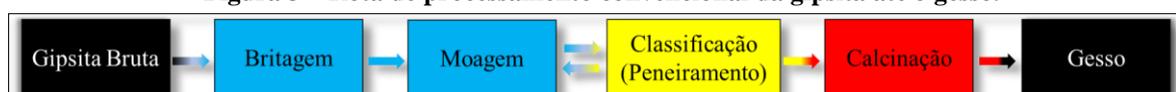
2.2 Rota de Processamento da Gipsita

A gipsita pode ser obtida por lavra a céu aberto ou subterrânea, utilizando métodos e equipamentos convencionais. No Brasil, o método de lavra empregado é a céu aberto, através de bancadas simples. Esse tipo de extração é recomendado para minerar corpos com dimensões horizontais que permitam altas taxas de produção e baixo custo unitário de produção. O acesso à cava geralmente é feito através de uma rampa única. Na lavra da gipsita são empregados equipamentos como: rompedores hidráulicos, marteletes hidráulicos, *wagon drill*, tratores de esteira e pás mecânicas (Peres *et al.*, 2001).

O beneficiamento da gipsita, em geral, resume-se a uma seleção manual, seguida de britagem, moagem e peneiramento. Em alguns casos, a britagem é realizada em dois estágios, em circuito fechado com peneiras vibratórias a seco. O produto resultante das operações de cominuição deve apresentar uma distribuição granulométrica uniforme, a fim de evitar uma desidratação desigual para as partículas de gipsita durante a calcinação. A calcinação da gipsita na usina de tratamento pode ocorrer em fornos sob pressão atmosférica ou em autoclaves, obtendo-se os tipos conhecidos como gesso β e gesso α , respectivamente (Baltar, 2008).

O processo para produção de gesso β mostrado na Figura 3 consiste essencialmente, nas etapas de (i) cominuição (britagem e moagem) é comum a utilização de britadores de mandíbulas e moínhos de martelos, a fragmentação pode ser branda ou intensa, à depender da granulometria do produto final desejado, (ii) classificação, nesta etapa é realizada separação granulométrica das partículas em peneiras, o material com granulometria adequada segue para a etapa seguinte, enquanto o material grosseiro retorna para re-moagem e (iii) calcinação em fornos sob pressão atmosférica, esses fornos operam a uma temperatura entre 125 e 160 °C. A NBR 13207 (ABNT, 2017) especifica que os gessos tenham granulometria mínima de 90% passante na peneira de abertura 0,29 mm. A depender das condições de calcinação, o gesso pode passar por um período de estabilização para obtenção de maior homogeneidade na sua composição final. E, por fim, na etapa do empacotamento, o gesso é embalado em sacos multifoliados de papel, sacos plásticos ou em embalagens pré-definidas. (Peres *et al.*, 2001).

Figura 3 – Rota de processamento convencional da gipsita até o gesso.



Fonte: Autor (2024).

De acordo com dados do Sindicato das Indústrias do Gesso do Estado de Pernambuco – SINDUGESSO, atualmente, o PGA é composto por 510 empresas, sendo essas divididas em três grupos, quais sejam: 55 mineradoras responsáveis pela extração da gipsita; 185 calcinadoras responsáveis pela transformação gipsita-gesso; e 270 empresas de pré-moldados e artefatos de gesso. Estas geram juntas aproximadamente 18 mil postos de empregos, divididos entre diretos e indiretos, principal fonte geradora de renda no Araripe. A reserva de gipsita do PGA, está estimada em 1,2 bilhões de toneladas de gipsita, com produção anual de ~3,5 milhões de toneladas, maior produtor da América do Sul, representando 1,3% da produção mundial (Santos et al. 2019; Souza et al. 2020). Atualmente a tonelada da gipsita bruta em média é comercializada à R\$ 45,00, após o processo de calcinação o seu valor aumenta em ~5 vezes (R\$ 230,00 tonelada de gesso). Desta forma, com a gipsita alabastro representando ~5% da gipsita lavrada, o seu aproveitamento como insumo para a produção do gesso, aumentaria a receita bruta do PGA em aproximadamente 8 milhões de reais por ano para as mineradoras.

2.3 Moagem de Alta Energia

A moagem de alta energia ou moagem ultrafina é um processo mecânico que produz partículas finas ($< 100 \mu\text{m}$) e ultrafinas ($< 10 \mu\text{m}$) por fratura de natureza frágil, *i.e.*, pela propagação de microtrincas pré-existentes no interior ou na superfície da partícula. A principal importância da moagem de alta energia consiste no aumento da área superficial específica e, conseqüentemente, no significativo aumento da reatividade das partículas. Também estão presentes os mecanismos de adesão e aglomeração de partículas ultrafinas e/ou sub-micrométricas e de modificações estruturais como deformação plástica localizada, perda de cristalinidade e, em algumas situações, amorfização. De acordo com o critério de Griffith da fratura frágil, pode-se dizer que à medida que o tamanho diminui a resistência mecânica da partícula aumenta. A eficiência da transferência da energia mecânica para produzir quebra também diminui, seja pela redução do volume da partícula, seja pelo efeito de amortecimento causado pelos pós ultrafinos no interior do moinho. Com isso, mecanismos de deformação plástica e de aglomeração passam a competir com os mecanismos de fragmentação, tornando o processo ainda mais ineficiente. Todos esses mecanismos são potencializados quando a moagem de alta energia ocorre via seco (Austin; Bagga, 1981; Zhang *et al.* 2007).

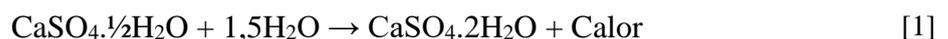
Em geral, o produto da moagem ultrafina é muito utilizado na indústria de pigmentos, alimentos, química e materiais cerâmicos. Sua obtenção é limitada devido ao alto consumo de energia e dificuldades associadas a aglomeração das partículas e as modificações estruturais.

Com o aumento da necessidade de obtenção de partículas cada vez mais finas este processo vem ganhando destaque na produção de nanopartículas para o emprego em materiais nanoestruturados (Tino, 2016).

Os moinhos de alta energia são geralmente classificados de acordo com os mecanismos de fragmentação (compressão, impacto, atrito), quais sejam: moinhos com corpos moedores (moinhos cilíndricos de carga cadente, moinhos vibratórios, moinhos planetários, moinhos de atrição); moinhos por choque partícula-câmara ou partícula-partícula (moinhos com rotor; moinhos a jato); moinhos de rolos verticais, moinho de rolos de alta pressão (Wellenkamp 1999; Yokoyama; Inoue, 2007). Os moinhos a jato utilizam ar comprimido como veículo energético para promover a fragmentação das partículas pela transferência de energia cinética para elas. A quebra ocorre pelo impacto partícula-partícula e partícula-parede da câmara do moinho. Nos moinhos de carga cadente a moagem é realizada em um vaso cilíndrico rotativo, geralmente revestido internamente com placas de aço ou borracha, contendo uma carga de corpos moedores, livres para se movimentar em seu interior. O movimento rotativo da carcaça é transmitido à carga, proporcionando a cominuição das partículas. São essencialmente unidades de moagem fina, capazes de fornecer produtos desde 80% passante na malha de 35 mesh até extremamente finos, passantes em malhas de poucos microns (Metso, 2021).

2.4 Hidratação e Propriedades Mecânicas do Gesso

A utilização do hemi-hidrato gesso ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) é realizada mediante o processo de hidratação do material pulverizado, através de um fenômeno físico-químico tendo início no contato entre o gesso e a água; formando um di-hidrato, assumindo uma consistência pastosa possibilitando o manuseio do material para sua aplicação, até que comece a endurecer. Segundo Hincapié e Cincotto (1997) no processo de endurecimento da pasta composta de gesso e água, o crescimento dos cristais de di-hidratados é em forma de agulhas entrelaçadas. Com isso, a pasta ganha resistência mecânica. A Equação [1] descreve a reação de transformação do gesso (hemi-hidrato) em gipsita recristalizada (di-hidrato).



John e Cincotto (2007), descrevem o mecanismo de hidratação do gesso proposto por Lavoisier em 1768 no primeiro estudo científico publicado dos fenômenos relacionados à preparação do gesso. Segundo eles esse mecanismo é constituído por três etapas, quais sejam:

- dissolução: É um fenômeno químico sendo uma baixa hidratação seguida pelo período de indução, nessa etapa a pasta é formada. O término desta etapa é indicado pelo aumento da taxa de variação da temperatura;

- cristalização: É um fenômeno físico onde ocorre a evolução repentina da reação, caracterizada pela alta taxa de aquecimento da pasta, apresentando o momento ideal para a sua aplicação.
- endurecimento: É um fenômeno físico, caracterizado pelo fim do tempo de pega, quando atinge a sua temperatura máxima, onde a hidratação foi concluída. Nesse instante, a temperatura começa a diminuir.

As propriedades mecânicas do gesso é um dos critérios de avaliação para saber a qualidade do gesso, que consiga resistir a esforços internos e externos, sem que apresente fraturas. Segundo John e Cincotto (2007), os fatores que influenciam na resistência mecânica do gesso estão ligados a duas principais propriedade do gesso: porosidade e umidade. A porosidade é gerada a partir da evaporação da água em excesso que não é consumida na reação de hidratação. Para formação da pasta de gesso, a relação água/gesso (a/g) deve ser maior que 0,5, para garantir uma boa trabalhabilidade. Dessa forma, quanto mais água se utiliza, maior a trabalhabilidade do gesso, porém é menor a sua resistência. A umidade está ligada com a propriedade de higroscopicidade, tornando o gesso (bassanita) um material reativo com a umidade ambiente, esta pode influenciar na resistência, podendo reduzir em até 50% sua magnitude. Outro fator que também influencia na resistência é a idade do produto, quanto mais antigo, mais resistente, podendo chegar ao ápice entre 14 e 28 dias após o início do processo da hidratação.

A primeira edição da norma NBR 13207 de 1994 definia três medidas para a determinação da qualidade mecânica do gesso, quais sejam: resistência à compressão, dureza e massa unitária. Nesse contexto, a norma apresenta os valores mínimos para ser comercializado, 8,4 MPa para a resistência à compressão, 30 N/mm² para a dureza e 700 kg/m³ para a massa unitária para pastas de gesso com relação água/gesso dentro das condições normais. Contudo a norma NBR 13207 (2017) vigente, não apresenta mais exigências quanto a resistência à compressão, essa medida foi alterada para a aderência que deve ser no mínimo 20 MPa. As medidas de dureza e massa unitária se mantiveram, mas os seus valores foram modificados para 20 N/mm² e 600 g/cm³, respectivamente. Em estudo de caracterização do gesso para revestimento produzido no PGA, Ferreira (2017) realizou ensaios de compressão uniaxial com corpos de prova no padrão normativo em dois grupos de amostras, quais sejam: grupo 1 com relação água/gesso média igual à 0,46, determinada por ensaio de consistência normal que corresponde a relação água/gesso na qual se obtém uma fluidez da pasta adequada à manipulação, e o grupo 2 com relação água/gesso pré-definida igual à 0,80. A autora obteve valores de resistência acima do valor exigido pela norma para o primeiro grupo

($20,5 \pm 3,0$ Mpa), e abaixo para o segundo ($6,13 \pm 1,5$ Mpa).

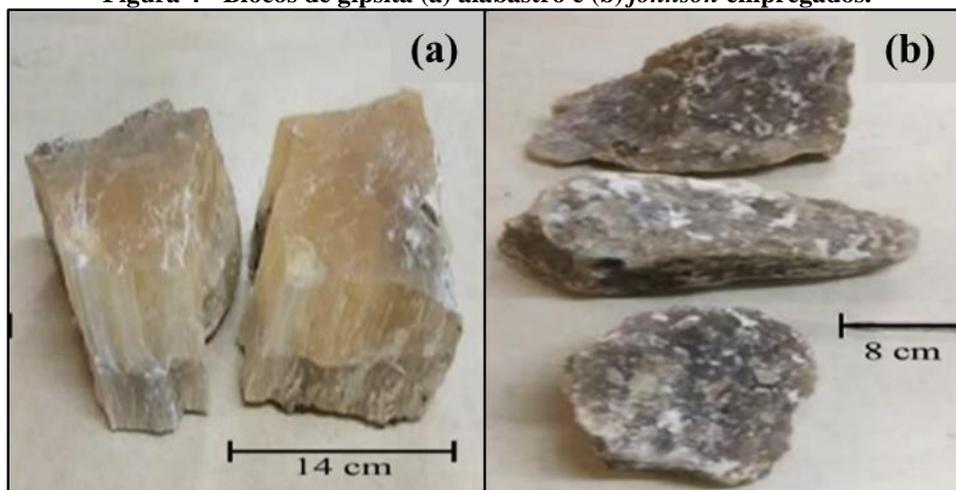
3. MATERIAIS E MÉTODOS

As metodologias, procedimentos e análises empregadas descritas referentes aos ensaios de moagem e calcinação deste presente estudo foram realizadas anteriormente pelo autor durante seus estudos em Martins (2023) e para os ensaios de compressão uniaxial foram realizados no presente estudo.

3.1 Procedência das Amostras

Foram utilizadas amostras de gipsita das variedades alabastro e *johnson* fornecidas na forma de blocos pela Mineradora São Jorge (Ouricuri-PE). No estudo anterior realizado por Batista Leal (2018), fragmentos de blocos com massa total de ~5 kg foram cominuídos em britadores de mandíbulas de um e de dois eixos e em britador de rolos. A Figura 4 mostra fragmentos dos blocos de gipsita alabastro e *johnson* supracitados. As partículas produzidas foram classificadas nas seguintes faixas granulométricas: $> 840 \mu\text{m}$; $500 \times 840 \mu\text{m}$; $250 \times 500 \mu\text{m}$; $150 \times 250 \mu\text{m}$; $75 \times 150 \mu\text{m}$ e $< 75 \mu\text{m}$. Em estudo posterior realizado por Idelfonso (2021) as amostras das faixas $> 150 \mu\text{m}$ passaram por processo de moagem com o objetivo de produzir alíquotas em faixas granulométricas bem definidas para ensaios de moagem ultrafina subsequentes, quais sejam: $105 \times 150 \mu\text{m}$; $75 \times 105 \mu\text{m}$; $53 \times 75 \mu\text{m}$ e $38 \times 53 \mu\text{m}$. A Tabela 2 apresenta as faixas e as respectivas massas das alíquotas remanescente do estudo de Idelfonso (2021).

Figura 4 - Blocos de gipsita (a) alabastro e (b) *johnson* empregados.



Fonte: Martins (2023), adaptado de Idelfonso (2021).

Tabela 2 – Faixas e quantidades das alíquotas remanescentes do trabalho de Idelfonso (2021).

Faixa granulométrica (μm)	Massa retida <i>johnson</i> (g)	Massa retida alabastro (g)
500x840	588,2	-
250x500	317,7	-
105x150	182,0	449,0
75x105	220,0	443,4
< 75	356,3	368,5

Fonte: Adaptado (Martins, 2023).

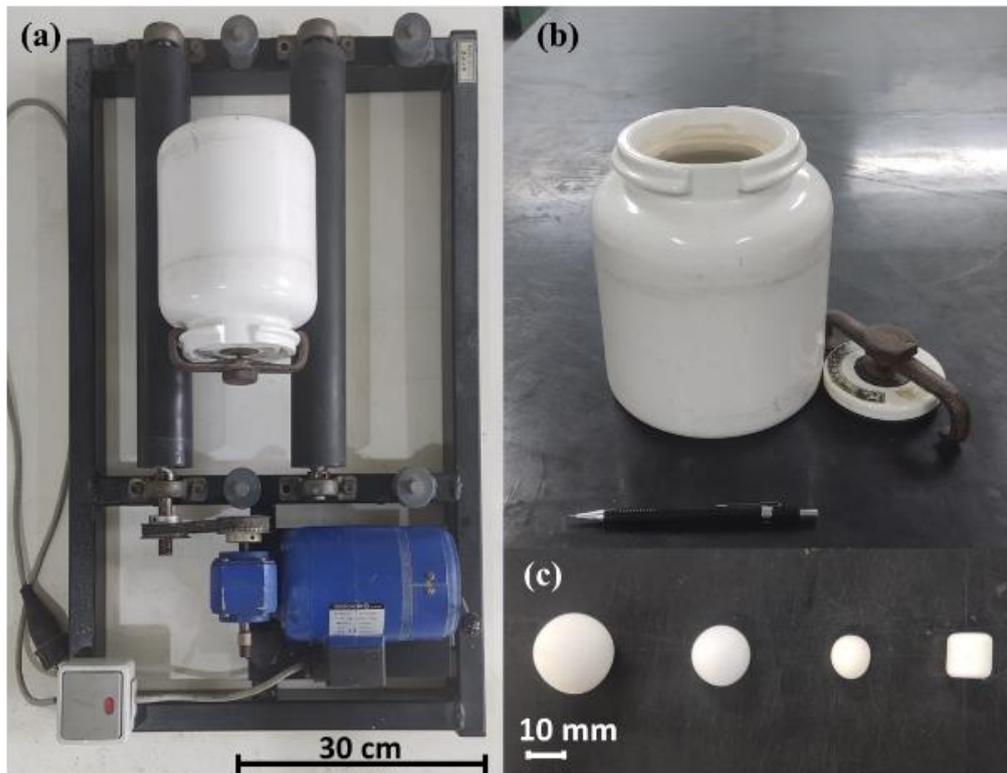
3.2 Preparação de Alíquotas

Avaliando os resultados da moagem ultrafina com o moinho a jato obtidos por Idelfonso (2021), foi estabelecido a faixa 75x105 μm como granulometria ótima para realização deste estudo. Considerando as etapas de estudo, definiu-se a necessidade de utilizar ~450 g de cada faixa e variedade de gipsita. A partir das massas observadas na Tabela 2, a amostra da gipsita alabastro corresponde a quantidade necessária para realização do estudo; entretanto não havia massa suficiente para a granulometria da gipsita *johnson*. Sendo assim, foi realizada uma adequação granulométrica desta gipsita por meio de ciclos de moagem a partir de uma amostra homogeneizada das faixas 500x840 μm e 250x500 μm . Durante a execução dos ciclos de moagem também foi armazenado a faixa 105x150 μm para outros estudos.

Os ensaios de moagem foram realizados em moinho cilíndrico de carga cadente de pequeno porte, composto por um mancal de rolamentos e potes de porcelana e corpos moedores de alumina. O mancal empregado foi fabricado pela *Viatest* com motor *Groschopp* de potência 70 W com controle de rotação. Foram utilizados dois potes de 1,8 L, um para cada tipo de gipsita. Os corpos moedores são de duas geometrias distintas: bolas (pequenas, médias e grandes) e cilindros (única dimensão). A Figura 5 ilustra o moinho empregado.

A Tabela 3 mostra as especificações da carga dos corpos moedores e do moinho utilizado. Cada ciclo de moagem foi realizado utilizando os seguintes parâmetros: massa de alimentação 200 g; rotação 70 rpm; tempo 20 min; fator de enchimento 20,7 %. O produto da moagem foi classificado em 5 faixas granulométricas, quais sejam: > 250 μm ; 150x250 μm ; 105x150 μm ; 75x105 μm e < 75 μm . As faixas > 150 μm acrescido do material homogeneizado compõem a alimentação do ciclo subsequente, enquanto as demais faixas (produto) são armazenadas. Esse procedimento foi realizado sucessivas vezes, até que todo o material atingisse as faixas granulometrias requeridas. Ao final do processo de moagem, as amostras produzidas nas respectivas granulometrias foram homogeneizadas com o material remanescente de Idelfonso (2021).

Figura 5 – (a) Vista superior do moinho bolas, (b) Pote de porcelana (1,8 L), (c) Tipos de corpos moedores utilizados no estudo.



Fonte: Martins (2023).

Tabela 3 – Dimensões e carga de corpos moedores de alumina empregados durante a preparação das amostras e comparação com o volume do pote de porcelana.

tipo	quantidade	massa (g)	diâmetro (cm)	altura (cm)	volume (cm ³)
Bola P	37	114,9	1,4	-	53,3
Bola M	13	83,5	1,8	-	39,7
Bola G	15	169,5	2,2	-	83,7
Cilindro(C)	25	134,0	1,2	1,3	36,8
Total	90	501,9	-	-	213,4
Pote	-	-	12,8	13,5	1800,0

Fonte: Martins (2023).

3.3 Ensaios de Moagem e Calcinação

O estudo foi elaborado em duas fases, na primeira fase foram realizados ensaios de moagem com o intuito de inferir sobre a viabilidade da produção de ultrafinos empregando moinho de bolas. Na segunda fase, a introdução da etapa de calcinação permitiu avaliar o efeito do hábito cristalino (granular e fibroso). Ainda nessa fase, com o objetivo de verificar a melhor rota de processamento para obtenção do gesso tipo β , as amostras de gipsita passaram pelas etapas de moagem e calcinação em diferentes sequências, quais sejam: moagem-calcinação (M-C) e calcinação-moagem (C-M). A Tabela 4 apresenta a cronologia das etapas de moagem e calcinação que foram realizadas neste estudo. A seguir são apresentados os métodos e parâmetros experimentais utilizados nas etapas de processamento aplicadas no estudo.

Tabela 4 – Síntese dos ensaios de moagem e calcinação realizados com as amostras de gipsita.

Granulometria	Rota de processamento	Variedade de gipsita	Massa	Etapas de moagem (M) e calcinação (C)					
				1	2	3	4	5	6
75x105 µm	Moída e calcinada (M/C)	A	200 g	M 1 h	M 1 h	M 1 h	C 145 °C 96 min	C 145 °C 24 min	-
		J	200 g	M 1 h	M 1 h	M 1 h	C 145 °C 96 min	C 145 °C 24 min	-
	Calcinada e moída (C/M)	A	250 g	C 145 °C 150 min	C 145 °C 30 min	M 1 h	M 1 h	M 1 h	-
		J	250 g	C 145 °C 150 min	C 145 °C 30 min	C 145 °C 15 min	M 1 h	M 1 h	M 1 h

Fonte: Martins (2023).

Os ensaios de moagem prolongada foram realizados no mesmo moinho utilizado na preparação de amostras com mudança em dois parâmetros: (i) a carga de corpos moedores foi dobrada, chegando a um fator de enchimento de 32,6 %; (ii) tempo de moagem durante 3 horas, com análises granulométricas realizadas após cada hora de moagem. Foi necessário a aplicação dessas mudanças, pois na preparação das amostras o objetivo foi produzir material para uma faixa específica, enquanto nos ensaios de moagem o objetivo foi cominuir as partículas ao máximo possível, pretendendo obter a granulometria ultrafina ($d_{90} < 10 \mu\text{m}$), para as gipsitas alabastro e *johnson* com alimentação na faixa 75x105 µm.

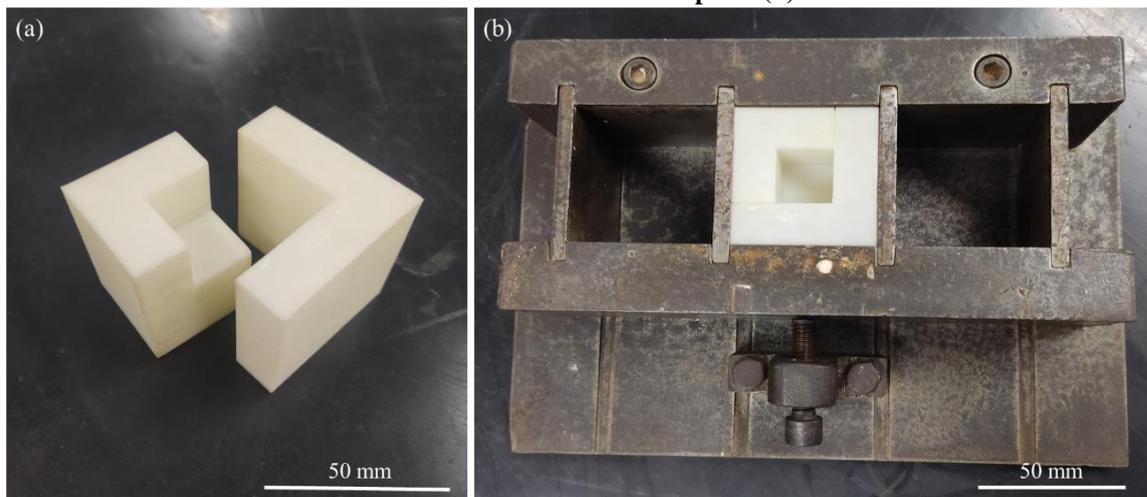
A etapa de calcinação foi realizada em forno tipo mufla modelo *EDG F3000* com volume interno de 3 L à pressão atmosférica, utilizando como porta amostra um cadinho de cerâmica de formato semiesférico de 12 cm de diâmetro em sua maior seção. Foi utilizado um termopar (tipo K) alicate multímetro *Icel* modelo *AW-2500* para o acompanhamento da temperatura da amostra. Para a determinação dos parâmetros adequados da mufla foi realizado um estudo exploratório utilizando as gipsitas alabastro e *johnson* em diversas granulometrias. Foram feitos testes com duas temperaturas (140 e 145 °C) e sete tempos de calcinação (15, 45, 105, 120, 150, 180, 210 min). O controle da eficiência da calcinação, ou seja, transformação da gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) em bassanita ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) sem a formação da anidrita (CaSO_4) foi avaliada a partir da difração de raios X (DRX).

3.4 Confeccção dos Corpos de Prova e Ensaios de Compressão

Os corpos de prova para ensaios de compressão são padronizados pela norma ABNT NBR 13207-3 (2023), que define um corpo de prova cubico com dimensões de 50 mm nas faces. Avaliando a quantidade de material remanescentes do estudo de Martins (2023), observou-se a necessidade da fabricação de um corpo de prova menor, por conta da pouca quantidade de amostra restante na rota moída-calcinada, é importante que possa ser confeccionado ao menos

três corpos de prova de cada classe, dessa forma foi definido um corpo de prova cúbico com 20 mm de face, mantendo uma proporcionalidade de 2/5 referente a norma. O novo molde foi desenhado e produzido com apoio do Prof. Vinicius Fulgêncio do laboratório LABGRAF do departamento de expressão gráfica, com a utilização de uma impressora 3D, o molde foi impresso em filamento do tipo PLA. A Figura 6 apresenta o molde fabricado para o estudo e o molde especificado pela norma que foi utilizado como suporte. Além das amostras preparadas por Martins (2023) foi adquirido um gesso comercial para ser utilizado como referência, a este pode ser atribuído a rota convencional do processamento da gipsita, moída- calcinada (M-C).

Figura 6 – Molde com volume reduzido (20x20x20 mm) (a) e molde padronizado (50x50x50 mm) segundo a NBR 13207-3 usado como suporte (b).



Fonte: Autor (2024).

Para a confecção dos corpos de prova foi definido uma relação água/gesso de 0,5 em gramas, ou seja, sendo o molde com 20 mm de face, totalizando um sólido de 8 cm³, foram utilizados 10 g de água destilada e 20 g de gesso para produção da pasta de gesso que é o suficiente para preencher o molde. O material excedente foi colocado em um recipiente plástico e mantido em contato com um termopar (o mesmo medidor da etapa de calcinação) utilizado para avaliar o tempo de duração da reação química através do acompanhamento da temperatura da amostra, a leitura da temperatura foi feita a cada 2 min. Para padronização o tempo de permanência da amostra no molde foi fixado em 60 min. Posteriormente os corpos de prova foram desbastados com lixa d'água 600 *mesh*, com o intuito de uniformizar as faces retirando possíveis imperfeições superficiais.

Os ensaios de compressão foram realizados em prensa hidráulica manual *Solotest* com indicador digital com capacidade de 20 Tf (196 kN) - 220 V, referência 1509230. A pressão foi aplicada lentamente a fim de controlar a taxa de compressão. A Figura 7 apresenta a prensa utilizada para a realização do ensaio.

Figura 7 – Prensa hidráulica manual.

Fonte: Autor (2024).

3.5 Caracterização Dimensional e Morfológica

As análises granulométricas foram feitas no granulômetro a laser *Malvern, Mastersizer 2000*, cujo limite inferior de detecção é 10 nm e o superior é 2000 μm . As medidas foram efetuadas via seco utilizando o acessório *Scirocco*. A distribuição granulométrica de cada alíquota foi medida três vezes, sendo que cada medida correspondente à média de três leituras. Durante a realização das medidas foram introduzidos os seguintes parâmetros da gipsita: massa específica de 2,31 g/cm^3 , índice de refração de 1,519 e absorção de 0,1. Por meio das curvas de distribuição granulométrica obtidas foram determinados os diâmetros característicos d_{10} , d_{50} e d_{90} , a heterogeneidade de distribuição (d_{90}/d_{10}), o fator de redução do diâmetro d_{50} (FR) e a área superficial específica (SSA). Os diâmetros d_{10} , d_{50} e d_{90} representam, respectivamente, as aberturas em que passam 10, 50 e 90 % de material.

A morfologia das partículas foi analisada por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV). As imagens foram obtidas usando o microscópio *Tescan Mira 3 FEG* do Laboratório de Microscopia do Programa de Pós-Graduação de Ciência dos Materiais do CCEN. As análises foram realizadas em alto vácuo, com tensão de 15 kV com o detector de elétrons secundários (ES). Previamente, as amostras foram recobertas com filme de ouro para garantir uniformidade na condutividade elétrica. A distância de trabalho utilizada para obtenção das imagens foi de 10,5 mm. Os aumentos usados variaram entre 100x e 30000x.

3.6 Caracterização Estrutural e Térmica

As técnicas de difração de raios X (DRX), espectroscopia infravermelho (IV) e análises térmicas (ATD-TG) foram empregadas para acompanhar a influência das operações de moagem e calcinação sobre as propriedades estruturais e térmicas das alíquotas produzidas nas rotas moagem-calcinação e calcinação-moagem.

As análises de DRX foram realizadas pelo método do pó no difratômetro *Bruker D2 Phaser* operando com 300 W (30 kV e 10 mA), radiação Cu-K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), utilizando detector linear *Bruker-Lynxeye*. A faixa de varredura (2θ) foi de 4° a 60° , com passo do goniômetro de $0,02019^\circ$. O tempo de contagem por passo foi de 1,0 s. A abertura da fenda primária foi fixada em 0,2 mm. Durante a análise, foi adotado 10 rpm como a rotação da amostra em torno do seu próprio eixo. As amostras foram indexadas usando o programa *EVA* com o banco de dados *Crystallography Open Database (COD – REV212673 2018.12.20)*. Os difratogramas de raios X foram utilizados para a caracterização global das fases minerais resultantes das rotas de processamento.

Para a aquisição dos espectros IV, utilizou-se um espectrômetro por transformada de Fourier (FTIR) *Bruker Vertex70*. Os espectros foram obtidos com o módulo de refletância total atenuada (ATR), com o acessório *Pike Miracle* com cristal analisador de ZnSe. Os espectros foram obtidos entre 4000 a 640 cm^{-1} , com resolução de 2 cm^{-1} e 64 varreduras. Durante as medidas, a umidade relativa e a temperatura da sala foram mantidas a 26 % e 22°C , respectivamente. Os espectros IV foram importantes para caracterizar a desidratação das amostras em decorrência da calcinação e eventuais modificações estruturais localizadas induzidas pelas rotas de processamento.

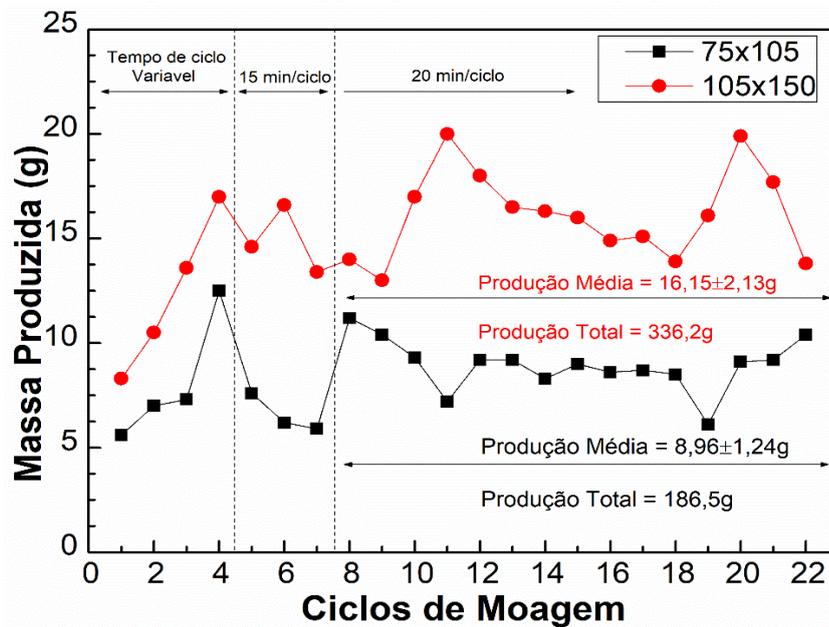
As análises termodiferenciais e termogravimétricas (ATD-TG) foram realizadas, de forma simultânea, utilizando um equipamento *Shimadzu, DTG-60H*. As alíquotas foram aquecidas até 500°C com taxa de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ em atmosfera inerte (N_2) com vazão de 50 ml/min. Utilizou-se a alumina calcinada como amostra de referência. Foram medidos diretamente nos termogramas os valores das temperaturas de desidratação parcial e total da gipsita e a perda de massa total. As energias de ativação foram calculadas de forma indireta pela integral da área sob a curva de decomposição térmica associada a cada mudança de fase da gipsita. A integral da área foi calculada pelo *software Shimadzu TA60*.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Ciclos de Moagem para Complementação das Alíquota da Alimentação

A Figura 8 apresenta os resultados dos 22 ciclos de moagem da gipsita *johnson* necessários para produzir a quantidade de amostra complementar para realização do estudo. Foram realizados sete ciclos para ajustar o tempo de moagem de tal forma a maximizar a produção de material nas faixas requeridas, sem que aumentasse muito a fração < 75 μm . A partir dos testes, ficou definido que 20 minutos foi o tempo de moagem satisfatório. Assim, após 15 ciclos, a produção média foi de $16,15 \pm 2,13$ g para a fração $105 \times 150 \mu\text{m}$ e $8,96 \pm 1,24$ g para a fração $75 \times 105 \mu\text{m}$.

Figura 8 - Massas produzidas de gipsita *johnson* durante a preparação das amostras.



Fonte: Autor (2023).

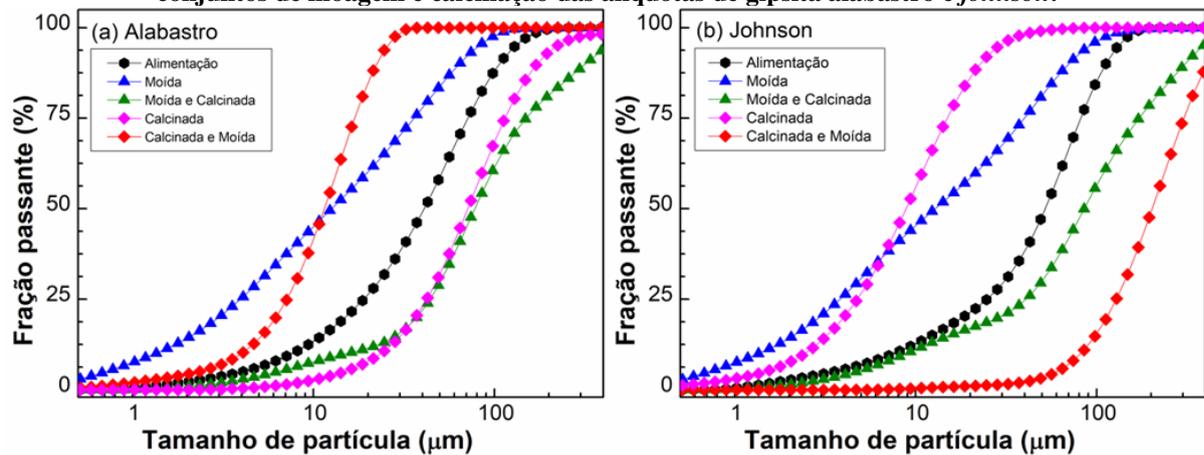
Constatou-se assim que a variação na produção foi praticamente a mesma (~14 %) para ambas as frações, também é possível observar para a faixa mais fina uma zona de constância entre os ciclos 13 e 18. Entretanto a faixa mais grossa apresenta uma leve redução de produção a cada ciclo, quando esta chega ao seu ponto crítico (ciclo 18) a granulometria de alimentação do próximo ciclo é afetada, causando grandes variações nos ciclos seguintes, o mesmo padrão é visto no ciclo 9. No total (22 ciclos) foram produzidos 336,2 g para a faixa $105 \times 150 \mu\text{m}$ e 186,5 g para a faixa $75 \times 105 \mu\text{m}$. Estes produtos foram homogeneizados com as respectivas alíquotas produzidas anteriormente (Tabela 2) totalizando uma massa de 524,2 g e 409,2 g, respectivamente para as faixas $105 \times 150 \mu\text{m}$ e $75 \times 105 \mu\text{m}$. Para a gipsita alabastro, não foi necessário a preparação adicional de amostras. Logo, as massas foram as mesmas apresentadas na Tabela 2, quais sejam: 469,0 g para a faixa $105 \times 150 \mu\text{m}$ e 443,4 g para a faixa $75 \times 105 \mu\text{m}$.

4.2 Influência da Rota de Processamento

4.2.1 Análise Dimensional e Morfológica

A Figura 9 apresenta as curvas de distribuição granulométrica da alimentação (75x105 μm) e das alíquotas moídas e calcinadas (M-C) e calcinadas e moídas (C-M). É possível observar que as alíquotas M-C apresentam comportamentos semelhantes para os dois tipos de gipsita. Observa-se um deslocamento progressivo das curvas para a esquerda caracterizando a redução do tamanho de partícula com o aumento do tempo de moagem. Observa-se aumento da granulometria na curva referente à alíquota calcinada, indicando aglomeração de partículas que pode estar relacionado com a alta higroscopicidade do gesso. Nas alíquotas C-M houve maior variação das distribuições granulométricas. Após calcinação, a curva granulométrica do alabastro apresenta deslocamento para a direita indicando aumento na granulometria. Para a gipsita *johnson*, ocorre o oposto: a curva se desloca para a esquerda, indicando redução do tamanho de partícula. Quanto ao efeito das etapas de moagem, também é observado um comportamento distinto: para o alabastro a curva se desloca para a esquerda; para a gipsita *johnson* a curva se desloca para direita, sugerindo aglomeração de partícula.

Figura 9 – Curvas de distribuição granulométrica da alimentação e dos produtos dos ensaios unitários e conjuntos de moagem e calcinação das alíquotas de gipsita alabastro e *johnson*.



Fonte: Martins (2023).

O resultado quantitativo das análises granulométricas é apresentado na Tabela 5 por meio dos diâmetros característicos (d_{10} , d_{50} , e d_{90}), da área superficial específica (SSA), da heterogeneidade da distribuição (d_{90}/d_{10}) e do fator de redução no d_{50} . Como observado qualitativamente, os valores de d_{50} para a rota M-C apresentam comportamentos semelhantes para os dois tipos de gipsita. Para a rota C-M o d_{50} variou de forma diferente entre as amostras após calcinação, pois foi observado um aumento de ~80 % para o d_{50} do alabastro e uma redução de ~70 % para o d_{50} da gipsita *johnson*. Quanto à heterogeneidade, para a rota M-C observa-se

a mesma tendência para as duas gipsitas: d_{90}/d_{10} aumenta progressivamente com a moagem e diminui com a calcinação. Para a rota C-M a heterogeneidade diminui com a calcinação e aumenta levemente com a moagem. Além disso a Tabela 5 também apresenta a granulometria do gesso comercial, adquirido para comparação aos resultados obtidos, este apresenta resultados semelhantes aos da gipsita *johnson* na rota convencional.

Tabela 5 – Resultados das análises granulométricas das alíquotas de gipsita alabastro e *johnson* após as etapas moagem-calcinação e calcinação-moagem.

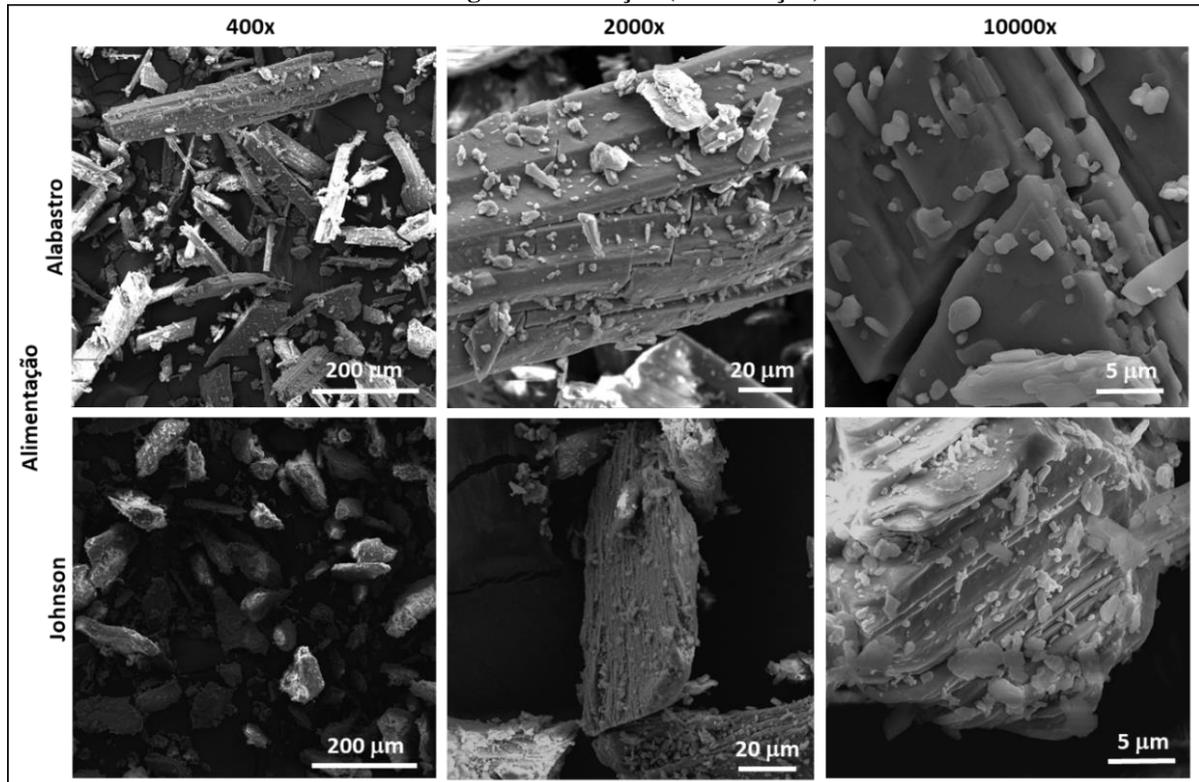
Rota	Parâmetros	Alimentação	Tempo de Moagem			Calcinação	
			1h	2h	3h		
Moída e Calcinação	ALABASTRO	d10	8,17 ± 0,14	2,74 ± 0,38	1,90 ± 0,04	1,40 ± 0,04	13,97 ± 5,70
		d50	44,54 ± 0,74	22,48 ± 2,43	17,22 ± 0,18	13,35 ± 0,18	78,52 ± 10,46
		d90	123,17 ± 10,17	81,20 ± 5,71	76,17 ± 2,24	68,63 ± 0,98	317,64 ± 22,09
		SSA (cm ² /g)	1557,00 ± 24,99	4441,56 ± 397,42	5844,16 ± 43,29	7373,74 ± 139,16	1007,22 ± 264,12
		d90/d10	15,1	29,6	40,1	49,0	22,7
		FR (d50)	-	2,0	2,6	3,3	0,57
	JOHNSON	d10	8,06 ± 0,02	2,49 ± 0,37	1,65 ± 0,05	1,49 ± 0,09	27,00 ± 14,88
		d50	56,40 ± 0,71	26,71 ± 2,12	17,33 ± 0,34	14,10 ± 0,49	103,52 ± 28,29
		d90	122,54 ± 2,33	90,32 ± 5,97	81,13 ± 2,40	78,60 ± 3,47	337,85 ± 31,92
		SSA (cm ² /g)	1538,24 ± 5,00	4595,24 ± 424,35	6493,51 ± 129,87	6911,98 ± 213,54	735,28 ± 303,95
		d90/d10	15,2	36,3	49,2	52,8	12,5
		FR (d50)	-	2,1	3,3	4,0	0,54
Calcinação e Moída	ALABASTRO	d10	8,17 ± 0,14	4,74 ± 0,34	5,55 ± 0,33	5,24 ± 1,17	25,42 ± 0,29*
		d50	44,54 ± 0,74	16,50 ± 0,54	16,68 ± 0,29	15,38 ± 3,29	76,64 ± 0,34*
		d90	123,17 ± 10,17	38,65 ± 1,02	40,42 ± 5,01	36,74 ± 11,76	185,64 ± 2,64*
		SSA (cm ² /g)	1557,00 ± 24,99	3112,55 ± 158,41	2777,78 ± 164,86	3139,97 ± 639,42	545,45 ± 7,50*
		d90/d10	15,1	8,2	7,3	7,0	7,3*
		FR (d50)	-	2,7	2,7	2,9	0,6*
	JOHNSON	d10	8,06 ± 0,02	2,72 ± 0,46	5,18 ± 0,53	78,08 ± 9,86	2,62 ± 0,03*
		d50	56,40 ± 0,71	9,64 ± 0,57	15,90 ± 1,24	202,13 ± 21,97	9,73 ± 0,27*
		d90	122,54 ± 2,33	19,73 ± 0,50	36,32 ± 3,56	413,44 ± 44,51	25,52 ± 2,19*
		SSA (cm ² /g)	1538,24 ± 5,00	5151,51 ± 489,77	2917,75 ± 257,13	193,36 ± 25,28	5252,53 ± 238,42*
		d90/d10	15,2	7,3	7,0	5,3	9,7*
		FR (d50)	-	5,9	3,5	0,3	5,8*
Comercial	d10	-	-	-	-	25,83 ± 4,87	
	d50	-	-	-	-	86,59 ± 16,05	
	d90	-	-	-	-	347,43 ± 31,41	
	SSA (cm ² /g)	-	-	-	-	610,39 ± 65,13	
	d90/d10	-	-	-	-	13,5	
	FR (d50)	-	-	-	-	-	

* Medida realizada antes da moagem.

Fonte: Autor (2024).

A Figura 10 apresenta micrografias eletrônicas da alimentação na faixa 75x105 µm dos dois tipos de gipsita, em três aumentos distintos, quais sejam: 400x, 2000x e 10000x. Nos menores aumentos destaca-se a diferença do hábito fibroso e alongado da gipsita alabastro e do hábito granular da gipsita *johnson*. Para o maior aumento, a gipsita *johnson* também mostra uma microestrutura na forma de camadas que é uma consequência do empilhamento atômico das camadas de água e das camadas dos grupos aniônicos SO₄⁻² e dos íons Ca²⁺ como mostrado na Figura 1.

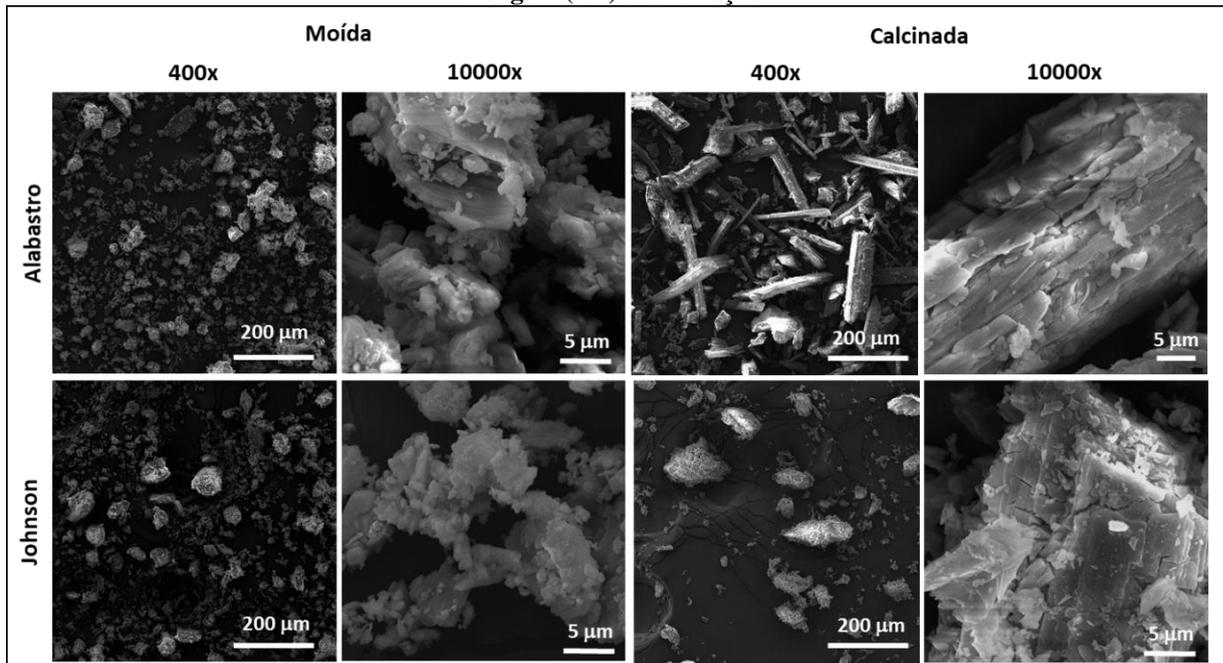
Figura 10 - Micrografias eletrônicas das amostras de gipsita alabastro e *johnson* empregadas nos ensaios de moagem e calcinação (alimentação).



Fonte: Martins (2023).

A Figura 11 apresenta as micrografias eletrônicas dos dois tipos de gipsita após as etapas de moagem e calcinação, em dois aumentos quais sejam: 400x e 10000x. As imagens de menor aumento mostra que as gipsitas moídas apresentam produtos similares, ou seja, não é observado diferença morfológica entre as partículas de alabastro e *johnson*. Para o maior aumento a gipsita alabastro apresenta traços do seu hábito fibroso, indicando assim que a etapa de moagem destrói significativamente a morfologia original das partículas. Também observar-se que partículas mais finas tendem a recobrir partículas parcialmente quebradas de maior tamanho formando aglomerados. Isto parece mais evidente para a gipsita *johnson*. Nas amostras calcinadas observa-se que, a gipsita alabastro, mantém hábito fibroso da alimentação (Figura 10), ou seja, a calcinação não altera o hábito cristalino. Os dois tipos de gipsita apresentam microfissuras, causadas pela desidratação. Ou seja, a volatilização da água estrutural deve ocorrer por meio de canais que resultam nas microfissuras. Comparado com as micrografias das amostras de partida, observa-se claramente o aspecto mais friável das partículas após a calcinação, demonstradas pela aparição de microtrincas geradas no processo de liberação da água. Esperava-se que esta micro-fragilização contribuisse com a redução do tamanho de partícula nas etapas de moagem.

Figura 11 – Micrografias eletrônicas das amostras de gipsita alabastro e *johnson* após os ensaios únicos de moagem (3 h) e calcinação.



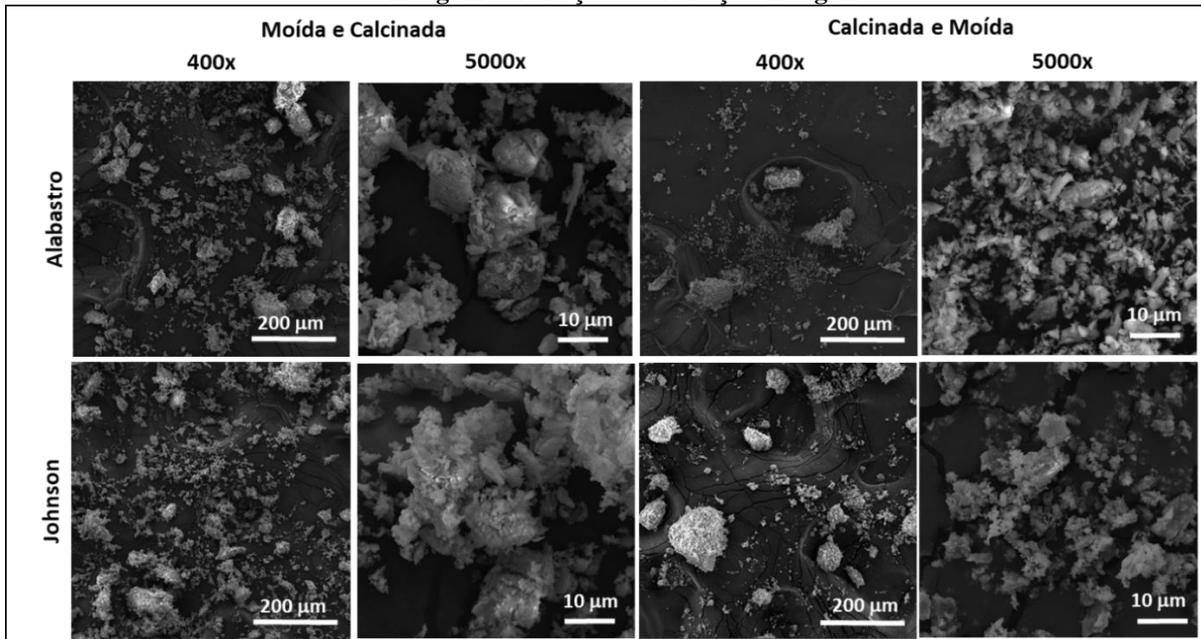
Fonte: Martins (2023).

Observando as imagens da alimentação (Figura 10) e das amostras calcinadas (Figura 11) dos dois tipos de gipsita, podemos propor uma explicação para o comportamento distinto observado nas distribuições granulométricas (Figura 9; Tabela 5) para rota C-M. O fato da gipsita *johnson* ter apresentado significativa redução de tamanho de partícula com a calcinação pode ser explicado pela distribuição mais isotrópica dos poros (vazios) gerados pela remoção das 3/2 moléculas de água durante a desidratação. Acredita-se que o hábito fibroso da gipsita alabastro possa induzir uma orientação preferencial desses poros pelo fato das camadas atômicas de água estrutural estarem mais alinhadas em maiores extensões dentro de cada partícula. Para a gipsita *johnson*, o hábito granular não oferece direção preferencial dos poros e vazios em longo alcance. Desta forma, a desidratação promove a extração da água em múltiplas direções, causando maior tensão termomecânica no interior da partícula. Conseqüentemente, ocorre a fragilização e a quebra das partículas o que explica a grande redução de tamanho observada na análise granulométrica da gipsita *johnson* unicamente calcinada.

A Figura 12 apresenta as micrografias eletrônicas (aumentos 400x e 5000x) dos produtos dos dois tipos de gipsita após as sequencias alternadas moagem-calcinação (M-C) e calcinação-moagem (C-M). Para as gipsitas que passaram pela rota convencional moagem-calcinação, em ambos os aumentos se observa pequenos tamanhos das partículas e aglomeração de finos. Para as gipsitas que passaram pelo processo calcinação-moagem, observa-se maior quantidade e tamanho dos aglomerados sobretudo para a gipsita *johnson*. Nas duas rotas, as

micrografias da gipsita alabastro não apresentam indícios do habito fibroso, indicando a destruição do habito cristalino pela moagem, independente da rota de processamento.

Figura 12 – Micrografias eletrônicas de detalhes das amostras de gipsita alabastro e *johnson* após ensaios de moagem-calcinação e calcinação-moagem.



Fonte: Martins (2023).

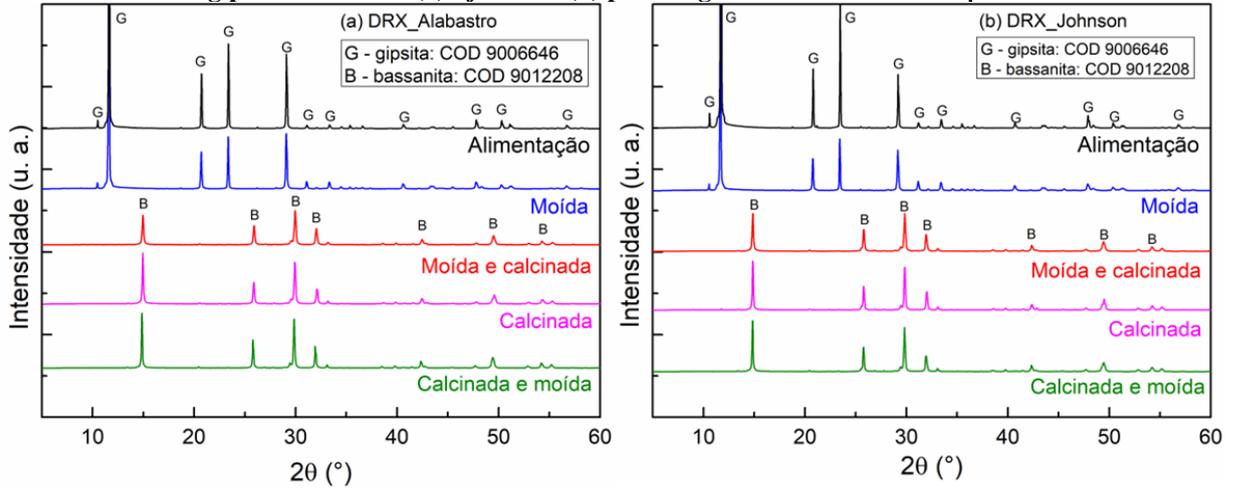
4.2.2 Análise Estrutural

A Figura 13 apresenta os difratogramas da alimentação e dos produtos da moagem, calcinação, moagem-calcinação e calcinação-moagem das gipsitas alabastro e *johnson*. Observa-se que apenas os picos de difração da gipsita foram identificados na alimentação, indicando que não há diferença na composição mineralógica das amostras. Verifica-se que as gipsitas que foram apenas moídas, não apresentaram mudanças de fase, nem amorfização. Mas, houve uma diminuição sistemática na intensidade dos picos, o que não foi observado para as gipsitas moídas após a calcinação. Para as amostras que passaram pela etapa de calcinação, foram identificados apenas os picos de difração da bassanita, não houve resquício significativo de gipsita, nem a produção de anidrita, indicando a eficácia da etapa de calcinação.

A Figura 14 apresenta a análise de espectroscopia infravermelho das alíquotas de gipsita alabastro e *johnson* para a faixa granulométrica 75x105 µm. Nos espectros é possível observar a existência das bandas de absorção em 3524, 3398 e 3240 cm⁻¹ que estão relacionados à presença das vibrações de estiramento do grupo O-H proveniente da água estrutural da gipsita. As bandas em 1681 e 1620 cm⁻¹ correspondem à vibração de flexão do O-H da água estrutural. Por sua vez, as bandas associadas ao grupo sulfato (SO₄⁻²) foram evidenciadas em 1103 e 1003

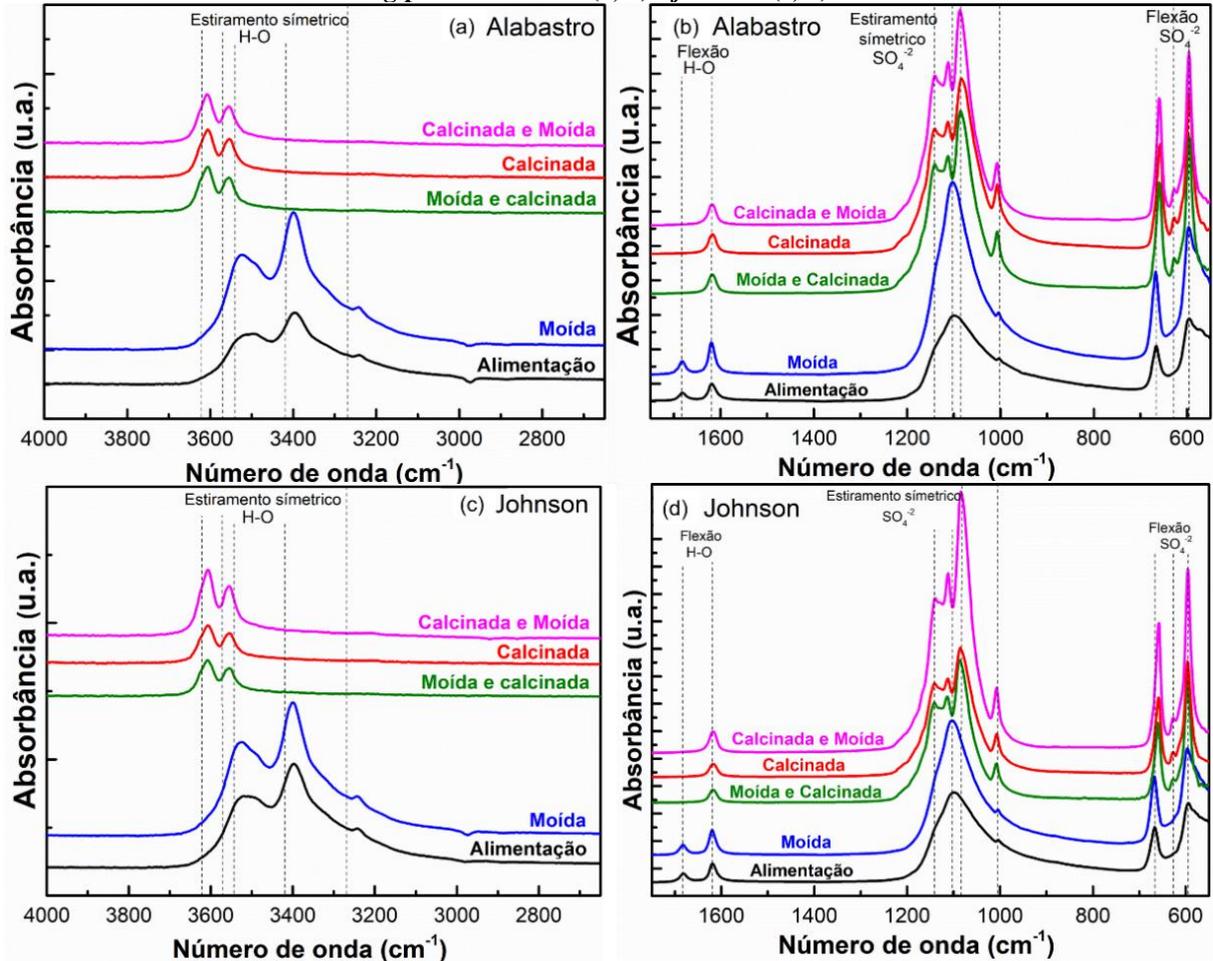
cm^{-1} que estão relacionados à presença das vibrações de estiramento do grupo SO_4^{2-} . As bandas a 667 e 596 cm^{-1} estão associadas à vibração de flexão do SO_4^{2-} (Ross, 1974).

Figura 13 – Difratomogramas de raios X da alimentação e produto das etapas de moagem e calcinação das gipsitas alabastro (a) e johnson (b) para as granulometrias $75 \times 105 \mu\text{m}$.



Fonte: Martins (2023).

Figura 14 – Espectros infravermelho da alimentação e produto dos ensaios de moagem e calcinação das gipsitas alabastro (a, b) e johnson (c, d).



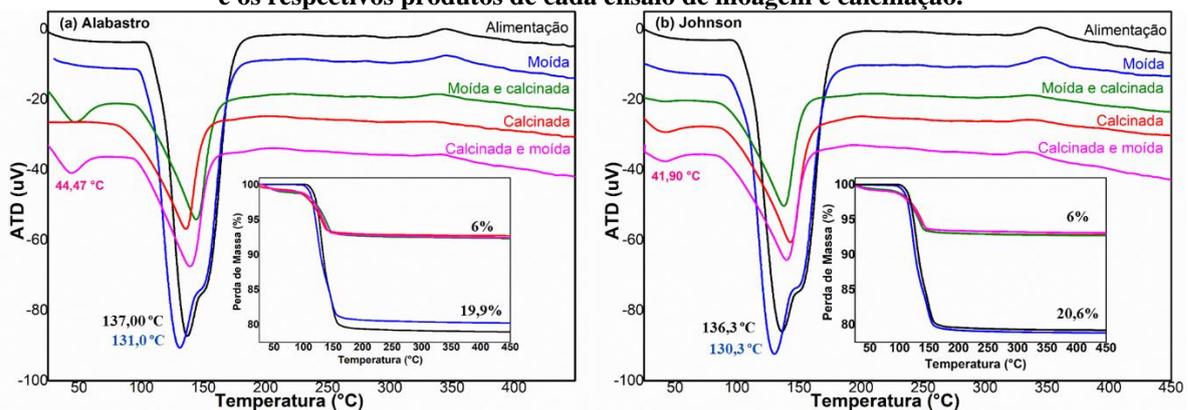
Fonte: Adaptado (Martins, 2023).

Pela análise desta figura, observa-se que os espectros dos produtos da moagem apresentam maior intensidade de absorvância. Isto porque, durante a medida, as partículas mais finas deixam menos interstícios ocasionando um melhor recobrimento do cristal analisador. Não há indícios de modificações estruturais geradas pelo processo de moagem, visto que as mesmas bandas foram obtidas em todos os espectros com intensidades e posições bem definidas. Após a calcinação houve deslocamento das bandas O-H (estiramento) e segmentação das bandas SO_4^{2-} (flexão e estiramento).

4.2.3 Análise da Decomposição Térmica

A Figura 15 apresenta as curvas termodiferencial (ATD) e termogravimétrica (TG) da alimentação e dos produtos dos ensaios de moagem e calcinação das amostras de gipsita alabastro e *johnson*. A partir das curvas ATD da alimentação e da amostra apenas moída, foram observados três eventos térmicos referentes a decomposição térmica da gipsita, quais sejam: (i) a liberação de uma molécula e meia de H_2O formando a bassanita (gesso); (ii) liberação de meia molécula de H_2O formando anidrita III (CaSO_4) e (iii) a transformação em anidrita II (Baltar, Bastos e Luz, 2008), indicando assim, que a moagem em moinho de bolas não influencia na natureza estrutural da gipsita. Contudo, após os ensaios de calcinação as curvas apresentaram apenas os eventos (ii) e (iii), indicando que o material de análise inicial foi a bassanita. O evento observado à temperatura de $\sim 45^\circ\text{C}$ é a liberação da água superficial/umidade da amostra.

Figura 15 – Curvas das análises térmicas ATD-TG das gipsitas alabastro (a) e *johnson* (b) da alimentação e os respectivos produtos de cada ensaio de moagem e calcinação.



Fonte: Martins (2023).

A Tabela 6 mostra de forma quantitativa as temperaturas de decomposição térmica, a perda de massa e energia de ativação de cada mudança de fase do mineral. Após o ensaio de moagem houve queda de $\sim 6^\circ\text{C}$ na temperatura de transformação da gipsita em bassanita (gesso), a diminuição da temperatura de decomposição pode indicar a necessidade de menos energia na etapa de calcinação com a redução do tamanho de partícula. Para a análise TG, os resultados foram semelhantes para os dois tipos de gipsita em ambas as rotas de processamento.

Tabela 6 – Resultados quantitativos das análises térmicas ATD-TG das gipsitas.

Etapas	Variedade de gipsita	Temperatura (°C)		Perda de Massa (%)	Ea (J/g)
		gipsita-bassanita	bassanita-anidrita III		
alimentação	A	137,0	149,0	20,5	902
	J	136,3	151,7	20,5	898
moído	A	131,0	148,2	19,2	819
	J	130,3	149,7	20,7	887
moído e calcinado	A	-	144,2	6,0	255
	J	-	137,7	6,0	263
calcinado	A	-	135,8	6,1	270
	J	-	143,3	6,0	264
calcinado e moído	A	-	139,4	6,0	266
	J	-	140,4	5,5	234

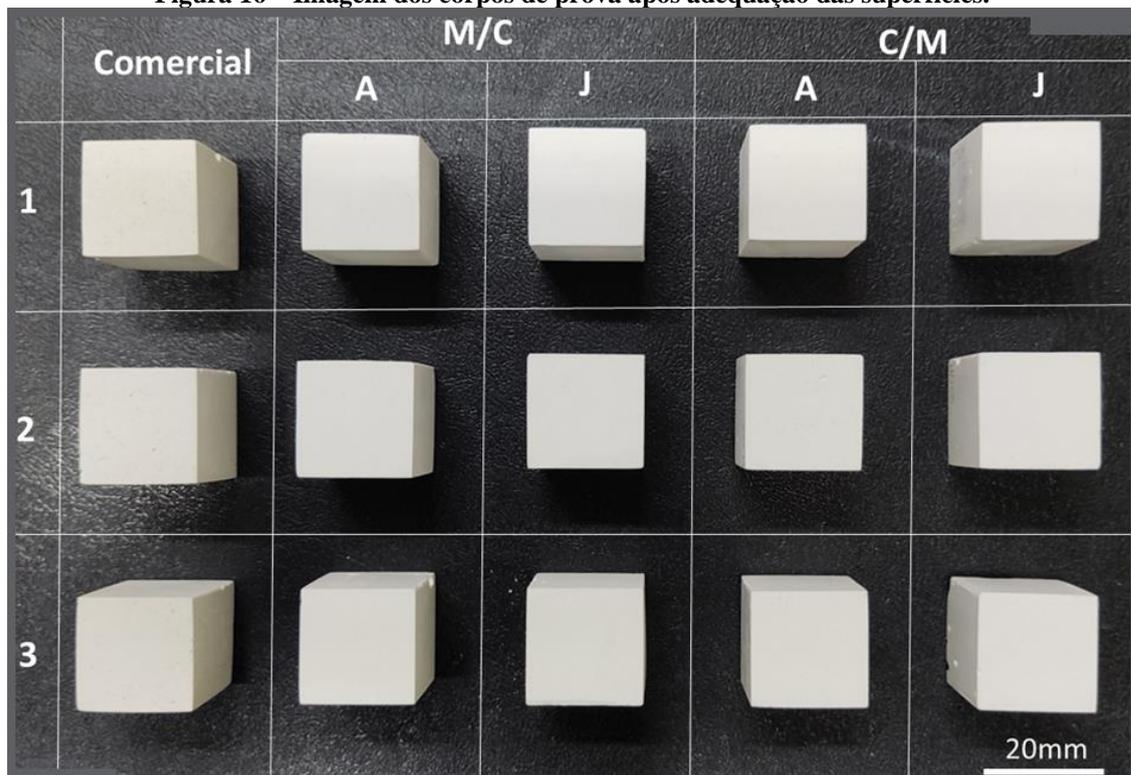
Fonte: Martins (2023).

4.3 Resistência à Compressão

4.3.1 Avaliação da Qualidade dos Corpos de Prova

A Figura 16 apresenta os corpos de prova confeccionados e ajustados superficialmente, sendo 3 de cada um dos materiais, quais sejam: gesso comercial usado como referência e os gessos produzidos nas duas rotas distintas de processamento moída-calcinada e calcinada-moída a partir das gipsitas alabastro e *johnson*, totalizando 15 corpos de prova. Observa-se que as faces viradas para cima não apresentam defeitos, mostrando que todos os corpos de prova, tem pelo menos uma face macroscopicamente em ótimo estado.

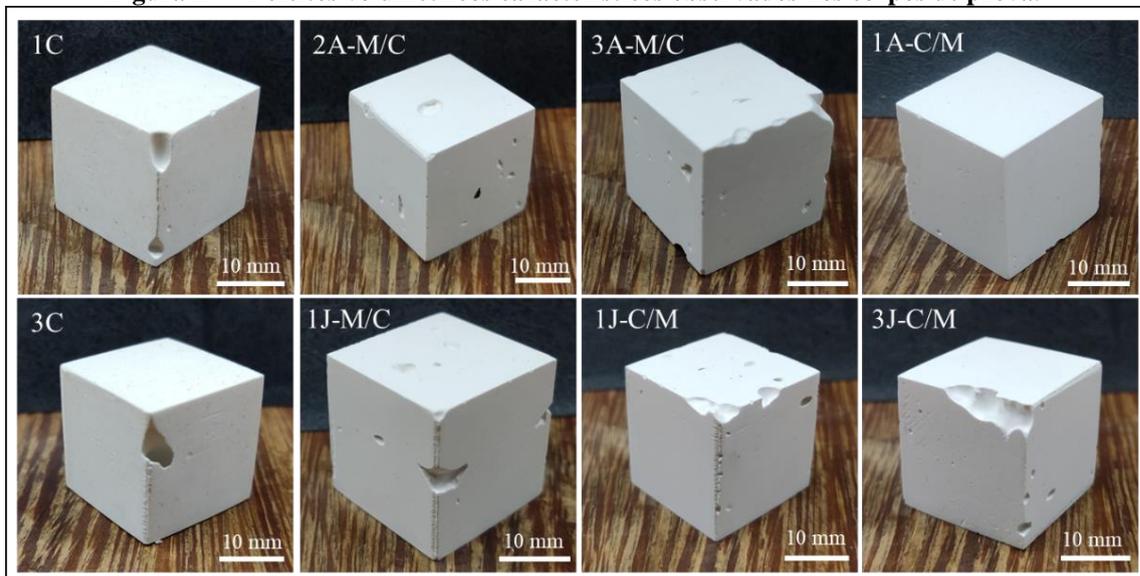
Figura 16 – Imagem dos corpos de prova após adequação das superfícies.



Fonte: Autor (2024).

A Figura 17 mostra os principais defeitos que apareceram durante a preparação dos corpos de prova, visualmente é possível inferir que as amostras da gipsita *johnson* apresentaram mais defeitos do que as da gipsita alabastro, ambas apresentaram imperfeições tanto nas faces quanto nas arestas do cubo, mas o gesso comercial apresentou defeitos apenas nas arestas. Verificou-se que os defeitos foram criados por bolhas de ar que se formaram durante o preenchimento do molde com a pasta de gesso. Estes defeitos podem ser reduzidos utilizando uma mesa vibratória ou um ultrassom. Para efeito de comparação e análise comutativa das variedades de gipsita também foram produzidos corpos de prova obtidos a partir de uma mistura com alabastro (30%) – *johnson* (70%) preparada na rota direta (M-C).

Figura 17 – Defeitos volumétricos característicos observados nos corpos de prova.



Fonte: Autor (2024).

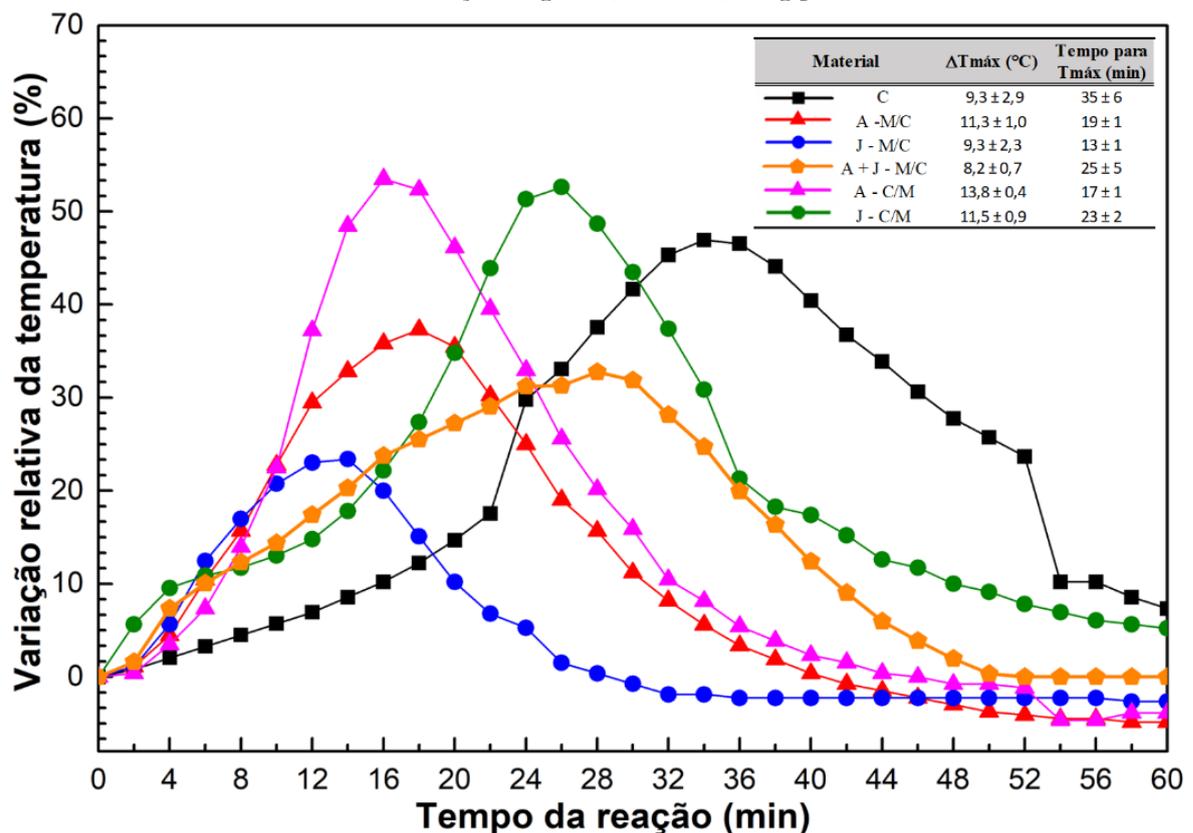
4.3.2 Cinética da Hidratação e Tensão de Ruptura dos Corpos de Prova

A Figura 18 apresenta as curvas de variação relativa da temperatura da amostra durante a reação de hidratação do gesso. Na análise a temperatura 0 °C representa a temperatura ambiente no início da confecção do corpo de prova, qualitativamente observa-se variações na intensidade da reação e sua duração. Quanto a intensidade da reação, em ambas as rotas a gipsita alabastro apresentou temperatura máxima maior que a gipsita *johnson*. Em relação ao processamento, as alíquotas da rota calcinada-moída (C-M) apresentaram maior variação de temperatura que a rota moída-calcinada (M-C) nos dois tipos de gipsita. O gesso comercial apresentou intensidade intermediária entre as duas rotas. Em relação ao tempo da reação a gipsita alabastro manteve-se próxima nas duas rotas de processamento 18 min para a rota M-C e 16 min para a rota C-M, para gipsita *johnson* houve maior variação, 14 min para a rota M-C e 26 min para a rota C-M,

indicando assim que o gesso produzido pela rota convencional, tem um tempo de pega menor do que a rota alternativa para a gipsita *johnson* e a cinética de reação da gipsita alabastro é mais uniforme. O gesso comercial apresentou o maior tempo de reação sendo de 34 min.

Ferreira (2017) avaliou a tempo de pega durante a hidratação do gesso, foram utilizados dois grupos de amostra, quais sejam: consistência normal (relação água/gesso média de 0,46) e outro grupo com relação água/gesso igual à 0,80. A autora verificou que as pastas de gesso com maior quantidade de sólidos (0,46) atingiram a temperatura máxima de reação em ~35 min, enquanto a pasta mais flúida (0,80) demorou ~5 min à mais. Constatamos, que os tempos obtidos para o gesso comercial, estão conformes com os valores obtidos por Ferreira (2017). Portanto, concluímos que a metodologia adotada no presente estudo, apresenta resultados coerentes.

Figura 18 – Evolução da variação relativa da temperatura da pasta durante a reação exotérmica de transformação do gesso (bassanita) em gipsita.

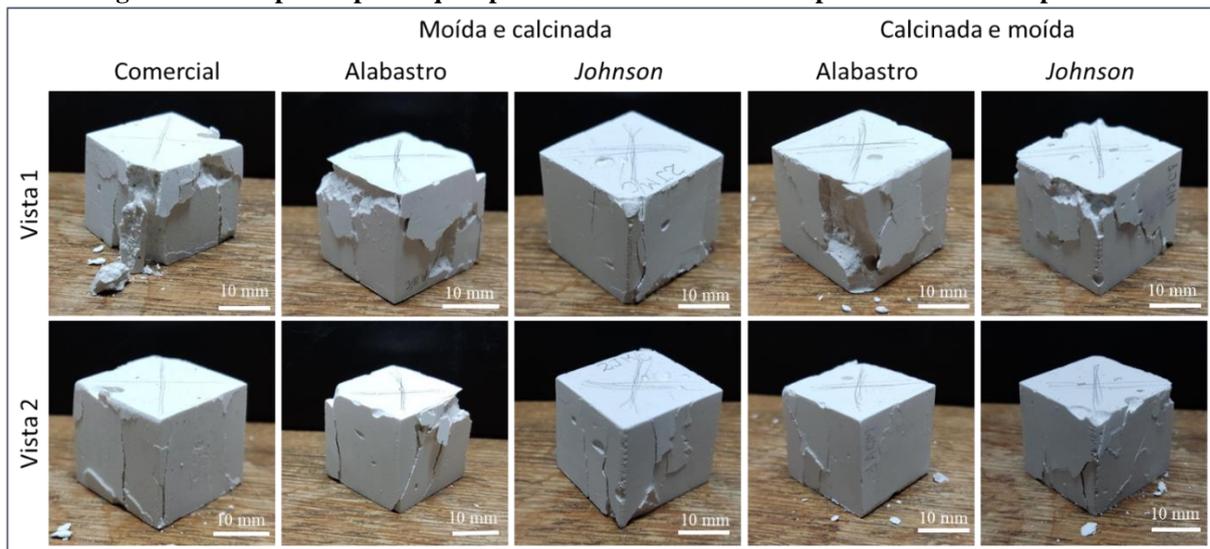


Fonte: Autor (2024).

A Figura 19 mostra os corpos de prova que apresentaram mais fraturas após o ensaio de compressão em duas vistas distintas (rotação 180°). O x demarcado na face superior dos corpos de prova determina a face de aplicação de tensão durante o ensaio. Qualitativamente o conjunto *johnson* na rota moída e calcinada, é o que menos apresentou fraturas, para a amostra

johnson C-M vista 1 e 2, e a alabastro M-C vista 2, é possível observar a propagação da fratura no plano máximo de cisalhamento (45°), o que não é observado para as outras amostras.

Figura 19 – Corpos de prova que apresentaram mais fraturas após o ensaio de compressão.



Fonte: Autor (2024).

A Tabela 7 apresenta os resultados quantitativos médios da geometria e massa dos corpos de prova e a resistência à compressão. Observa-se uniformidade na massa e no volume das amostras, mostrando que há pouca variação na constituição física dos corpos de prova. A taxa de compressão manteve-se estável mostrando controle na aplicação da força e reprodutibilidade dos ensaios. Quanto a resistência à compressão os valores médios ficaram entre 14 e 18 MPa acima do mínimo especificado pela NBR 13207 (1994) que é de 8,4 MPa. O gesso comercial apresentou a menor resistência entre os gessos ensaiados. A tensão de ruptura apresentou as maiores variações para a rota convencional (M-C) com desvios padrão de 3,2 e 5,4 para as gipsitas alabastro e *johnson* respectivamente. A gipsita alabastro apresentou tensão de ruptura levemente superior para a rota calcinada e moída (C-M), enquanto para a gipsita *johnson* o resultado foi o inverso. Os corpos de prova proveniente da mistura (A+J) com 30% alabastro e 70% *johnson* teve comportamento similar com as demais amostras, não indicando significativos problemas na blendagem das gipsitas.

Os valores obtidos neste estudo utilizando relação água/gesso iguais à 0,50 ficaram próximos aos resultados de Ferreira (2017) que obteve resistência à compressão para as pastas dosadas com a consistência normal (0,46) entre 16,97 e 24,02 MPa. Porém, a autora verificou que as pastas com relação água/gesso igual à 0,8, os valores resultantes foram entre 5,38 e 6,89 MPa, abaixo do mínimo exigido para norma.

Tabela 7 – Parâmetros físicos dos corpos de prova e resultados dos ensaios de compressão. Média e desvio-padrão referente a três corpos de prova ensaiados.

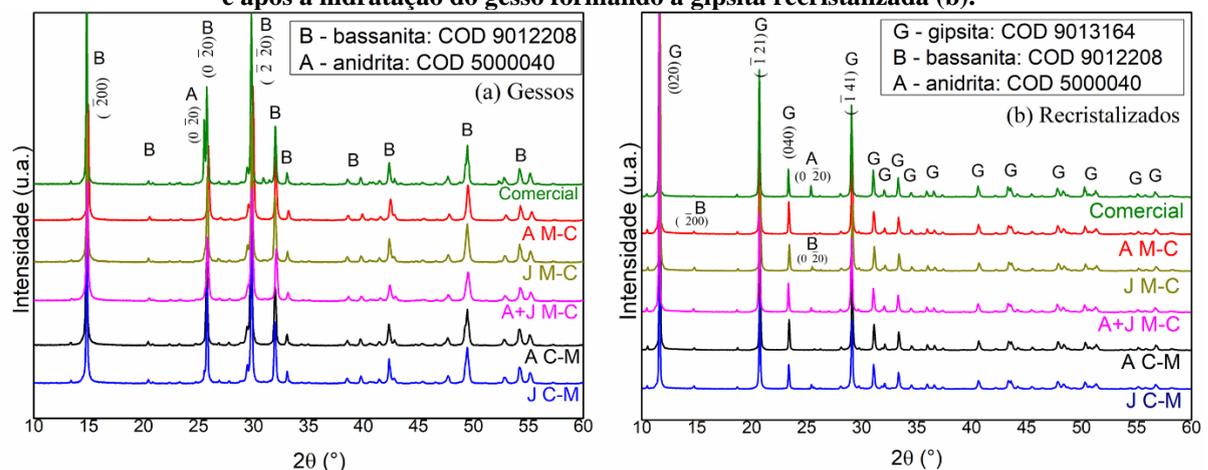
Rota	Variedade de Gipsita	Massa (g)	Volume (cm ³)	Taxa de Compressão (MPa/s)	Tensão de ruptura (MPa)
Comercial	-	10.666 ± 0,188	8,092 ± 0,116	0,262 ± 0,067	14,57 ± 1,96
Moída e calcinada	A	10.710 ± 0,264	8,184 ± 0,103	0,287 ± 0,055	16,82 ± 3,20
	J	10.710 ± 0,134	8,188 ± 0,069	0,266 ± 0,063	17,78 ± 5,41
	A + J	10.770 ± 0,557	8,094 ± 0,381	0,301 ± 0,108	15,97 ± 2,94
Calcinada e moída	A	10.310 ± 0,081	8,182 ± 0,047	0,280 ± 0,052	17,67 ± 1,66
	J	10.273 ± 0,335	8,232 ± 0,054	0,241 ± 0,039	16,91 ± 2,17

Fonte: Autor (2024).

4.2.3 Caracterização da Gipsita Recristalizada

A Figura 20 apresenta os difratogramas dos materiais na forma de gesso (bassanita) que foram utilizados para a confecção dos corpos de prova e na forma de gipsita recristalizada formada após a etapa de hidratação do gesso. Qualitativamente, é possível observar que os difratogramas do gesso se diferenciam dos difratogramas da gipsita recristalizada, principalmente, pela ausência do pico relacionado ao plano (020) característico da gipsita, e pela presença dos picos referente aos planos ($\bar{2}00$) e ($0\bar{2}0$) característicos da bassanita. Após a reidratação do gesso é possível observar a formação dos planos referente a gipsita, porém ainda é possível observar a presença dos planos característicos da bassanita nos difratogramas da gipsita recristalizada (Figura 20b). Provavelmente a reidratação dos gessos estudados não foi suficiente para retorna a estrutura cristalina da gipsita natural. Indicando assim que ocorreu uma recristalização parcial das amostras. Os difratogramas do gesso comercial indicam presença de anidrita referentes ao plano cristalino ($0\bar{2}0$), que mesmo depois da recristalização permaneceu na estrutura. Não houve formação de anidrita em nenhuma das outras amostras, indicando assim que o gesso comercial, possivelmente foi calcinado a temperaturas mais altas do que as usadas nesse estudo.

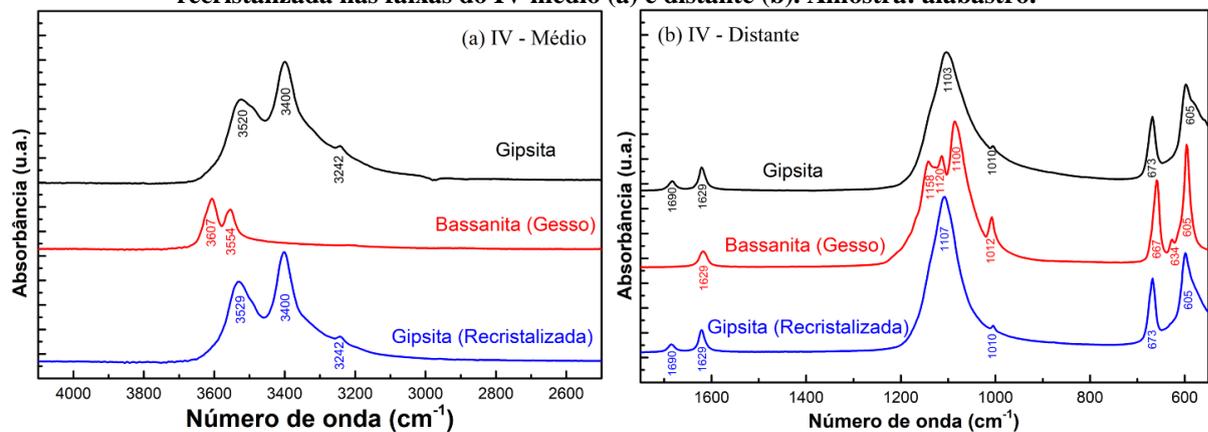
Figura 20 – Difratogramas de raios X obtidos dos gessos utilizados para confecção dos corpos de prova (a) e após a hidratação do gesso formando a gipsita recristalizada (b).



Fonte: Autor (2024)

A Figura 21 apresenta os espectros de infravermelho característicos da gipsita em função dos processos de calcinação e recristalização. Os espectros de infravermelho da bassanita se diferenciam dos espectros da gipsita, principalmente, pela presença das bandas de absorção 634 , 1100 , 1120 e 1158 cm^{-1} ; e pela ausência da banda 1690 cm^{-1} (Araújo, 2024). Ainda é possível observar que as bandas da gipsita natural e da gipsita recristalizada, são praticamente idênticas. Indicando assim que utilizar apenas o método de espectroscopia de infravermelho, não é suficiente para identificar, os resquícios de bassanita presentes na estrutura cristalina após a recristalização, que foram evidenciados no DRX (Figura 20).

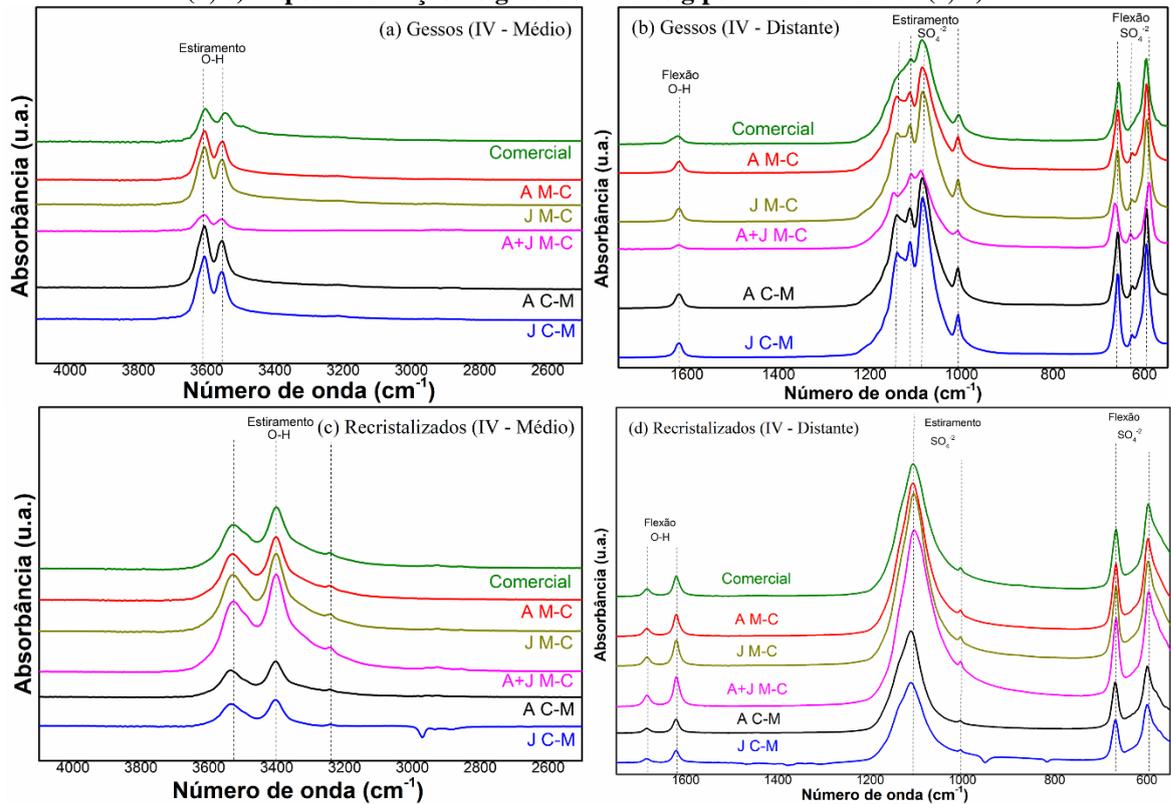
Figura 21 – Espectros de infravermelho característicos da gipsita moída, da bassanita (gesso) e da gipsita recristalizada nas faixas do IV médio (a) e distante (b). Amostra: alabastro.



Fonte: Araújo (2024).

A Figura 22 apresenta os espectros de infravermelho das amostras estudadas, antes e depois da recristalização. Na Figura 22(a) e 22(b) é possível observar que as bandas de absorção da bassanita (gesso), que estão relacionadas as vibrações de estiramento e flexão do grupo O-H (proveniente da água estrutural da gipsita) e do grupo sulfato (SO_4^{-2}), apesar de apresentarem posições e bandas diferentes, são as mesmas vibrações presentes nas bandas de absorção da gipsita recristalizada, discriminadas nos espectros da Figura 22(c) e 2(d). Comparando qualitativamente os espectros dos gessos, pode-se notar que o gesso comercial e o gesso da mistura (A + J), apresentam comportamento um pouco diferente das outras amostras, já que as bandas 1100 e 1158 cm^{-1} , relacionadas ao estiramento do SO_4^{-2} , na mistura estão deslocadas para a esquerda. Já o gesso comercial não apresenta as bandas 634 e 1100 cm^{-1} , relacionadas a flexão e ao estiramento do SO_4^{-2} . Após a recristalização, todas as amostras apresentam comportamento semelhante.

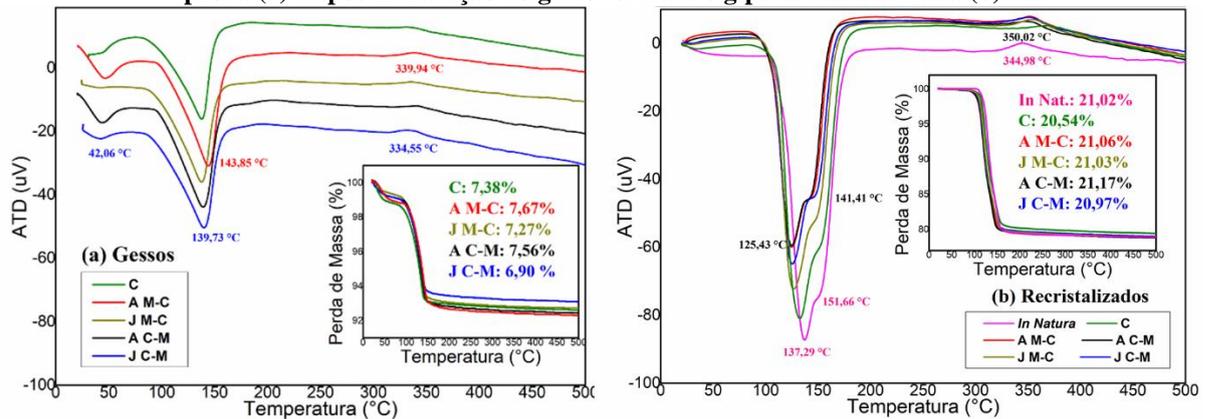
Figura 22 – Espectros de infravermelho obtidos dos gessos utilizados para confecção dos corpos de prova (a, b) e após hidratação do gesso formando gipsita recristalizada (c, d).



Fonte: Autor (2024).

A Figura 23 apresenta o resultado das análises termogravimétricas e termogravimétricas dos gessos utilizados para a produção dos corpos de prova (a) e das gipsitas recristalizadas após a hidratação do gesso (b), juntamente com a decomposição térmica da gipsita *in natura* (alimentação) para comparação. A partir das curvas ATD, em todas as amostras dos gessos (Fig 24a), foram observados dois eventos térmicos, quais sejam: (i) ~150 °C, liberação de meia molécula de H₂O formando anidrita III (CaSO₄) e (ii) ~350 °C, a transformação em anidrita II (Baltar; Bastos; Luz, 2008) definindo-se a ausência da fase gipsita. Para as curvas termogravimétricas após a recristalização possível observar que para todas as amostras além das transformações apresentadas no gesso, um terceiro evento térmico é observado (iii) ~130 °C, liberação de 1,5 moléculas de H₂O formando a bassanita (gesso) a partir da gipsita. Indicando que após a hidratação, o gesso retorna a estrutura de gipsita. As análises termogravimétricas apresentam valores similares para todas as amostras, para o gessos 7,2% e para as gipsitas recristalizadas 21%. Não há efeito aparente da rota de processamento na perda de massa em nenhuma das duas variedades. Outro aspecto observado é a redução da área dos eventos térmicos que está associada a diminuição da energia de ativação da reação de decomposição. Esse efeito deverá ser melhor analisado em estudos futuros.

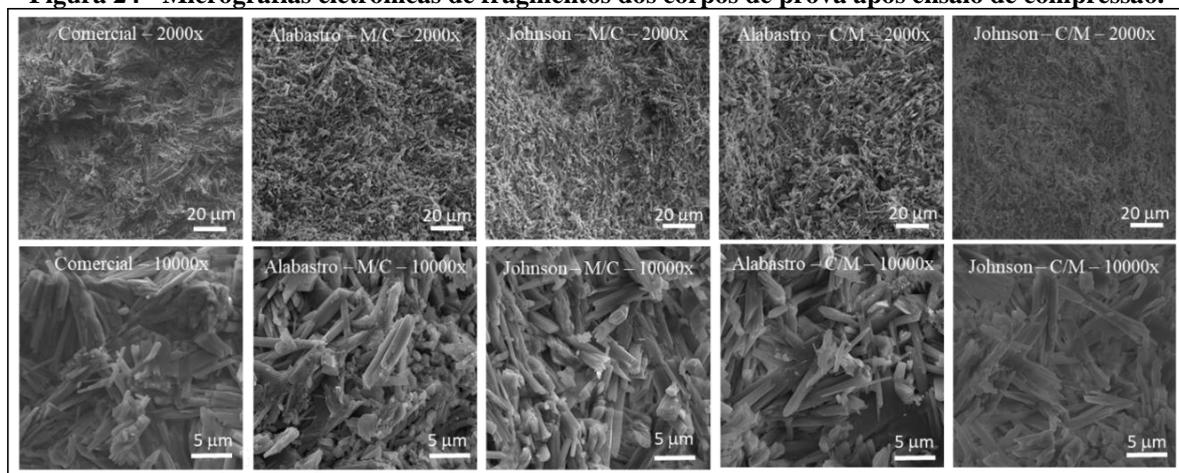
Figura 23 – Curvas de decomposição térmicas obtidas dos gessos utilizados para confecção dos corpos de prova (a) e após hidratação do gesso formando gipsita recristalizada (b).



Fonte: Autor (2024).

A Figura 24 apresenta as micrografias de fragmentos retirados dos corpos de prova logo após os ensaios de compressão. Todas as imagens mostram o hábito alongado (agulhas) dos microcristais de gipsita recristalizados a partir da hidratação do gesso, assim como descrito por Hincapié e Cincotto (1997), essas são observadas com mais nitidez nas amostras produzidas em laboratório, do que no comercial. A direção das agulhas é aquela do eixo **b** (Fig. 1) que corresponde à direção [010]. Uma análise quantitativa preliminar das imagens indicou que a dimensão longitudinal dos cristais variou entre 5 e 15 μm para todas as amostras. Logo, não é possível estabelecer uma relação direta entre o tempo para atingir a pico da transformação exotérmica (Figura 18) e a dimensão dos cristais. A micrografia de menor magnitude do gesso comercial sugere um fraturamento mais severo, em acordo com a menor resistência a compressão (Tabela 7). As micrografias confirmam que não há efeito significativo da rota de processamento (M-C; C-M) e tão pouco do hábito da amostra de partida (alabastro/fibroso; johnson/granular) sobre a resistência mecânica da gipsita recristalizada.

Figura 24 - Micrografias eletrônicas de fragmentos dos corpos de prova após ensaio de compressão.



Fonte: Autor (2024).

5 CONCLUSÃO

A distribuição granulométrica, o tamanho médio ($13 \mu\text{m} < d_{50} < 15 \mu\text{m}$) e a morfologia das partículas das variedades de gipsita alabastro e *johnson* são comparáveis decorridos as três horas de moagem em moinho de bolas. A aglomeração inviabilizou a extensiva produção de ultrafinos para ambas as variedades. Na rota moagem-calcinação (M-C), a temperatura da decomposição gipsita-bassanita (gesso) foi $\sim 6^\circ\text{C}$ menor em comparação com a rota C-M. Após calcinação (rota C-M), houve aumento de 70 % e redução de 80% no tamanho d_{50} do alabastro e da gipsita *johnson*, respectivamente. Esta diferença pode ser explicada pela maior extensão dos poros formados durante a desidratação do alabastro devido à orientação preferencial do hábito cristalino. Após moagem (rota C-M), houve uma redução de 5 vezes e um aumento de 20 vezes no tamanho d_{50} do alabastro e da gipsita *johnson*, respectivamente; o que pode indicar que a rota inversa seja interessante de ser considerada para o alabastro. Os parâmetros térmicos da transformação bassanita-gipsita acompanhados durante a hidratação do gesso, junto com os resultados dos ensaios de compressão mostraram total independência da tensão de ruptura em relação ao hábito cristalino das amostras de partida e ao sentido da rota de processamento (M-C ou C-M), apontaram para a viabilidade técnica das seguintes operações: (i) utilização de finos de alabastro para a produção de gesso tipo β e (ii) adição (mistura) de finos de alabastro no processamento da gipsita *johnson* sem qualquer comprometimento na resistência. Não há efeito aparente da rota de processamento na perda de massa em nenhuma das duas variedades. Em média, a tensão de ruptura atingida pelos lotes de alabastro e *johnson* cujos valores variaram entre 16 e 18 MPa, foram $\sim 20\%$ superior ao valor medido para o lote de gesso comercial. Para as gipsitas recristalizadas, as análises de difração de raios X mostraram presença sistemática de pequena concentração de bassanita. Por sua vez, as análises de espectroscopia infravermelha evidenciaram a completa transformação da bassanita em gipsita. Provavelmente, esta diferença se deve ao maior volume de amostra analisado na difração de raios X. As micrografias confirmam que não há efeito significativo da rota de processamento (M-C; C-M) e tão pouco do hábito da amostra de partida (alabastro/fibroso; *johnson*/granular) sobre a resistência mecânica da gipsita recristalizada. Este estudo mostra a importância de conectar cada vez mais as universidades com os polos industriais, caracterizando as dificuldades e os possíveis pontos de melhoria para a sociedade e para as empresas.

REFERÊNCIAS

- ARAÚJO, C. D. F. **Obtenção de gesso tipo beta a partir de ultrafinos de gipsita obtidos em moinhos de bolas e a jato: um estudo comparativo da viabilidade técnica.** Relatório Bolsista de Iniciação Científica – CNPq - UFPE. 2024.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13207:** gesso para construção civil. Rio de Janeiro, 1994.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13207:** gesso para construção civil - requisitos. Rio de Janeiro, 2. Ed. 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13207-3:** gesso para construção civil Parte 3: Determinação das propriedades mecânicas. Rio de Janeiro, 1. Ed. 2023
- AUSTIN, L.G.; BAGGA, P. An analysis of fine dry grinding in ball mills. **Powder Technology**, v. 28, p. 83-90, 1981.
- BALTAR, C.A. M.; BASTOS, F. F.; LUZ, A. B. Gipsita. In: LUZ, A. B.; LINS, F. F. **Rochas e Minerais Industriais**. 2ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, Cap. 23. p. 505-526, 2008.
- BARTHELMY, D. **Gypsum**. 2014. Disponível em: <<http://webmineral.com/data/Gypsum.shtml#.V5jG41QrLIU>>. Acesso em: 28 agosto 2024.
- BATISTA LEAL, S. O. **Moagem de minerais industriais em moinhos de alta energia: o problema da aglomeração de partículas ultrafinas.** Relatório Bolsista de Iniciação Científica – CNPq. P: 420002/2016-2 e CNPq / P: P: 170305/2017-1, Recife, 2018.
- BELL, F.G. **A survey of the engineering properties of some anhydrite and gypsum from the north and midlands of England.** *Engineering Geology*, v. 38, n. 1-2, p.1-23. 1994.
- DANA, J. D.; HURLBUT JUNIOR, C. S. **Manual de Mineralogia**. São Paulo: Livros Técnicos e Científicos, 1976.
- FERREIRA, F. C. **Estudo de caracterização do gesso para revestimento produzido no polo gesseiro do araripe.** Dissertação Mestrado, PPG Eng. Civil, UFPE, 2017.
- FUKAMI, T. et al. Synthesis, crystal structure, and thermal properties of CaSO₄·2H₂O single crystals. **International Journal of Chemistry**, v. 7, n. 2, p. 12-20, 2015.
- GUZZO, P. L.; *et al.* **Moagem de alabastro utilizando moinhos planetário e a jato: parâmetros operacionais e efeito do hábito cristalino.** In: **XXIX ENTMME**, Búzios-RJ, 2022.

- HINCAPIÉ, A. M.; CINCOTTO, M. A. Efeito de retardadores de pega no mecanismo de hidratação e na microestrutura do gesso de construção. **Ambiente Construtivo**, São Paulo, v. 1, n. 2, 1997.
- IDELFONSO, M.L. **Moagem de gipsita em moinho a jato: adequação de parâmetros operacionais e efeito do hábito cristalino na produção de ultrafinos**. Relatório Bolsista de Iniciação Científica – CNPq - UFPE. 2021.
- IDELFONSO, M. L. **Moagem Ultrafina de Gipsita em Moinhos a Jato e Planetário: Um Estudo Comparativo**. Trabalho de conclusão de curso (graduação) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Engenharia de Minas - Bacharelado, 2023.
- JOHN, V. M.; CINCOTTO, M. A. Gesso de Construção Civil. In: ISAIA, G. C. **Materiais De Construção Civil e princípios de ciência e engenharia de materiais: Aglomerantes Minerais**, 3ª ed. São Paulo: Ibracon, v. 1, Cap. 23 2007.
- KLEIN, C.; DUTROW, B. **Manual de ciência dos minerais**. 23ª ed. Porto Alegre: Bookman, v. 53. 2012.
- MARTINS, F. S. **Obtenção de gesso tipo beta a partir de gipsita alabastro com granulometria ultrafina: análise da viabilidade técnica**. Relatório Bolsista de Iniciação Científica – CNPq - UFPE. Setembro, 2023.
- MANDAL, P. K.; MANDAL, T. K. Anion water in gypsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) and hemihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$). **Cement And Concrete Research**, v. 32, n. 2, p. 313-316, 2002.
- METSO OUTOTEC CORPORATION. **Basics in Minerals Processing**, ed. 12, 2021.
- OLIVEIRA, F. M.; BORGES, L. E.; MELO, E. B.; BARROS, M. L. S. C. **Características mineralógicas e cristalográficas da gipsita do Araripe**. p. 71-82. 2012.
- PRASAD, P. S. R. et al. Direct formation of the γ - CaSO_4 phase in dehydration process of gypsum: In situ FTIR study. **American Mineralogist**, v. 90, p. 672–678, 2005.
- ROSS, S. D. Sulphates and Other oxy-anions of Group VI. In: FARMER, V. C. **The infrared spectra of minerals**, Cap. 18, p. 423-439, 1974.
- SANTOS, R. B.; BARROS, S. D. S.; LAGES, G. A. **Projeto gipsita no sudoeste da bacia sedimentar do Araripe (PE, PI), Informe de Recursos Minerais, Série Rochas e Minerais Industriais no. 25**, Serviço Geológico do Brasil CPRM, 73p. 2019.
- SCHOFIELD, P. F.; KNIGHT, K. S.; STRETTON, I. C. Thermal expansion of gypsum investigated by neutron powder diffraction, $T=4.2\text{K}$ **American Mineralogist**, v. 81, p. 847-851, 1996.

- SINDUSGESSO. **Dados do setor**. 2022. Disponível em: < <https://sindusgesso.org.br/dados-do-setor/>> Acesso em: 05/10/2024.
- SOUZA, E. C.; OLIVEIRA, R. A. P.; FERRAZ, A. V. **Caracterização da gipsita do Polo Gesseiro do Araripe**. II Congresso Online Nacional de Química, pp. 1-6. 2020.
- PERES, L.; BENACHOUR, M. e SANTOS, W.A. **O Gesso: Produção e Utilização na Construção Civil**. Edições Bagaço. Recife, 2001.
- TINO, A. A. A. **Moagem ultrafina de gipsita em moinho planetário de bolas: caracterização dimensional, morfológica e estrutural do estado particulado**. Dissertação Mestrado, PPG Eng. Mineral, UFPE, 2016.
- WELLENKAMP, F. J. **Moagens fina e ultrafina de minerais industriais: uma revisão**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 56 p. 1999.
- YOKOYAMA, T.; INOUE, Y. **Selection of fine grinding mills**. In: SALMAN, A. D.; GHADIRI, M.; HOUNSLOW, M. J. Handbook of Powder Technology, v. 12, Cap. 10, p. 487-508. 2007.
- ZHANG, Q.; KASAI, E.; SAITO, F. **Mechanochemical changes in gypsum when dry ground with hydrated minerals**. Powder Technology, v. 87, p.67-71. Abril, 1996.