



VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA
VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING
18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil
August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil

Reciclagem e Obtenção de Alta Pureza de Alumina a Partir de Resíduos Industriais de Anodização de Alumínio para a Produção de Isoladores Elétricos de Alta Tensão.

Mércia F. Carvalho, merciafrancac@hotmail.com
Ricardo A. Sanguinetti Ferreira, ras@ufpe.br
Yogendra P. Yadava, yadava@ufpe.br

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Av. Academico Hélio Ramos s/n, CEP 50741-530, CDU, Recife-PE, Brasil.

Resumo: A anodização de alumínio e processos de revestimento de superfície é técnica comumente usada para produzir uma película decorativa e protetiva de alta qualidade. Estes processos demandam um grande consumo de água, e como consequência, tem-se a geração de expressivo volume de lodo industrial contendo quantidade significativa de hidróxido de alumínio coloidal, juntamente com o sódio, cálcio, sulfato de alumínio e água (entre 85-90%), resultando em uma problemática na eliminação destes resíduos industriais e a devida proteção ao meio ambiente. O alto teor de hidróxido de alumínio (Al_2O_3) em resíduos industriais da anodização constitui um amplo atrativo para fabricação de produtos industriais cerâmicos. No presente trabalho, foi coletado os resíduos numa indústria de anodização de alumínio no nordeste do Brasil. Estes foram secos a temperatura de $200^{\circ}C$ por um período de 24 horas para eliminação da água existente, que neste caso foi detectado uma umidade de 88% por peso com redução significativa do volume da massa. Na etapa seguinte, os resíduos secos foram calcinados a temperatura de $1000^{\circ}C$ por um período de 24 horas para dissociação de substâncias químicas, ou seja, eliminação de impurezas; e na etapa final, estes foram calcinados a temperatura de $1400^{\circ}C$ por um período de 48 horas com a finalidade de obtenção da maior porcentagem de alumina no material. Em todas as etapas de temperatura, os resíduos foram submetidos à apreciação estrutural e química através da análise de difratometria de raios-X e fluorescência de raios-X, em que nos quais se evidenciava um grande potencial de alumina. Após avaliação do resultado das temperaturas destes ensaios, verificou-se um crescimento gradativo da porcentagem do hidróxido de alumínio, principalmente na de $1400^{\circ}C$ que obtivemos 93% de alumina. Esta expressiva porcentagem é suficiente para a produção de isoladores elétricos de alta tensão.

Palavras-chave: Resíduos Industriais, Alumina, Isolador Elétrico

1. INTRODUÇÃO

Com o advento da onda industrial, surgida a partir do século XVIII, o crescimento econômico em curto prazo vem a ser o objetivo principal mediante a utilização de novos processos produtivos e a exploração intensiva de energia e matérias-primas, cujas fontes eram consideradas ilimitadas. Este modelo gerou expressiva riqueza econômica, mas trouxe consigo graves problemas sociais e ambientais, entre eles os resíduos industriais (TOFFLER, 1993).

Os resíduos fazem parte dos ciclos da natureza e da economia, mas o progresso econômico fez com que o desenvolvimento se acelerasse e como consequência o aumento da quantidade de resíduos, alguns difíceis de serem reciclados naturalmente. O descarte dos resíduos no ar, na água ou no solo, geralmente produz efeitos prejudiciais ao meio ambiente e ao próprio homem. Esta problemática torna-se mais visível quando se trata de resíduos sólidos, pelo fato de seu grau de dispersão ser bem menor que dos líquidos ou gases (MOMBACH, 2007).

As indústrias de fabricação e transformação de materiais produzem, em maior ou menor grau, certa quantidade de resíduos que nem sempre são reaproveitados ou têm um destino ecologicamente correto. Dar um destino correto a estes subprodutos constitui-se em um grande desafio. Em alguns casos, estes produtos secundários podem ser reutilizados diretamente ou podem ser aproveitados como matéria-prima básica em outros processos industriais, de acordo com o preconizado pela ISO 14040 (ISO, 1997).

O aproveitamento dos resíduos gerados pode trazer benefícios interessantes, tanto do ponto de vista ambiental como também na redução da criação e utilização de aterros; nos gastos com acondicionamento e transporte; na redução da utilização dos recursos naturais e na diminuição dos riscos ambiental proporcionados por esses resíduos (GAJOTI, 2009).

A utilização dos resíduos do processo de anodização para reciclagem vem desenvolvendo, a cada dia, novas alternativas de produtos cerâmicos, através de pesquisas e conhecimentos científicos. Com a evolução das pesquisas sobre esse material, tem-se conquistado, em sua composição, alumina de alto teor de pureza, sendo um elemento forte para uma larga aplicação na indústria cerâmica por apresentar propriedades elevadas em resistência elétrica, mecânica e refratariedade, pela obtenção controlada do tratamento térmico.

A anodização é uma forma de oxidação manipulada do alumínio objetivando uma grande proteção na superfície dos perfis, como também, em alguns casos, coloração para efeito estético do produto. Esse tratamento requer a utilização de muita água e ácido sulfúrico, assim, é através do processo eletroquímico que se consegue o preenchimento dos poros do perfil, o que resulta em uma película monolítica e uniforme.

Com isso, a indústria produz uma grande quantidade de resíduo contendo hidróxido de alumínio coloidal, bem como sódio, cálcio, sulfato de alumínio e água (85 – 90% em massa). Isso traz um grande problema de disposição deste resíduo e proteção do meio ambiente. O tratamento térmico adequado deste resíduo reduz significativamente a quantidade de água e tratamentos térmicos posteriores o transformam num produto com grande quantidade de alumina. O alto teor de alumina no resíduo industrial calcinado o torna muito atrativo para reciclagem e produção de produtos industriais baseados em alumina [1 – 3].

O Brasil possui um grande número de fábricas de médio e grande porte, particularmente na Região Nordeste, e gera uma grande quantidade deste tipo de resíduo no contexto nacional. No presente trabalho, nós reciclamos o resíduo industrial de uma fábrica de anodização de alumínio situada na região Nordeste do país e produzimos alumina de alta pureza (93%) por meio de calcinação em alta temperatura. A alumina com 93% pureza é um ótimo material para fabricação de isoladores elétricos. Neste trabalho, a alumina produzida a partir dos resíduos foi caracterizada por DRX, FRX, MEV, Dureza Vickers e Análise do Tamanho de Partícula cujos resultados serão analisados e discutidos.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Amostra do resíduo industrial de uma indústria de anodização do alumínio localizada na região Nordeste do Brasil foi coletada diretamente da estação de tratamento após passar pela prensa. Essa amostra apresentou-se com coloração branca acinzentada com aspecto sólido coloidal, com alto teor de impurezas ferrosas e contendo grande teor de umidade, verificação essa após secagem. O nosso objetivo é o da produção de alumina de alta pureza a partir da lama residual através dos tratamentos térmicos de secagem e calcinação em diferentes temperaturas.

Após a coleta dos resíduos (lodo), estes foram encaminhados ao Laboratório de Materiais de Eng^a. Civil da UFPE, os quais foram acondicionados em bandejas forradas com papel alumínio, conforme figura 1(a), para depois serem secos à temperatura de 200°C por 24 horas na estufa NAVETHERM, MODELO: ERN, N° DE SÉRIE – D04-

B30-300. Após secagem constatou uma perda significativa de massa e a perda da umidade de aproximadamente de 88%. Apresentando uma coloração de tom marrom claro, com aspecto de tamanho de grãos bem reduzidos conforme figura 1(b).



Figura 1(a): Resíduo natural



Figura 1(b): Resíduo após secagem

O material seco e devidamente desaglomerado foi acondicionado em cadinho de alumina e calcinado em forno laboratorial a temperatura de 1000°C por 24 horas, a queima da matéria nessa temperatura teve por objetivo a liberação das impurezas em forma de gás. O resfriamento foi realizado no interior do forno até temperatura ambiente para posterior retirada da amostra que apresentou uma coloração branca intensa e com mais uma redução, significativa do tamanho de partículas.

A mesma amostra foi acondicionada, novamente, em cadinho para calcinação no mesmo forno a temperatura de 1400°C por 48 horas, dessa vez com objetivo de sintetização do elemento alumina (Al_2O_3). Após resfriamento do forno e retirada da amostra, verificou-se uma tonalidade azul clara na mesma com redução do volume pouco significativa, e tamanha de partículas bem mais reduzidas. Está apresentada na figura 2, a seguir, a coloração das amostras após o tratamento térmico.



Figura 2: Tonalidade das amostras após tratamento térmico.

Após a secagem, as amostras foram analisadas por difratometria de raios X (DRX) e espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX). Os ensaios de DRX foram realizados em um difratômetro Siemens D – 5000, com radiação Cu – $\text{K}\alpha$ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$). Os experimentos de FRX foram realizados em um espectrômetro Rigaku, modelo RIX 3000, equipado com tubo de Rh. Esses estudos iniciais mostraram que a lama seca contém, predominantemente, hidróxido de alumínio e compostos de sódio, cálcio, sulfato de alumínio e outros compostos em menores quantidades.

Como a decomposição dos sulfatos correspondentes ocorre na faixa de temperatura de 800 – 1200°C [M. J. Ribeiro et al.], de modo a se obter a cerâmica alumina, o lodo seco foi sujeito a diferentes processos de calcinação. A primeira calcinação ocorreu à temperatura de 1000°C por 24 horas e a segunda calcinação a temperatura de 1400°C por 48h, usando um forno tipo mufla com controle computadorizado modelo EDG – 1700, com taxas de aquecimento e resfriamento controladas. A acurácia de medida de temperatura do forno é de +/- 1°C acima de 600°C. A taxa de aquecimento foi fixada em 15°C/min até 600°C e 5°C/min acima disto. Todos estes tratamentos em alta temperatura

foram realizados em cadinhos de alumina para se evitar contaminações. Após os tratamentos térmicos os materiais foram novamente analisados por DRX e FRX.

Depois de concluídos os processos de secagem, tratamento térmico e moagem, a fase seguinte foi a geração de corpos de prova. Adotaram-se os procedimentos mostrados na figura 3, abaixo:

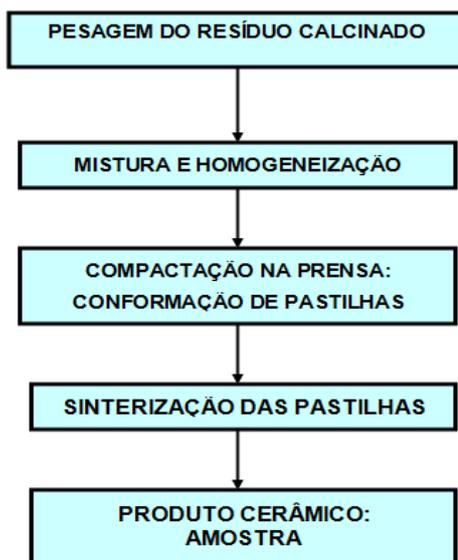


Figura 3 - Esquema do Processo de Preparação da Amostra

Desse material foram produzidos corpos de prova como amostra, através de prensagem hidráulica de 15 toneladas MARCON - MPH-15, figura 5 abaixo:

Essas amostras foram moldadas uniaxialmente, com carga de 12 toneladas por um tempo de 12 minutos em molde metálico com 30 mm de diâmetro, para formar pastilhas com cerca de 5 mm de espessura. Utilizou-se etilenoglicol como desmoldante, a fim de evitar a quebra das pastilhas e a adesão do pó dentro do molde, ou seja, reduzindo a fricção do mesmo com as paredes do molde.

Após moldagem, foram encaminhadas ao forno para sinterização numa temperatura de 1400°C com um tempo de 48 horas, resultando em “pastilhas” firmes e bem compactas conforme figura 4:

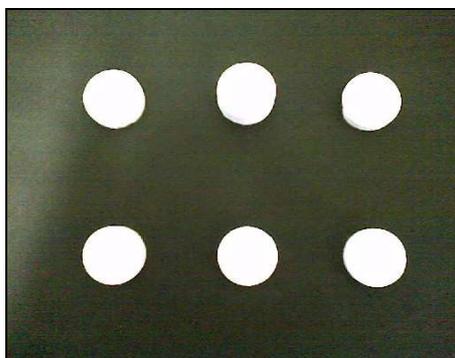


Figura 4 - Amostras após Sinterização.

A técnica de análise de área superficial por adsorção de nitrogênio de Brunauer, Emmet e Teller (BET) foi usada para caracterização das amostras. As características microestruturais dos corpos sinterizados foram estudadas em microscópio eletrônico de varredura (Philips XL30 TMP). Para análise da microestrutura, as amostras sinterizadas a 1400°C por 48h e em forma de “pastilhas” foram fragmentadas com auxílio de um instrumento pontiagudo e limpas

para logo após serem colocadas e coladas no suporte para serem metalizadas com fina camada de ouro por 80 segundos com a corrente de 40mA e 5×10^{-2} mbar de pressão.

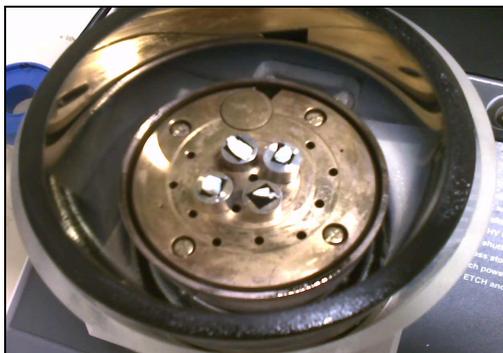


Figura 5: Metalização das amostras para o MEV.

Como se pode observar nas micrografias apresentadas nas figuras 6(A) e 6(B), as amostras apresentam uma morfologia de superfície homogênea e bem definida com distribuição de tamanho de partícula uniforme e contornos de grãos bem definidos.

Na figura 6(A), a massa cerâmica após queima de 48 horas em temperatura de 1.400°C se apresenta com poros bem distribuídos e tamanhos diversos. Ocorre uma predominância de tamanho de partículas em forma de placas, que se apresentam com boa aderência entre elas, o que pode influenciar na propriedade de resistência mecânica quando submetida a esforços físicos. Na figura 6(B) em detalhe, aumentada, observa-se a formação de contornos de grãos nas partículas e a porosidade da matéria.

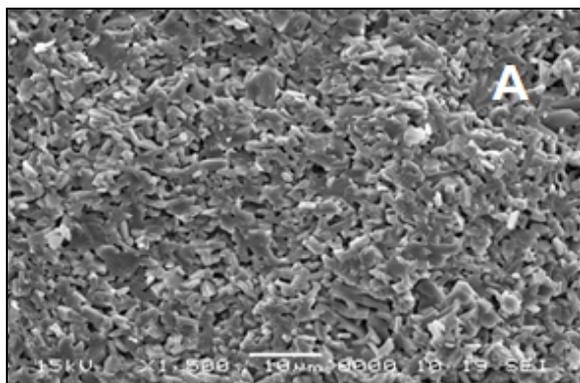


Figura 6(A) Microfotografia da amostra (fratura)

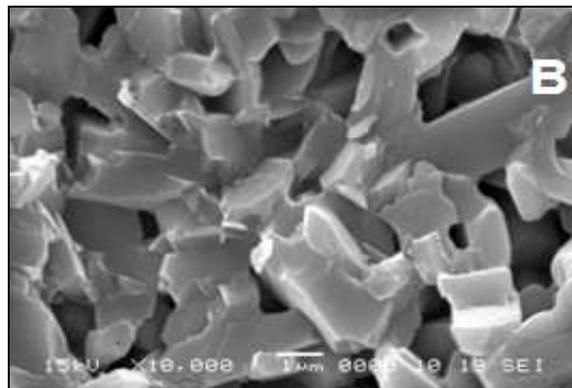


Figura 6(B) Microfotografia da amostra (fratura).

Na figura 6(B) em detalhe aumentado, observa-se a formação de contornos de grãos nas partículas e a porosidade da matéria.

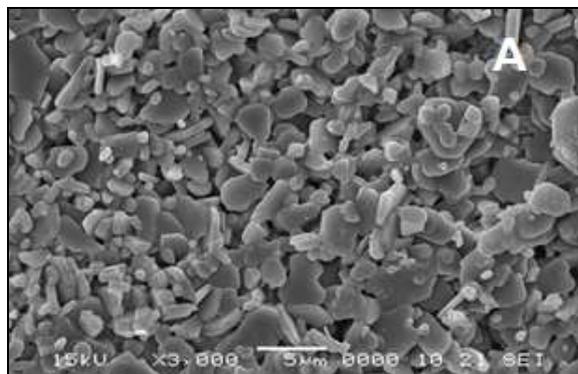


Figura 7(A): Microfotografia da amostra (superfície).

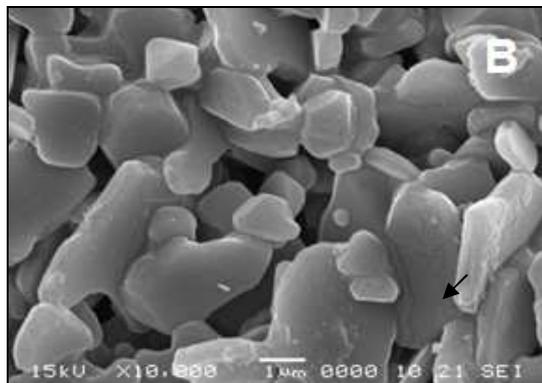


Figura 7(B): Microfotografia da amostra (superfície)

A densidade das amostras sinterizadas foi determinada pelo processo de Arquimedes e também, mediu-se a dureza vickers das amostras.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os espectros de DRX das amostras são mostrados nas figuras. No primeiro espectro revelam natureza amorfa com alguns picos largos do hidróxido de alumínio. Apenas o espectro da lama seca a 200° e posteriormente calcinada a 1000°C e a 1400°C revelam alguns picos definidos de estrutura cristalina. Provavelmente sais solúveis de Fe, Na, K, Mg, etc., foram removidos durante a calcinação.

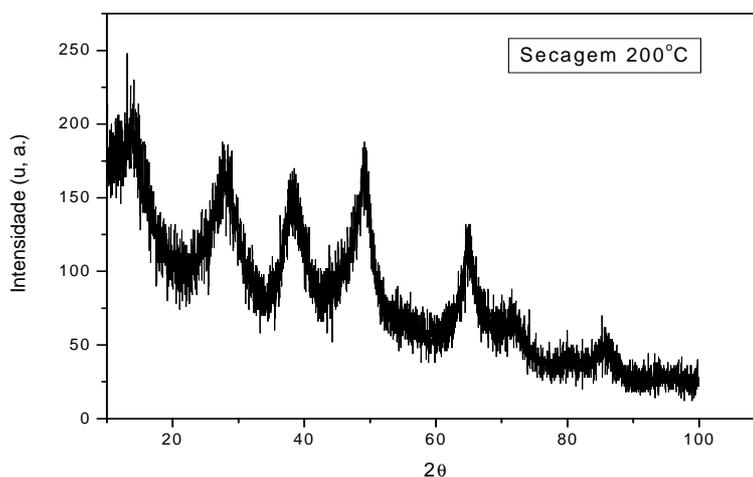


Fig. 8 (a): DRX de resíduo tratado termicamente à temperatura de 200°C.

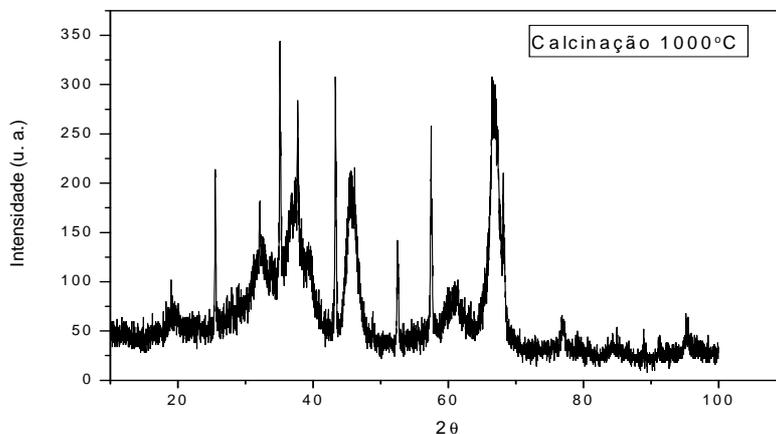


Fig. 8 (b): DRX de resíduo tratado termicamente à temperatura de 1000°C

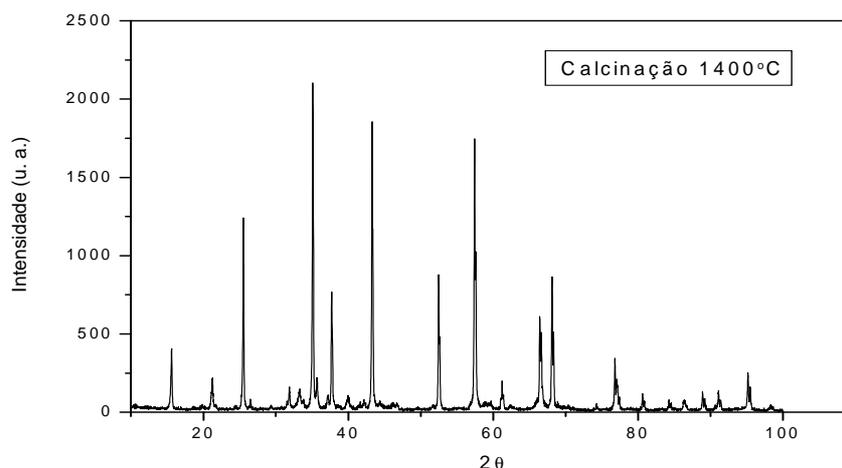


Fig. 8 (c): DRX de resíduo tratado termicamente à temperatura de 1400°C.

A composição química das amostras secas a 200°C determinadas por FRX é mostrada na tabela 1. Percebe-se uma visível diferença no conteúdo de alumina entre elas, um aumento de 80,40% para 93,00%. Também é significativa a presença de outros compostos químicos, como SO_3 , SiO_2 , CaO , etc., em ambos os casos.

Como a decomposição do hidróxido de alumínio e sulfatos ocorre em temperaturas mais elevadas (>800°C e >1100°C, respectivamente) [1], os lotes da lama seca foram calcinados a 1000°C e 1400°C. Este processo é realizado em forno mufla, de modo a permitir a exaustão de gases tóxicos contendo, entre outras substâncias, enxofre. Esse material foi novamente analisado por DRX e FRX.

Espectros típicos de DXR da lama seca calcinada a 1400° está presente na figura 8(c), e como se pode ver, todos os materiais calcinados apresentam um **espectro** típico de Al_2O_3 com picos idênticos ao da alumina padrão. Na figura 8(b) estão mostrados espectros do material calcinado a 1000°C para comparação com a temperatura de 1400°C. Ambos apresentam picos típicos da alumina, com a diferença de que a amostra da figura 8(c) apresenta picos mais intensos. Um grande mérito deste trabalho é a obtenção de alumina com cerca de 93% de pureza a partir de um resíduo industrial da fábrica de anodização de alumínio.

Tabela 1: Análise química (peso%) pela técnica FRX

Químicos	MF 01	MF 02	MF 03
Al ₂ O ₃	80.40	91.60	93.00
SO ₃	13.50	2.12	0.05
SiO ₂	2.73	2.52	2.30
Na ₂ O	1.58	1.98	2.72
MgO	0.32	0.33	0.36
P ₂ O ₅	0.22	0.23	0.22
K ₂ O	0.03	0.03	0.04
CaO	0.15	0.13	0.13
TiO ₂	nd	0.06	0.05
V ₂ O ₅	nd	nd	0.01
Cr ₂ O ₃	nd	nd	0.01
MnO	0.02	0.02	0.02
Fe ₂ O ₃	0.21	0.20	0.23
Co ₂ O ₃	0.01	0.01	0.01
NiO	0.18	0.17	0.18
CuO	0.01	0.01	0.01
ZnO	0.00	0.00	0.00
Ga ₂ O ₃	0.01	0.01	0.01
SrO	0.01	0.00	0.00
ZrO ₂	0.09	0.08	0.09
SnO ₂	0.47	0.52	0.59
I	0.13	nd	0.10
Total	100.06	100.02	100.02

A distribuição dos grãos através da análise granulométrica foi feita no Laboratório de Tecnologia Mineral, no Departamento de Engenharia de Minas da UFPE.

O material referente à amostra MF 03 foi moído no Moinho de Bolas MA-500, que tem jarro em cerâmica sinterizada, o qual através de movimentos circulares rápidos no sentido horizontal de jarros sobre rolos motorizados, roletes cilíndricos em alumina sinterizada são direcionados em sentido contrário contra as paredes internas dos jarros amassando o material por vinte e quatro horas, gerando uma granulometria fina. Após moagem os resíduos foram beneficiados em peneira #200 mesh ABNT, visando padronizar os tamanhos máximos das partículas presentes.

A amostra foi analisada via úmida objetivando quantificar o tamanho das partículas, pois no meio aquoso as partículas se distribuem melhor. Neste ensaio, foi utilizada água bidestilada, limpa e livre de impurezas para que não houvesse confusão na leitura do tamanho das partículas e executaram-se três leituras a fim de obter a média. Como resultado, obteve-se partículas com dimensão de 2,26 µm conforme mostra a figura 9 seguinte:

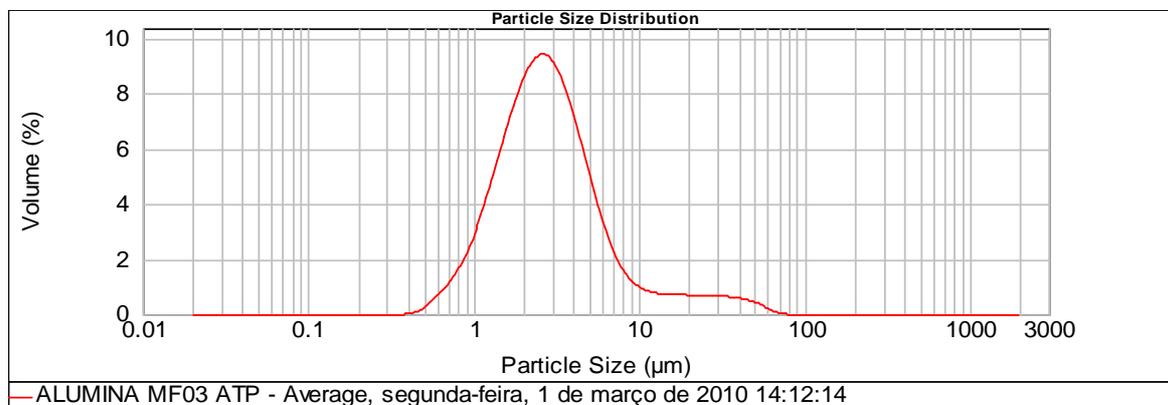


Figura 9: Distribuição do tamanho de partículas da amostra MF03.

CONCLUSÕES

Neste trabalho foi possível apresentar um bom potencial para a reciclagem do material analisado, obtendo após as pesquisas realizadas e constatadas a produção de alumina com cerca de 93% de pureza.

Os resultados do experimento indicam que a linha de pesquisa sobre a lama residual de uma indústria de anodização, com o enfoque em tratamento térmico, direcionam a futura linha de produção de isoladores elétricos provenientes de resíduos industriais.

Este trabalho é aberto a duas fontes de problemas industriais atuais: redução do impacto ambiental pela reciclagem de resíduo e a produção de um produto alternativo para uso industrial.

AGRADECIMENTOS

Ao apoio financeiro do FACEPE.

REFERENCES

- [1] M. J. Ribeiro, D. U. Tulyaganov, J. M. Ferreira, J. A. Labrincha, *Ceramics International* 28 (2002): p. 319. and references therein;
- [2] F.M. Sauders, *Alum. Technology '86*, (Shepard Terry. Inst. Met., London, 1986).
- [3] L. Barbieri, A.B. Corradi, I. Lancelloti, C. Siligardi, *Proc. 6th Conference of Eur. Ceram. Soc.*, (1999) pp.177.
- [4] A. Mergen, *British Ceramic Transactions* 103 (2004) 42-46.
- [5] G. M. http://wos.isiknowledge.com/CIW.cgi?SID=W2H8kIMpCOCN662M62I&Func=OneClickSearch&field=AU&val=Shigaleva+GM&curr_doc=1/10&Form=FullRecordPage&doc=1/10 Khodakova. E. V, Rudkovskii, *Glass and Ceramics* 57 (2000) 284-285.
- [6] J. D. Smith, H. Fang, K. D. Peaslee, *Resources Conservation and Recycling* 25 (1999) 151-169.

Reciclagem e Obtenção de Alta Pureza de Alumina a Partir de Resíduos Industriais de Anodização de Alumínio para a Produção de Isoladores Elétricos de Alta Tensão.

Mércia F. Carvalho, merciafrancac@hotmail.com

Ricardo A. Sanguinetti Ferreira, ras@ufpe.br

Yogendra P. Yadava, yadava@ufpe.br

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Av. Academico Hélio Ramos s/n, CEP 50741-530, CDU, Recife-PE, Brasil.

Abstract: Anodization and processes of surface coating technique is commonly used to produce a decorative and protective film of high quality. These processes require a large consumption of water and, consequently, has been generating a significant amount of industrial sludge containing significant amount of aluminum hydroxide, silica, along with sodium, calcium, aluminum sulfate and water (between 85-90 %), resulting in a problem in their industrial waste disposal and adequate protection of the environment. The high content of aluminum hydroxide (Al_2O_3) in industrial waste from the anodizing process is a broad appeal for the manufacture of industrial ceramics. In the present study were collected in the waste industry anodizing aluminum in northeastern Brazil. These were dried at a temperature of 200 ° C for a period of 24 hours to remove water existing in this case was detected a humidity of 88% by weight with significant reduction in the amount of mass. In the next step, the dry residues were annealed at a temperature of 1000 ° C for 24 hours for dissociation of chemicals, ie, elimination of impurities, and the final stage; they were annealed at a temperature of 1400 ° C for 48 hours in order to obtain the highest percentage of alumina in the material. At all stages of temperature, the residues were submitted to chemical and structural analysis by diffraction of X-ray fluorescence and X-ray, in which we showed a great potential of alumina. After evaluating the results of the temperatures of these trials, there was a gradual increase of the percentage of aluminum hydroxide; especially at 1400 ° C we obtained 93% of alumina. This percentage is significant enough for the production of electric insulators high voltage.

Keywords: Waste Industries, Alumina, Electrical Insulator.