NANOSSÍLICA DE RESÍDUOS DE TERRA DE DIATOMÁCEA DA INDÚSTRIA CERVEJEIRA COM ATIVIDADE POZOLÂNICA

Nanosilica from diatomaceous earth waste in the brewing industry with pozzolanic potential

Rafaela de Jesus Paula
Universidade do Estado de Minas Gerais | João Monlevade, Minas Gerais | rafaela.0692969@discente.uemg.br

Carlos Eduardo Martins Moreira
Universidade do Estado de Minas Gerais | João Monlevade, Minas Gerais | carlos.0694047@discente.uemg.br

Antônio Teodoro Dutra Junior
Universidade do Estado de Minas Gerais | João Monlevade, Minas Gerais | antonio.0694018@discente.uemg.br

Dreison Mendanha Leal Arouca Poço
Universidade do Estado de Minas Gerais | Frutal, Minas Gerais | dreison.1053602@discente.uemg.br

Filipe Gomes Fagundes
Universidade do Estado de Minas Gerais | João Monlevade, Minas Gerais | fgfagundes@gmail.com

Evaneide Nascimento Lima
Universidade do Estado de Minas Gerais | João Monlevade, Minas Gerais | evaneide.lima@uemg.br

Robson Pereira de Lima
Universidade do Estado de Minas Gerais | João Monlevade, Minas Gerais | robson.lima@uemg.br

Augusto Cesar da Silva Bezerra
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais | Belo Horizonte, Minas Gerais | augustobezerra@cefetmg.br

Osania Emerenciano Ferreira
Universidade do Estado de Minas Gerais | Frutal, Minas Gerais | osania.ferreira@uemg.br

Eduardo da Silva Martins
Universidade do Estado de Minas Gerais | Frutal, Minas Gerais | eduardo.martins@uemg.br

Alan Rodrigues Teixeira Machado
Universidade do Estado de Minas Gerais | João Monlevade, Minas Gerais | alan.machado@uemg.br

RESUMO

A indústria cervejeira gera grandes volumes de diatomito residual, cuja destinação ainda representa um desafio ambiental. Em função desse desafio, este trabalho propõe a valorização desse resíduo como matéria-prima para a produção de nanossílica (NS). Para tanto, o diatomito residual foi submetido a tratamento térmico a 700 °C por 6 horas e caracterizado por diversas técnicas. A análise morfológica por MEV revelou uma estrutura porosa, enquanto a caracterização química por DRX, FRX/EDX e FTIR confirmou a sílica como fase majoritária. O tamanho médio de cristalito, estimado pela equação de Scherrer, foi de 21,69 nm. Além disso, o ensaio de condutividade elétrica indicou uma variação de 3,833 mS/cm, classificando a NS como material de boa pozolanicidade. Os resultados sugerem que a conversão do diatomito residual em NS agrega valor ao resíduo industrial subaproveitado, sendo uma alternativa alinhada aos princípios da economia circular e à redução do impacto ambiental.

Palavras-chave: Diatomito. Resíduo. Caracterização.

ABSTRACT

The brewing industry generates large volumes of residual diatomite, whose disposal still represents an environmental challenge. Due to this challenge, this study proposes the valorization of this waste as a raw material for the production of nanosilica (NS). For this purpose, the residual diatomite was subjected to thermal treatment at 700 °C for 6 hours and characterized by various techniques. Morphological analysis by SEM revealed a porous structure, while chemical characterization by XRD, EDXRF, and FTIR confirmed silica as the major phase. The average crystallite size, estimated using the Scherrer equation, was 21.69 nm. In addition, the electrical conductivity test indicated a variation of 3.833 mS/cm, classifying the NS as a material with good pozzolanicity. The results suggest that converting residual diatomite into NS adds value to the underutilized industrial waste, representing an alternative aligned with the principles of circular economy and the reduction of environmental impact.

Keywords: Diatomite. Waste. Characterization.

1 INTRODUÇÃO

O diatomito, formado por restos fossilizados de diatomáceas, apresenta alta porosidade e grande área superficial específica, características que o tornam um material promissor para diversas aplicações, especialmente em processos de adsorção (Tsai *et al.,* 2004; García-Díaz *et al.,* 2024). Na indústria cervejeira, o diatomito é amplamente utilizado no processo de filtragem de cervejas, removendo impurezas e microrganismos para garantir a transparência e estabilidade do produto final (Gong *et al.,* 2019). Como resultado desse processo, grandes volumes de diatomito residual são gerados anualmente, representando um desafio ambiental. Apenas uma pequena fração desse resíduo é reutilizada, o que reforça a necessidade de alternativas viáveis e sustentáveis para seu aproveitamento (Kimosop *et al.,* 2020; Gong *et al.,* 2019).

Apesar dos avanços nos métodos químicos para a regeneração do diatomito residual, essa abordagem ainda apresenta limitações, como custos elevados e a geração de resíduos secundários (Stavrinou *et al.,* 2024; Payá *et al.,* 2021; Tsai *et al.,* 2004). Métodos biológicos que utilizam microrganismos para a degradação de compostos orgânicos têm demonstrado potencial, mas enfrentam desafios relacionados à eficiência e ao controle das condições ambientais (Gong *et al.,* 2019). Entre as alternativas estudadas, o tratamento térmico que visa a remoção de matéria orgânica é destacado como uma estratégia promissora. Além de reduzir a matéria orgânica, esse processo tem o potencial de preparar materiais ricos em nanossílica (NS), ampliando suas aplicações (Aggrey *et al.,* 2021). De fato, Magalhães *et al.* (2024) mostram o potencial do diatomito residual proveniente da indústria vinícola, após processo de calcinação, como substituto parcial do cimento e da areia em misturas de concreto, alcançando aumentos significativos na resistência à compressão e redução da absorção de água, inclusive em análises de longo prazo. Além disso, Sierra et al. (2010) destacam que, mesmo sem a etapa de calcinação, o diatomito apresenta atividade pozolânica quando combinado com cal, o que reforça sua aplicabilidade em matrizes cimentícias.

Nesse contexto, a obtenção de nanossílica (NS) a partir do diatomito residual e sua caracterização como adição pozolânica têm despertado crescente interesse na literatura. Os resultados de Mejía et al. (2013) e Font *et al.* (2018) corroboram esse panorama ao demonstrarem que resíduos com elevado teor de sílica, como a cinza de casca de arroz e o próprio diatomito, podem ser empregados como fontes alternativas de sílica em ligantes geopoliméricos. Esses avanços refletem não apenas a versatilidade do diatomito como precursor pozolânico, mas também a necessidade de aprofundar investigações sobre sua reatividade, especialmente quanto à nanossílica presente em sua estrutura, com vistas ao desenvolvimento de materiais cimentícios de baixo impacto ambiental. Isso porque as propriedades mecânicas e microestruturais dos materiais cimentícios formulados com esses resíduos dependem fortemente da pureza e da reatividade da sílica presente. Embora a substituição de fontes comerciais, como o silicato de sódio, por resíduos ricos em sílica represente uma alternativa ambientalmente vantajosa, ainda há uma lacuna significativa no entendimento das propriedades pozolânicas do material derivado do diatomito residual.

Para ampliar o uso do diatomito residual como alternativa sustentável e fonte de sílica, tornou-se fundamental se aprofundar na caracterização desse material e avaliar sua atividade pozolânica. A maioria das pesquisas concentra-se em resíduos de outras fontes, como a cinza de casca de arroz, enquanto o potencial do diatomito residual da indústria cervejeira permanece subaproveitado. Por isso, este estudo tem como objetivo testar duas hipóteses: se o tratamento térmico do diatomito residual da indústria cervejeira resultará na geração de NS; e se a NS produzida apresentará atividade pozolânica.

2 METODOLOGIA

2.1 OBTENÇÃO DO DIATOMITO RESIDUAL

A coleta da amostra foi realizada em frascos de polietileno, em uma indústria cervejeira de grande porte na região do triângulo mineiro, Minas Gerais, Brasil. O resíduo foi filtrado e a parte sólida secada em estufa a 105 ºC por 24 horas.

2.2 OBTENÇÃO DA NANOSSÍLICA

Cerca de 20 g de diatomito residual foram colocados em uma mufla com capacidade aproximada de 9 L [35cm (comprimento) × 16cm (largura) × 16cm (altura)], equipada com um regulador de temperatura digital (LF0910, Jung, Blumenau, Brasil). O material foi aquecido a 700 °C por um período de 6 horas. Após a calcinação, o cadinho contendo o produto da calcinação (NS) foi transferido para um dessecador, onde

permaneceu armazenado até sua utilização. Essa condição foi selecionada por ser eficaz na eliminação da matéria orgânica e na otimização da concentração de sílica (Magalhães *et al*., 2024).

2.3 CARACTERIZAÇÃO DA NANOSSÍLICA

A morfologia e a composição da NS foram investigadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com o equipamento Vega 3 LMU (TESCAN, Brno-Kohoutovice, República Tcheca), acoplado a um espectrômetro de energia dispersiva de raios X (EDS, X-MaxN, Oxford Instruments, Oxford, Reino Unido). Para essa análise, a NS foi metalizada com uma fina camada de ouro-paládio por pulverização catódica (SC7620, Quorum Technologies, Ashford, Reino Unido) e examinada sob uma tensão de 20 kV.

Os grupos funcionais da NS foram identificados em espectrômetro de Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) (Cary 630, Agilent Technologies, Santa Clara, EUA), equipado com um módulo de reflexão total atenuada (ATR). A identificação das fases cristalinas foi realizada por difração de raios X (DRX) utilizando difratômetro (XRD-7000, Shimadzu, Kyoto, Japão), equipado com um goniômetro vertical Theta-Theta. A análise foi realizada com uma fonte de raios X de cobre (Cu) operando a uma tensão de 40,0 kV e uma corrente de 30,0 mA. As varreduras foram feitas com um passo de 0,02° (2θ) no intervalo de 5° a 90°, a uma velocidade de 2°/min. O tamanho médio do cristalito foi determinado a partir do pico mais intenso do difratograma, utilizando a equação de Scherrer, uma vez que é uma metodologia amplamente aceita para materiais com dimensões nanométricas (Aggrey *et al.,* 2021).

Adicionalmente, a NS foi caracterizada por Fluorescência de Raios X com Dispersão de Energia (FRX/EDX; EDX-720, Shimadzu, Kyoto, Japão). Para isso, a amostra foi irradiada em atmosfera de vácuo utilizando um tubo de raios X de ródio (Rh), operando a 15 kV (Na-Sc) e 50 kV (Ti-U). A detecção foi realizada com detector de silício, resfriado com nitrogênio líquido.

2.4 AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA

A atividade pozolânica da NS foi avaliada pelo método da condutividade elétrica, que determina a pozolanicidade do material com base na variação da condutividade de solução saturada de hidróxido de cálcio (Luxan *et al.,* 1989). Para tanto, 5,0 g de NS foram adicionadas a solução saturada de hidróxido de cálcio mantida a 40 °C. A variação entre a condutividade elétrica da solução saturada de hidróxido de cálcio e a condutividade elétrica da mesma solução com a adição da NS foi determinada após 2 min da adição.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A calcinação do diatomito residual na presença de oxigênio alterou sua coloração para vermelho cobre (Figura 1a), corroborando os resultados de Aggrey *et al.* (2021). A análise morfológica da NS revelou partículas com estruturas celulares bem distribuídas em suas superfícies (Saidi, Hasan, 2022), preservando parcialmente as características do diatomito residual (Figura 1b). Essa estrutura porosa pode contribuir para a atividade pozolânica, devido ao aumento da área superficial e à presença de sítios ativos para reações químicas (Madani *et al.,* 2012). Além disso, a análise por EDS confirmou que os principais elementos presentes na superfície do material são o silício (Si), o oxigênio (O) e o alumínio (Al), característicos de materiais de origem diatomácea, com o SiO_2 predominando na matriz.

A caracterização complementar da NS por FTIR mostrou bandas intensas em 1090 cm^{-1} e 477 cm^{-1} (Figura 2a), atribuídas às vibrações assimétricas de estiramento do siloxano (Si–O–Si) (Ozdemir *et al*., 2022). Além disso, foram observadas bandas em 3450 cm^{-1} e 1630 cm^{-1}, associadas, respectivamente, ao estiramento e à deformação de O–H da água adsorvida, enquanto uma banda menor em 796 cm^{-1} foi atribuída às vibrações simétricas de estiramento de Si–O–Al. Esses resultados indicam a predominância de ligações características do dióxido de silício e interações com moléculas de água, corroborando com a composição identificada previamente pela EDS.

A análise por DRX (Figura 2b) confirmou os resultados anteriores, mostrando picos de difração em 2θ de 21,7° e 35,9°, correspondentes às faces cristalinas (101) e (112) do SiO_2 (Cai *et al.,* 2018). O cálculo do tamanho médio do cristalito, realizado pela equação de Scherrer, indicou um valor de 21,69 nm, confirmando a formação de partículas nanocristalinas. Adicionalmente, a composição química foi determinada por FRX. O material apresentou predominância de dióxido de silício (SiO_2), com teor de 95,05%, seguido por óxidos de alumínio [Al_2O_3 (2,37%)] e ferro [Fe_2O_3 (1,69%)]. A soma desses três óxidos é de 99,11%, valor que ultrapassa o limite mínimo de 70% estabelecido pela norma NBR 12.653 (ABNT, 2012) para a classificação

de materiais pozolânicos, considerando a soma dos teores de SiO_2, Al_2O_3 e Fe_2O_3. Além desses óxidos principais, também foram identificados outros óxidos, como CaO (0,41%), TiO_2 (0,20%), K_2O (0,17%), BaO (0,11%) e ZrO_2 (0,01%). Embora presentes em teores reduzidos, esses componentes podem influenciar as propriedades físico-químicas do material, como estabilidade térmica, comportamento em reações pozolânicas e resistência a agentes agressivos.

Figura 1: Fotografia (a) e micrografia (b) do diatomito residual de cervejaria após calcinação à 700 ºC por 6 horas

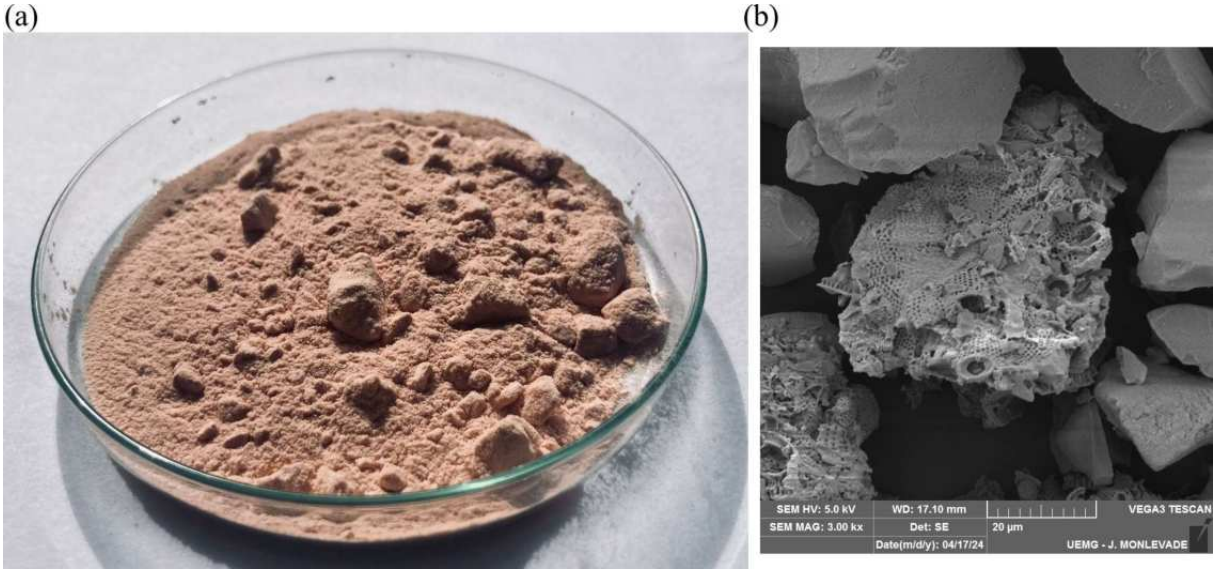
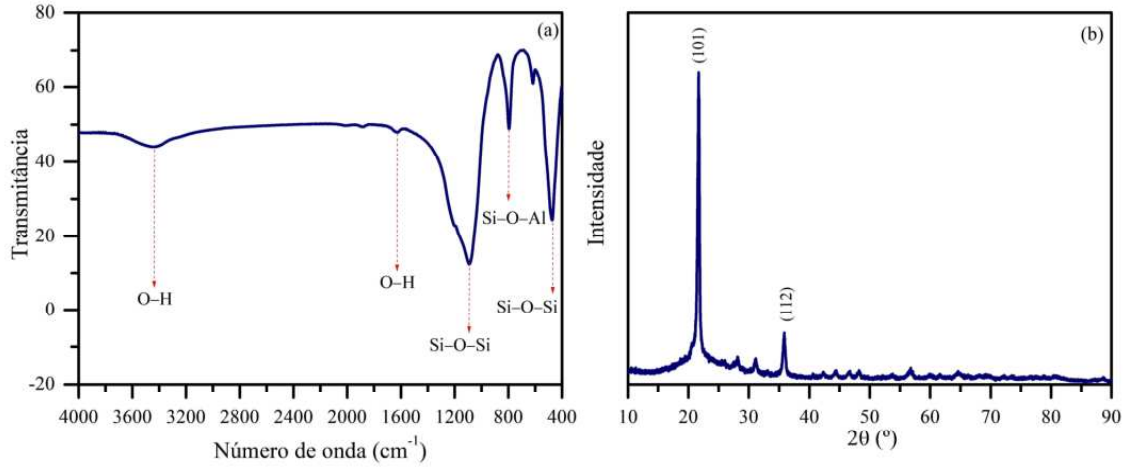


Figura 2: (a) Espectro FTIR e (b) difratograma de raios X do diatomito residual de cervejaria após calcinação à 700 ºC por 6 horas.



O ensaio de atividade pozolânica revelou uma variação de condutividade elétrica de 3,833 mS/cm. Segundo os critérios de classificação, materiais com variação inferior a 0,4 mS/cm são considerados não pozolânicos; aqueles com variação entre 0,4 e 1,2 mS/cm apresentam pozolanicidade variável; e materiais com variação superior a 1,2 mS/cm são classificados como de boa pozolanicidade (Luxan *et al.,* 1989). Dessa forma, a NS obtida a partir do diatomito residual de cervejaria demonstra potencial para aplicações como material pozolânico.

Esse desempenho está diretamente relacionado à composição química do material. A elevada concentração de sílica (SiO_2), em particular, indica um forte potencial reativo com o hidróxido de cálcio presente em sistemas cimentícios, favorecendo a formação de produtos hidratados como o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), responsável pela resistência mecânica. A presença complementar de Al_2O_3 e Fe_2O_3 também pode contribuir para a formação de fases secundárias que reforçam a microestrutura do material (SILVEIRA et al., 2025). Destaca-se ainda que o teor de SiO_2 obtido foi superior ao relatado por Magalhães et al. (2024), que analisaram o diatomito residual da indústria vinícola e encontraram 84,29% de SiO_2 e 13,86% de Al_2O_2. Essa diferença mostra a variabilidade na composição da terra de diatomácea de acordo com sua origem, ressaltando a importância da caracterização detalhada dos resíduos industriais para ampliar o seu uso em aplicações cimentícias.

4 CONCLUSÃO

Os resultados deste estudo confirmam ambas as hipóteses propostas. O tratamento térmico do diatomito residual da indústria cervejeira resultou na geração de NS, conforme demonstrado pelas análises morfológicas e químicas. Além disso, a NS produzida apresentou atividade pozolânica, caracterizada pela variação da condutividade elétrica em solução saturada de hidróxido de cálcio, indicando que esse material tem potencial de aplicação em materiais cimentícios. Esses resultados indicam que o material possui potencial promissor para aplicação como adição suplementar em composições cimentícias, contribuindo para o aproveitamento de resíduos industriais e para o desenvolvimento de materiais mais sustentáveis. Dessa forma, esta pesquisa reforça o potencial da valorização de resíduos agroindustriais como uma estratégia promissora para a produção de materiais com maior valor agregado. Para estudos futuros, recomenda-se a investigação do desempenho mecânico de compósitos cimentícios contendo NS, assim como a avaliação da influência de diferentes condições de calcinação sobre sua reatividade pozolânica.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG, APQ-02998-22) e à Universidade do Estado de Minas Gerais (UEMG [Pesquisador de Produtividade da UEMG – PQ/UEMG]) pelo apoio financeiro e pelas bolsas concedidas. Esta pesquisa utilizou e agradece as instalações do Laboratório de Materiais Inovadores Sustentáveis (LAB-MIS) do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG) que contribuiu para a obtenção dos resultados apresentados.

REFERÊNCIAS

AGGREY, P.; SALIMON, A. I.; ABDUSATOROV, B.; FEDOTOV, S. S.; KORSUNSKY, A. M. The structure and phase composition of nano-silicon as a function of calcination conditions of diatomaceous earth. **Materials today: proceedings**, v. 33, p. 1884–1892, 2021. DOI: https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.05.358.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 12653**: Materiais pozolânicos – Requisitos. Rio de Janeiro, 2012.

CAI, L.; GONG, J.; LIU, J.; ZHANG, H.; SONG, W.; JI, L.. Facile preparation of nano-Bi_2MoO_6/diatomite composite for enhancing photocatalytic performance under visible light irradiation. **Materials**, v. 11, n. 2, 2018. DOI: https://doi.org/10.3390/ma11020267.

FONT, A.; SORIANO, L.; REIG, L.; TASHIMA, M. M.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PAYÁ, J. Use of residual diatomaceous earth as a silica source in geopolymer production. **Materials letters**, v. 223, p. 10–13, 2018. DOI: https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.04.010.

GARCÍA-DÍAZ, A.; BUENO-RODRÍGUEZ, S.; FELIPE-SESÉ, M. A.; ELICHE-QUESADA, D. Effect of the incorporation of spent diatomaceous earths on the properties of alkaline activation cements based on sewage sludge ash. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v. 24, n. 2, p. 1-10, 2024. DOI: https://doi.org/10.1007/s43452-024-00873-1.

GONG, X.; TIAN, W.; BAI, J.; QIAO, K.; ZHAO, J.; WANG, L. Highly efficient deproteinization with an ammonifying bacteria Lysinibacillus fusiformis isolated from brewery spent diatomite. **Journal of Bioscience and Bioengineering**, v. 127, n. 3, p. 326-332, 2018. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jbiosc.2018.08.004.

KIMOSOP, S. J.; ORATA, F.; SHIKUKU, V. O.; OKELLO, V. A.; GETENGA, Z. M. Insights on adsorption of carbamazepine onto iron oxide modified diatomaceous earth: kinetics, isotherms, thermodynamics, and mechanisms. **Environmental Research**, v. 180, p. 108898, 2019. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envres.2019.108898.

LUXÁN, M. P.; MADRUGA, F.; SAAVEDRA, J. Rapid evaluation of pozzolanic activity of natural products by conductivity measurement. **Cement and concrete research**, v. 19, n. 1, p. 63–68, 1989. DOI: https://doi.org/10.1016/0008-8846(89)90066-5.

MADANI, H.; BAGHERI, A.; PARHIZKAR, T. The pozzolanic reactivity of monodispersed nanosilica hydrosols and their influence on the hydration characteristics of Portland cement. **Cement and concrete research**, v. 42, n. 12, p. 1563–1570, 2012. DOI: https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.09.004.

MAGALHÃES, L. J. R.; FERREIRA, D. M.; RAMOS-GAVILÁN, A. B. Enhancing concrete sustainability with spent diatomaceous earth from the wine industry: Long-term experimental and statistical analysis. **Structural concrete**, p. 1–19, 2024.DOI: https://doi.org/10.1002/suco.202400889.

MEJÍA, J. M.; MEJÍA DE GUTIÉRREZ, R.; MONTES, C. Rice husk ash and spent diatomaceous earth as a source of silica to fabricate a geopolymeric binary binder. **Journal of cleaner production**, v. 118, p. 133–139, 2016. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.01.057.

OZDEMIR, C.; GUMUS, O. Y.; CALIS-ISMETOGLU, G.; UNAL, H. I. Electroactively smart vibration damping suspensions of diatomite/silicone oil. **Rheologica acta**, v. 61, n. 7, p. 459–472, 2022. DOI: https://doi.org/10.1007/s00397-022-01342-3.

PAYÁ, J.; SORIANO, L.; FONT, A.; ROSADO, M. V. B.; NANDE, J. A.; BALBUENA, J. M. Reuse of industrial and agricultural waste in the fabrication of geopolymeric binders: mechanical and microstructural behavior. **Materials**, v. 14, n. 9, p. 2089, 2021. DOI: https://doi.org/10.3390/ma14092089.

SAIDI, T.; HASAN, M. The effect of partial replacement of cement with diatomaceous earth (DE) on the compressive strength and absorption of mortar. **Journal of King Saud University - Engineering Sciences**, v. 34, n. 4, p. 250–259, 2022. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jksues.2020.10.003.

SIERRA, E J.; MILLER, S. A.; SAKULICH, A. R.; MACKENZIE, K.; BARSOUM, M. W. Pozzolanic activity of diatomaceous earth. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 93, n. 10, p. 3406-3410, 2010. DOI: https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.03886.x

SILVEIRA, V. A. L.; DE RESENDE, D. S.; BEZERRA, A. C. DA S. Sanitary ware waste in eco-friendly Portland blended cement: Potential use as supplementary cementitious material. **Cement**, v. 19, n. 100126, p. 100126, 2025. doi: https://doi.org/10.1016/j.cement.2024.100126.

STAVRINOU, A.; THEODOROPOULOU, M. A.; AGGELOPOULOS, C. A.; TSAKIROGLOU, C. D. Phenanthrene sorption studies on coffee waste- and diatomaceous earth-based adsorbents, and adsorbent regeneration with cold atmospheric plasma. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 31, n. 28, p. 39884-39906, 2023. DOI: https://doi.org/10.1007/s11356-023-27381-8.

TSAI, W. T.; HSIEN, K. J.; YANG, J. M. Silica adsorbent prepared from spent diatomaceous earth and its application to removal of dye from aqueous solution. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 275, n. 2, p. 428–433, 2004. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jcis.2004.02.093.